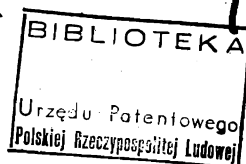


COA 27/52



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 43453

Kl. 12 o, 7/03

Akademia Medyczna (Zakład Farmakologii)*)

Wrocław, Polska

Sposób wytwarzania 1,4-dwuftalimidobutanonu-2

Patent trwa od dnia 10 kwietnia 1959 r.

1,4 dwuftalimidobutanon-2 jest półproduktem do syntezy związków fizjologicznie czynnych, np. histaminy. Wiadomo, że 1,4-dwuftalimidobutanon-2 otrzymuje się przez hydratację kwasem siarkowym wobec jonów rtęci 1,4-dwuftalimidobutynu-2 (M. M. Frasser i R. A. Raphael, Soc. 1952, 226) lub z chlorku ftalimidoacetylu (J. Borkovec, H. Hadacek, Chem. Listy 47, 1239, 1953).

Stwierdzono, że 1,4-dwuftalimidobutanon-2 można wytwarzać z dobrą wydajnością, ogrzewając w ciągu 3—10 godzin w temperaturze 100—145°C 1,4-dwuchlorobutanon-2 z zawieszoną ftalimidku potasowego lub sodowego w toluenie, dwumetyloformamidzie lub innym obojętnym odpowiednio wysoko wrzącym rozpuszczalniku. W tych warunkach następuje wymiana obu atomów chlorowca na reszty ftalimido-

we. Surowy 1,4-dwuftalimidobutanon-2 wyodrębnia się i oczyszcza w zwykły sposób.

Przykład I. 20 g suchego ftalimidku potasowego zawiesza się w 30 ml toluenu, ogrzewa na łaźni olejowej do temperatury 110°C i mieszając mechanicznie wkrapla 7 g 1,4-dwuchlorobutanonu-2 w ciągu 30 minut. Po ukończonym wkraplaniu ogrzewa się jeszcze 8—10 godzin. Produkt reakcji odsacza się, przemywa na sączku toluenem i suszy. Surowy produkt ogrzewa się do wrzenia w 100 ml wody i sączy na gorąco. Wydajność 11 g produktu o temperaturze topnienia 241—243°C. Związek jest trudno rozpuszczalny w wodzie i alkoholu.

Przykład II. 20 g ftalimidku potasowego zawiesza się w 30 ml ksylenu, ogrzewa na łaźni olejowej do temperatury 135—145°C i mieszając mechanicznie wkrapla w ciągu 30 minut 7 g 1,4-dwuchlorobutanonu-2. Po ukończonym wkraplaniu ogrzewa się jeszcze

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest mgr inż. Tadeusz Jakóbiec.

3 do 4 godzin. Po ochłodzeniu postępuje się tak jak podano w przykładzie I, otrzymując 12,5 g produktu o temperaturze topnienia 241—243°C.

Przykład III. Do mieszanego mechanicznie roztworu 5,6 g ftalimidku potasowego w 20 ml dwumetyloformamidu, dodaje się powoli 2,1 g 1,4-dwuchlorobutanonu-2, rozpuszczonego w 5 ml dwumetyloformamidu i mieszaninę ogrzewa się na łaźni parowej w ciągu 5 do 6 godzin. Po ochłodzeniu dodaje się 40 ml wody, wydzielony osad sączy, przemywa wodą i su-

szy. Otrzymuje się 4,2—4,5 g produktu, o temperaturze topnienia 242—244°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania 1,4-dwuftalimidcbutanonu-2, znamienny tym, że poddaje się kondensacji 1,4-dwuchlorobutanonu-2 z ftalimidkiem potasowym lub sodowym w obojętnym rozpuszczalniku organicznym

Akademia Medyczna
Zakład Farmakologii