



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

210993

(11) (B1)

(22) Prihlásené 22 12 79
(21) (PV 9285-79)

(51) Int. Cl.³
C 07 D 225/06

(40) Zverejnené 30 06 81

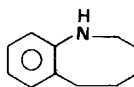
(45) Vydané 15 02 84

(75)
Autor vynálezu

JENDRICHOVSKÝ JÁN ing., HLOHOVEC, RYBÁR ALFONZ ing. CSc.,
a FRIMM RICHARD doc. ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy 1,2,3,4,5,6 - hexahydro - 1-benzazocínu

Predmetom vynálezu je spôsob prípravy 1,2,3,4,5,6-hexahydro-1-benzazocínu vzorca I

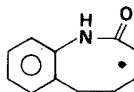


/I/

ktorý je medziproduktom pre prípravu látok účinných na kardiovaskulárny systém.

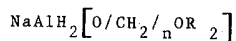
Predmetná zlúčenina sa podľa R. Huisgena, H. Koniga a N. Blaekera: Chem. Ber. 92, 424 /1959/ pripravovala redukciou 3,4,5,6-tetrahydro-1-benzazocínu-2/1H/-ónu /vzorca II/ lítiumaluminíumhydridom v éteri. Nevýhodou postupu je práca s nebezpečným lítiumaluminíumhydridom a éterom, dlhé reakčné doby /cca 30 hodín/ a pomerne nízke výťažky /62 %/.

Postupom podľa vynálezu sa predmetná zlúčenina vzorca I získava redukciou 3,4,5,6-tetrahydro-1-benzazocín-2/1H/-ónu vzorca II



/II/

komplexnými aluminíumhydridmi. Redukcia sa prevádza di-/alkoxy/nátriumaluminíumhydridmi obecného vzorca III



/III/

kde n = 1 až 5 a R je popripade rozvetvený alkyl C₁-C₅, v aromatickom rozpúšťadle za varu.

Výhodou postupu podľa vynálezu je omnoho vyššia bezpečnosť práce, kratšia reakčná doba /6 hod/a vyššie výťažky /80 až 90 %/ oproti dosiaľ používanej metóde. Ďalšou výhodou je

používanie tuzemského prípravku di-/metoxyetox/-nátriumaluminiumhydridu proti dovážanému lítiumaluminiumhydridu.

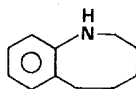
V ďalšom je predmet vynálezu objasnený na príklade bez toho, aby sa na tento výlučne obmedzoval:

K zmesi 2,75 l 70% roztoku di-/metoxyetocy/nátriumaluminiumhydridu v toluéne a 2,75 l bezv. toluénu sa za miešania prikvapká roztok 0,875 kg 3,4,5,6-tetrahydro-1-benzazocínu-2/1H/-ónu v 10 l bezv. toluénu tak, aby roztok rovnomerne vrel.

Po pridaní sa zmes refluxuje ešte 6 hodín. Po schladení sa pomaly za miešania pridá 5 l 30% roztoku hydroxidu sodného. Toluénová vrstva sa oddelí a vodná extrahuje 3 l toluénu. Spojené toluénové vrstvy sa premyjú vodou a vysušia bezv. síranom sodným. Po oddestilovaní toluénu sa zvyšok destiluje vákuovo. Získa sa 0,7 kg /88 %/ 1,2,3,4,5,6-hexahydro-1-benzazocínu t. v. 112 °C/1,33 kPa.

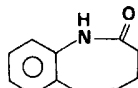
P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy 1,2,3,4,5,6-hexahydro-1-benzazocínu vzorca I



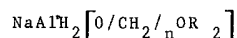
/I/

redukciou 3,4,5,6-tetrahydro-1-benzazocín-2/1H/-ónu vzorca II



/II/

komplexnými aluminiumhydridami, vyznačujúci sa tým, že sa redukcia prevádza di-/alkoxy/-nátriumaluminiumhydridom obecného vzorca III



/III/

kde n = 1 až 5 a R je popripade rozvetvený alkyl C₁-C₅, v prostredí aromatického rozpúšťadla za varu.