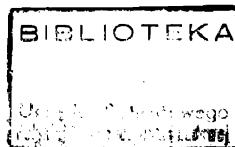


URZĄD PATENTOWY



COAc 91/22



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 16618.

Kl. 12 q 32.

Przemysłowo-Handlowe Zakłady Chemiczne
Ludwik Spiess i Syn Sp. Akc.
(Warszawa, Polska).

Sposób wytwarzania alkoholu metyloamino-fenylo-propylowego.

Zgłoszono 24 listopada 1931 r.

Udzielono 25 czerwca 1932 r.

Znane dotychczas z literatury chemicznej sposoby syntetycznego wytwarzania alkoholu metyloamino - fenylo - propylowego (efedryny, ewentualnie izomerycznej pseudo-efedryny) oparte są na redukowaniu odpowiedniego aminoketonu, otrzymywanego z bromoketonu i metyloaminy. Znane te sposoby przedstawiają liczne niedogodności, gdyż po pierwsze wytwarzanie aminoketonu z bromoketonu (np. bromopropiofenonu) jest kosztowne ze względu na małą wydajność i kłopotliwe ze względu na to, że produkt jest bardzo zanieczyszczony, po drugie zaś redukcja aminoketonu daje najkorzystniejsze rezultaty przy użyciu drogich katalizatorów jak platyna lub pallad.

Sposób według wynalazku jest prostszy

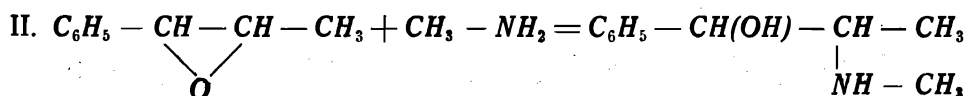
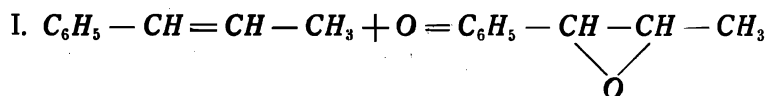
i tańszy, a przebieg pracy według tego sposobu pozbawiony jest omawianych powyżej niedogodności i trudności.

Sposób według wynalazku różni się zasadniczo od sposobów znanych tem, że za surowiec wyjściowy służy nie bromopropiofenon, a symetryczny metylo-fenylo-etylen, który utlenia się na tlenek symetrycznego metylo-fenylo-etyleny. Na otrzymany tlenek symetrycznego metylo-fenylo-etyleny działa się metyloaminą w nadmiarze w odpowiednim roztworze w temperaturze podwyższonej, otrzymując mieszaninę amino-alkoholi, składającą się przeważnie z alkoholu α -fenylo- β -metyloamino-propylowego, a zwłaszcza z tego stereoizomeru, który odpowiada rac. efedrynie, gdyż, jak to

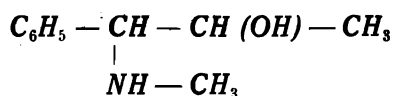
stwierdzono, produkt otrzymany daje zarówno reakcje chemiczne, jak i wykazuje działanie fizjologiczne charakterystyczne dla efedryny i może być wykorzystany bezpośrednio do celów farmaceutycznych lub

po uprzednim rozdzieleniu sposobami zwykle przyjętymi.

Reakcje przebiegają ilościowo według schematu:



lub



Przykład. Do roztworu 20 części wagowych nadtlenu wodzianu benzoylu ($\text{C}_6\text{H}_5\text{COOOH}$) w 250 częściach wagowych chloroformu dodaje się w temperaturze pokojowej 15 części wagowych symetrycznego metylo-fenylo-etyleny w celu utlenienia go na tlenek. Po kilkunastogodzinnym staniu reakcja jest zakończona i płyn reakcyjny zadaje się rozcieńczonym ługiem sodowym w celu wydzielenia powstałego kwasu benzoowego. Po oddzieleniu alkalicznej warstwy wodnej i po oddestylowaniu chloroformu otrzymuje się czysty tlenek symetryczny metylo-fenylo-etyleny, który zadaje się 15 częściami wagowymi metyloaminy rozpuszczonej w 100 częściach wagowych 90% alkoholu etylowego i otrzymany płyn ogrzewa się w autoklawie w temperaturze około 100°C w ciągu około 10 godzin. Następnie oddestylowuje się zarówno alkohol etylowy jak i nadmiar metyloaminy, a pozostałość zobojętnia się kwasem solnym i zagęszcza się do krystalizacji.

Otrzymaną masę krystaliczną przemyciwa się bezwodnym acetonem. Wydajność wynosi 85%. Punkt topliwości $178^\circ\text{—}180^\circ\text{C}$ zaś po dwukrotnej krystalizacji z mieszaniny alkoholu etylowego z chloroformem punkt topliwości jest $191^\circ\text{—}192^\circ$.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania alkoholu metyloamino-fenylo-propyloвого, znamienny tem, że na otrzymany przez utlenienie tlenek symetrycznego metylo-fenylo-etyleny działa się w ciągu kilku lub kilkunastu godzin metyloaminą w nadmiarze w dowolnym odpowiednim roztworze, np. chloroformowym, w temperaturze $80\text{—}120^\circ\text{C}$.

Przemysłowo-Handlowe
Zakłady Chemiczne
Ludwik Spiess i Syn Sp. Akc.
Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.