



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

216 872

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³

C 07 C 57/30

// C 07 D 225/00

A 61 K 31/395

(22) Prihlášené 07 01 81

(21) PV 119-81

(40) Zverejnené 29 01 82

(45) Vydané 31 10 84

(75)

Autor vynálezu

JENDRICHOVSKÝ Ján, Ing. CSc., Hlohovec,
RYBÁR Alfonz, Ing. CSc., Bratislava

(54) Spôsob čistenia kyseliny 5-fenylpentánovej

Vynález sa týka spôsobu čistenia kyseliny 5-fenylpentánovej, ktorá je medziproduktom pre prípravu nových liečiv účinných na kardiovaskulárny systém.

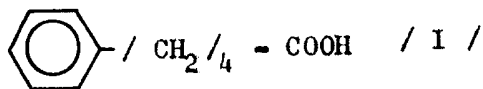
Vynález rieši odstránenie vedľajšieho produktu, t. j. kyseliny 4-fenylpentánovej, ktorý vzniká pri príprave kyseliny 5-fenylpentánovej podľa čs. autorského osvedčenia číslo 180 377.

Na čistenie sa využil nový poznatok, že pri použití kyseliny polyfosforečnej s obsahom 70 až 75 % hmot. P_2O_5 pri teplotách 80 až 110 °C dochádza prednostne k dehydrocyklizácii vedľajšieho produktu — kyseliny 4-fenylpentánovej — na 4-metyl-1-tetralón, ktorý sa po prevedení nezreagovanej kyseliny 5-fenylpentátovej na soľ alkalického kovu oddelí od nej extrakciou do organických rozpúšťadiel nemiešajúcich sa s vodou s teplotou varu 30 až 160 °C.

(54) Spôsob čistenia kyseliny 5-fenylpentánovej

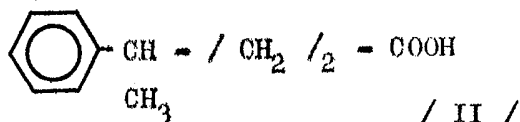
1

Predmetom vynálezu je spôsob čistenia kyseliny 5-fenylpentánovej vzorca I,



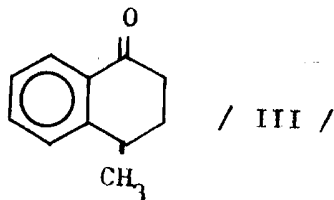
ktorá je medziproduktom na prípravu látok účinných na kardiovaskulárny systém.

Predmetná zlúčenina vzorca I sa podľa čs. autorského osvedčenia č. 180 377 pripravuje acyláciou benzénu 5-valerolaktónom za prítomnosti bezvodého chloridu hlinitého. Za týchto podmienok dochádza k molekulovému prešmyku za vzniku malého množstva (3 až 8 % hmot.) kyseliny 4-fenylpentánovej vzorca II



Pre ďalšie spracovanie je nevyhnutné túto prešmyknutú kyselinu vzorca II z kyseliny 5-fenylpentánovej vzorca I odstrániť.

Podstata vynálezu je v tom, že zmes kyselín vzorcov I+II sa mieša s 5 až 15-násobným hmotnostným množstvom kyseliny polyfosforečnej s obsahom 70 až 75 % hmot. P_2O_5 pri teplote 80 až 110 °C. Za týchto reakčných podmienok prebieha prednostne dehydrocyklizácia kyseliny 4-fenylpentánovej vzorca II na 4-metyl-1-tetralón vzorca III



2

kdežto kyselina 5-fenylpentánová vzorca I za týchto podmienok prakticky nereaguje. Po prevedení kyseliny 5-fenylpentánovej vzorca I na soľ alkalického kovu sa 4-metyl-1-tetralón izoluje extrakciou do organických rozpúšťadiel nemiešajúcich sa s vodou s teplotou varu 30 až 160 °C.

V ďalšom je predmet vynálezu objasnený na troch príkladoch bez toho, aby sa na tieto výlučne obmedzoval.

Príklad 1

Zmes 500 g kyseliny 5-fenylpentánovej vzorca I s obsahom 6 % hmot. kyseliny 4-fenylpentánovej vzorca II a 2500 g kyseliny polyfosforečnej s obsahom 72 % hmot. P_2O_5 sa mieša pri 100 °C 2 až 10 hodín (podľa analýzy vzorku). Zmes sa ochladí na 20 °C a za miešania a chladenia sa vyleje do 10 l vody. Potom sa extrahuje 3×1 l toluénu. Toluénová vrstva sa extrahuje roztokom 220 g hydroxidu draselného v 2 l vody, z vodnej fázy zvyšky toluénu sa odstránia destiláciou s vodnou parou. Vodná fáza sa za chladenia na 5 až 10 °C okyslí za miešania zriedenou (1:3) kyselinou chlorovodíkovou, vylúčená kyselina 5-fenylpentánová vzorca I sa odsaje, premyje vodou a vysuší vákuovo pri 30 °C. Získa sa 450 g čistej kyseliny 5-fenylpentánovej vzorca I.

Príklad 2

Postupuje sa ako v príklade 1, ale miesto toluénu sa použije éter, miesto 220 g hydroxidu draselného sa použije 157 g hydroxidu sodného.

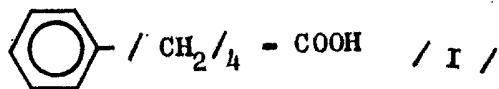
Príklad 3

Postupuje sa ako v príklade 1, ale miesto toluénu sa použije xylén.

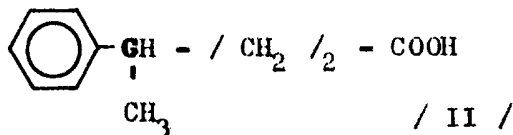
PREDMET VYNÁLEZU

3

Spôsob čistenia kyseliny 5-fenylpentánovej vzorca I



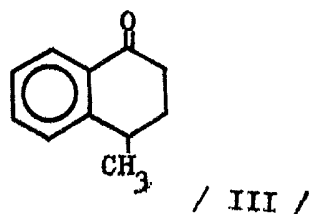
od kyseliny 4-fenylpentánovej vzorca II



nachádzajúcej sa v reakčnej zmesi z acylácie benzénu 5-valerolaktónom za prítomnosti bezvodého chloridu hlinitého ako vedľajší produkt, vyznačujúci sa tým, že zmes uvedených kyselín sa nechá reagovať v 5 až

4

15-násobnom hmot. množstve kyseliny polyfosforečnej s obsahom 70 až 75 % hmot. kyslíčnika fosforečného pri teplote 50 až 110 °C do ukončenia dehydrocyklizácie kyseliny 4-fenylpentánovej uvedeného vzorca II na 4-metyl-1-tetralón vzorca III



ktorý sa po prevedení nezreagovanej kyseliny 5-fenylpentánovej vzorca I na soľ alkalického kovu oddelí od nej extrakciou do organických rozpúšťadiel nemiešajúcich sa s vodou s teplotou varu 30 až 160 °C.