



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

255 045

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 01 09 86
(21) PV 6327-86.M

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 119/20

(40) Zveřejněno 11 06 87

(45) Vydáno 01 05 89

(75)

Autor vynálezu

SMRŽ RUDOLF ing. CSc.,

ŠTROF JIŘÍ,

ZOULA VÁCLAV,

DEJMEK LUBOŠ ing. RNDr. CSc., PRAHA

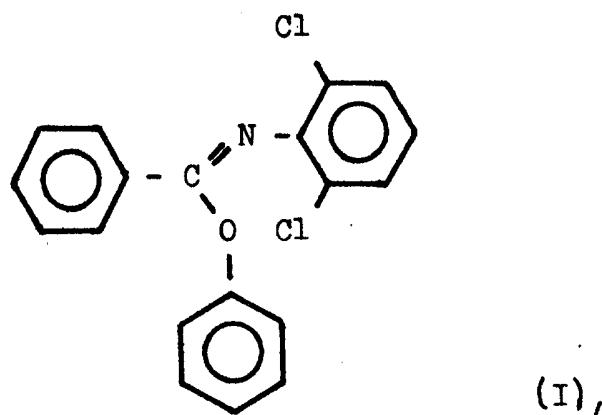
(54)

N-(2,6-dichlorfenyl)-benziminofenylether

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

255 045

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



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

Nová sloučenina vzorce I se připravuje reakcí N-(2,6-dichlorfenyl)-benzimidoylchloridu s fenolátem alkalického kovu v prostředí protofilního rozpouštědla (alifatické ethery nebo estery alifatických kyselin), v rozmezí teplot 10° až 90°C; zředěním reakční směsi vodou, separací organické fáze a odpařením rozpouštědla se získá surový N-(2,6-dichlorfenyl)-benziminofenylether jako žlutý viskózní, stáním krystalující olej. Krystalizací surového produktu z petroletheru se získá čistý N-(2,6-dichlorfenyl)-benziminofenylether, čistoty 99 %-ní (stanoveno plynovou chromatografií), ve formě žluté krystalické látky t.t. 70,5° až 71,0°C.

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

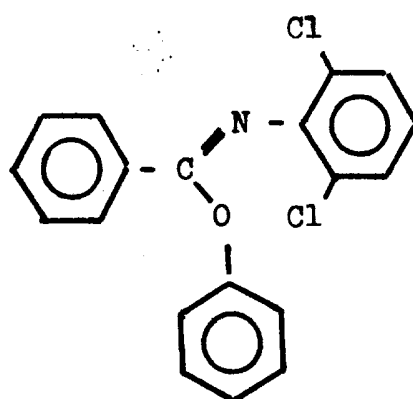
Příklad

K suspensi 13,3 g (0,10 molu) fenolátu draselného ve 20 ml me-

thanolu se za stálého míchání a chlazení vodní lázní přidá roztok 28,5 g 0,10 molu N-(2,6-dichlorfenyl)-benzimidoylchloridu v 30 ml octanu ethylnatého tak, aby teplota reakční směsi byla udržována v rozmezí 30° až 40°C; po odeznění exothermní reakce se míchaná reakční směs vyhřeje na 50°C a udržováním této teploty po dobu 3 hod. se dosáhne proreagování obou komponent. Reakční směs, ochlazená na laboratorní teplotu, se zředí 70 ml octanu ethylnatého a protřepáním dest. vodou (3 x 30 ml) se odstaní anorganické soli a zbytky nezreagovaného fenolátu draselného; organická fáze, vysušená síranem sodným, se zbaví rozpouštědla destilací za sníženého tlaku. Získá se 25,0 g tj. 73,0 % th. olejovitého produktu, který stáním postupně zkrystaluje. Krystalizací z hexanu se získá 20 g N-(2,6-dichlorfenyl)-benziminofenyletheru čistoty 98,5 %-ní jako žluté krystalické látky t.t. 70,5° až 71°C.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

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



(I)