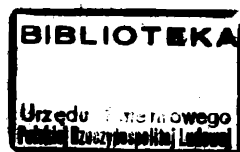


COFe 9308



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 44509

Kl. 12 o, 5/09

Krakowskie Zakłady Farmaceutyczne*)
Przedsiębiorstu o Państwowe

Kraków, Polska

Sposób wytwarzania chlorowodoru eteru dwumetyloamino — etylobenzhydrołowego

Patent trwa od dnia 18 marca 1960 r.

Znany dotychczas sposób wytwarzania chlorowodoru eteru dwumetyloaminoetylobenzhydrołowego polegał na bromowaniu dwufenylometanu i poddawaniu kondensacji otrzymanego produktu z dwumetyloaminoetanolem. Z uwagi na stosowanie bromu sposób ten był uciążliwy i nie umożliwiał otrzymania produktu z wysoką wydajnością. Z opisu patentowego nr 43806 znany jest sposób otrzymywania tego związku z wydajnością rzędu około 70%, polegający na poddawaniu reakcji benzhydrołu w postaci soli metalu alkalicznego, w środowisku rozpuszczalników organicznych z chlorowodorkiem chlorku dwumetyloaminoetyłowego, oczyszczeniu produktu reakcji na drodze destylacji próżniowej i wysyceniu jego roztworu w rozpuszczalniku organicznym suchym chlorowodorem.

Stwierdzono, że proces wytwarzania chlorowodoru chlorku dwumetyloaminoetylobenzhydrołowego można dalej znacznie uprościć i uzyskać zwiększenie wydajności procesu do około 80%, jeżeli podda się kondensacji chlorek benzhydrołu z dwumetyloaminoetanolem w temperaturze 140–170°C w nieobecności rozpuszczalnika, a otrzymany produkt reakcji po rozłożeniu go na wolną zasadę przez traktowanie alkalią, np. roztworem wodorotlenku sodowego i rozdzielaniu podda się dalszymi znanymi zabiegami, to jest oczyszczeniu na drodze destylacji próżniowej, rozpuszczeniu w rozpuszczalniku organicznym, np. ksylenie i wytrąceniu z tego roztworu gotowego produktu przez wysycenie suchym chlorowodorem.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są mgr Mieczysław Adamus, dr Jerzy Schnayder i mgr Anna Terczyńska.

Przykład. Do 2 kg stopniowego benzhydrołu wkrapla się przy stałym mieszaniu 2,22 kg chlorku tionylu, po czym ogrzewa jeszcze w ciągu 2 godzin w temperaturze około 70°C. Po od-

destylowaniu nieprzereagowanego chlorku tionylu, destyluje się w próżni w temperaturze 159°C (12 mm Hg) - chlorek benzhydrolu. Wydajność 87% teorii.

1,93 kg chlorku benzhydrolu ogrzewa się mieszając z 0,88 kg dwumetyloaminoetanolu w temperaturze 140–150°C w ciągu 1 godziny. Po ochłodzeniu dodaje się 3000 ml 50%-owego wodorotlenku sodowego i 3000 ml wody, rozdziela, warstwę olejową suszy nad bezwodnym węglanem potasowym i po odsączeniu destyluje w próżni czysty eter dwumetyloaminoetylobenzhydrolowy (150–156°C/2 mm). Wydajność 80% teorii.

Do 1080 g eteru dwumetyloaminoetylobenzhydrolowego dodaje się 4600 ml suchego ksyleny i w temperaturze do 50°C wytrąca suchym chlorowodorem chlorowoderek eteru dwumetyloaminoetylobenzhydrolowego. Po oziębieniu sączy się i przemywa 2 l acetnu. Wydajność 82–87% teorii.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania eteru dwumetyloaminoetylobenzhydrolowego, znamienny tym, że podaje się kondensacji chlorek benzhydrylu z dwumetyloaminoetanolem, a otrzymany produkt surowy po rozłożeniu na wolną zasadę i rozdzieleniu, destyluje się w próżni, po czym destylat rozpuszcza się w ksylenie i z utworzonego roztworu wytrąca suchym chlorowodorem czysty chlorowoderek eteru dwumetyloaminoetylobenzhydrolowego.

Krakowskie Zakłady
Farmaceutyczne

Przedsiębiorstwo Państwowe

Zastępca: mgr inż. Antoni Sentek,
rzecznik patentowy.

