

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

261045

(11) (B1)

(22) Přihlášeno 01 09 86
(21) PV 6328-86.0

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 119/20

(40) Zveřejněno 15 06 88
(45) Vydáno 14 04 89

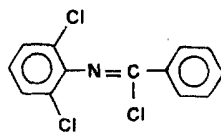
(75)
Autor vynálezu

ZOULA VÁCLAV, ŠTROF JIŘÍ, DEJMEK LUBOŠ ing. RNDr. CSc.,
SMRŽ RUDOLF ing. CSc., PRAHA

(54) N-(2,6-dichlorfenyl)-benzimidoylchlorid

Řešení se týká N-(2,6-dichlorfenyl)-benzimidoylchloridu; tato nová látka slouží jako meziprodukt pro přípravu sodné soli diclofenacu, která je žádaným léčivem s protibolestivým a protizánětlivým účinkem.

Vynález se týká N-(2,6-dichlorfenyl)-benzimidoylchloridu vzorce I



(I)

který je meziproduktem přípravy o-(2,6-dichloranilino)-fenyloctové kyseliny, jejíž sodná sůl (diclofenac natrium) je rozšířeným léčivem s protibolestivým a protizánětlivým účinkem.

Nová sloučenina vzorce I se připravuje reakcí 2,6-dichloranilidu kyseliny benzoové s chloridem fosforečným, případně za přítomnosti aprotického rozpouštědla (toluen, ethylbenzen, xylen, technický benzín, chlorované alifatické nebo aromatické uhlovodíky apod.), v rozmezí teplot 30 °C až 112 °C; po oddestilování oxidochloridu fosforečného a případně přítomného aprotického rozpouštědla se N-(2,6-dichlorfenyl)-benzimidoylchlorid izoluje vakuovou destilací. Získá se slabě nažloutlý viskózní olej, který stáním zkrystaluje; připravený N-(2,6-dichlorfenyl)-benzimidoylchlorid je 98,5% (stanoveno spektrálně a plynovou chromatografií) a vykazuje t.t. 51 °C až 52 °C a t.v. 200 °C až 203 °C při tlaku 1,2 kPa.

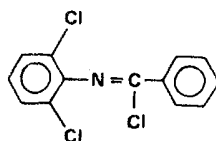
Následující příklad přípravy sloučeniny podle vynálezu látky pouze dokládá ale neomezuje.

P ř í k l a d

Směs 26,6 g (0,10 mol) 2,6-dichloranilidu kyseliny benzoové, 21,0 g (0,10 mol) chloridu fosforečného a 10 ml oxidochloridu fosforečného se za stálého míchání zahřívá na vodní lázni; po proběhnutí úvodní exothermní reakce se zhomogenizovaná reakční směs zahřívá 3 h na teplotu 90 °C až 95 °C. Nasazený i reakcí vzniklý oxidochlorid fosforečný se z míchané reakční směsi oddestiluje za vakua vodní vývěvy, vzniklý N-(2,6-dichlorfenyl)-benzimidoylchlorid se izoluje destilací za vakua olejové vývěvy při teplotě 200 °C až 203 °C a tlaku 1,2 kPa; vakuovou destilací se získá 26,5 g (tj. 93,0 % th.) slabě nažloutlého olejovitého produktu, který stáním krystalicky ztuhne. Získaný N-(2,6-dichlorfenyl)-benzimidoylchlorid je podle analytických stanovení 98,5% a vykazuje t.t. 51 °C až 52 °C.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. N-(2,6-dichlorfenyl)-benzimidoylchlorid vzorce I



(I)