



Paten tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 29.12.1971 (P. 152544)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 30.09.1973

Opis patentowy opublikowano: 5.09.1975

Kl. 12q,24

MKP C07d 1/24

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Tomasz Goetzen, Mieczysław Mąkosza

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Warszawska, War-
szawa (Polska)

Sposób wytwarzania cyklicznych α -arylo- α -cyjanoeterów

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania cyklicznych α -arylo- α -cyjanoeterów o ogólnym wzorze 1, w którym Ar oznacza podstawnik aromatyczny, R i R₁ oznaczają wodór lub podstawnik alkilowy albo arylowy, a liczba n = 1, 2, 3 i 4. Związki tego rodzaju wykazują czynność biologiczną i znajdują zastosowanie przy wytwarzaniu leków.

Cykliczne α -arylo- α -cyjanoetery są związkami nowymi, dotychczas nie opisanymi w literaturze. Związki te wytwarza się sposobem według wynalazku na drodze wewnątrzcząsteczkowej kondensacji chlorowcopodstawionych nitryli o ogólnym wzorze 2, w którym Ar, R, R₁ oraz liczba n mają wyżej podane znaczenie, a X oznacza atom chlorowca. Proces kondensacji prowadzi się w temperaturze 20–100°C wobec wodorotlenków metali alkalicznych jako środków kondensujących oraz wobec dowolnego czwartorzędowego związku amoniowego jako katalizatora. Jako środowisko reakcji stosuje się wodę lub rozpuszczalniki organiczne, jak np. węglowodory aromatyczne, etery, sulfotlenki itp., lub ich mieszaniny z wodą. Wodorotlenek metalu alkalicznego stosuje się zarówno w postaci sproszkowanej, jak też w postaci roztworu. Ilość stosowanego katalizatora wynosi poniżej 0,1 mola na 1 mol nitrylu.

Otrzymane sposobem według wynalazku cykliczne α -arylo- α -cyjanoetery łatwo wydziela się na drodze destylacji lub krystalizacji, ewentualnie

2

poddaje się je bez oczyszczania dalszym przemianom, np. hydrolizie.

Przedmiot wynalazku jest bliżej objaśniony na przykładach wykonania, które jednakże nie ograniczają zakresu wynalazku.

Przykład I. Do roztworu 78,2 g (0,4 mola) α -(β -chloroetoksy) fenyloacetonitrylu w 100 ml benzenu dodaje się 200 ml 50% wodnego roztworu NaOH i 2,27 g (0,01 mola) chlorku trójetylobenzyloamoniowego. Całość miesza się energicznie 2 godziny w temperaturze 65°C, rozcieńcza wodą i oddziela warstwę organiczną. Oddzieloną warstwę organiczną przemywa się rozcieńczonym kwasem solnym, suszy i destyluje. Otrzymuje się 38,5 g α -cyjano- α -fenylooksetanu o temperaturze wrzenia 68°C (0,05 mm Hg i $n_D^{20} = 1,5282$, co stanowi 60% wydajności teoretycznej.

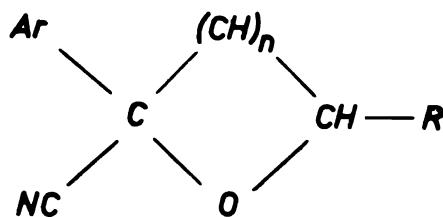
Przykład II. Do roztworu 100 g (0,45 mola) α -(δ -chlorobutoksy) fenyloacetonitrylu w 250 ml benzenu dodaje się 100 ml dwumetylosulfotlenku, 120 g sproszkowanego NaOH i 1,5 g (0,01 mola) wodorotlenku czteroeetyloamoniowego w postaci roztworu wodnego. Całość miesza się 2 godziny w temperaturze 30°C. Następnie mieszaninę reakcyjną rozcieńcza się wodą i oddziela warstwę organiczną, którą przemywa się rozcieńczonym kwasem solnym, suszy i destyluje. Otrzymuje się 55 g α -cyjano- α -fenyloetertetrahydropyranu o temperaturze wrzenia 93°C (0,5 mm Hg i $n_D^{20} = 1,5269$, co stanowi 66% wydajności teoretycznej.

Zastrzeżenia patentowe

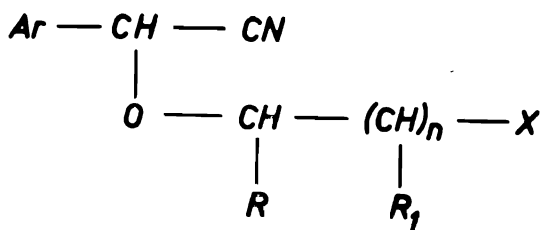
1. Sposób wytwarzania cyklicznych α -arylo- α -cyjanoeterów o ogólnym wzorze 1, w którym Ar oznacza podstawnik aromatyczny, R i R₁ oznaczają wodór lub podstawnik alkilowy albo arylowy, a liczba n = 1, 2, 3 i 4, **znamienny tym**, że poddaje się wewnątrzcząsteczkowej kondensacji chlorowcopodstawione nityryle o ogólnym wzorze 2, w którym Ar, R, R₁ oraz liczba n mają wyżej podane zna-

czenie, a X oznacza atom chlorowca, w temperaturze 20—100°C wobec wodorotlenków metali alkalicznych oraz wobec czwartorzędowego związku amoniowego jako katalizatora, w środowisku wodnym lub w rozpuszczalnikach organicznych albo w ich mieszaninach z wodą.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że katalizator stosuje się w ilości poniżej 0,1 mola na 1 mol nityrylu.



WZÓR 1



WZÓR 2

Cena 10 zł