

COAc 121/66



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 43552

Kl, 12 o, 16

Tarchomińskie Zakłady Farmaceutyczne *)

Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania nitrylu kwasu etylofenylooctowego

Patent trwa od dnia 25 marca 1959 r.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania nitrylu kwasu etylofenylooctowego; półproduktu do szeregu syntez środków leczniczych oraz do otrzymywania amidu kwasu etylofenylooctowego.

Znane sposoby otrzymywania nitrylu kwasu etylofenylooctowego polegają na alkilowaniu nitrylu kwasu fenyllooctowego za pomocą bromku etylu w środowisku eteru, benzenu lub ciekłego amoniaku. Sposoby te są jednak mało efektywne, przy czym stosowanie ich związane jest z odpowiednio dostosowaną aparaturą zarówno pod względem konstrukcyjnym (szczelność) jak i materiałowym (odporność na działanie ciekłego amoniaku).

Stwierdzono, że można uzyskać nitryl kwasu etylofenylooctowego w sposób bardziej prosty i z wyższą wydajnością, jeżeli proces alkilowania nitrylu kwasu fenyllooctowego prowadzi się

za pomocą chlorku lub bromku etylowego w środowisku bezwodnego toluenu oraz amidku sodowego. Dzięki stosowaniu toluenu możliwe jest prowadzenie procesu w wyższej niż dotychczas temperaturze (w temperaturze wrzenia toluenu), co wpływa na wyższą wydajność, przy czym sama regeneracja tego medium nie nastręcza praktycznie żadnych trudności i przebiega z mniejszymi stratami niż w przypadku innych stosowanych mediów.

Według wynalazku do amidku sodowego w suchym toluenie wkrapla się nitryl kwasu fenyllooctowego w temperaturze poniżej 50°C, a następnie wkrapla haloidek etylu w suchym toluenie, utrzymując przy tym temperaturę w granicach 0—45°C, a w końcu mieszaninę ogrzewa się do temperatury wrzenia, w ciągu 2—4 godzin. Po skończonym procesie alkilacji mieszaninę zubożoną się i oddestylowuje z niej toluen, a w końcu gotowy produkt pod zmniejszonym ciśnieniem. W przypadku wkrapiania chlorku etylowego temperaturę utrzymuje się w gra-

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są dr inż. Bożena Chelchelska, mgr inż. Bogdan Morawski i mgr inż. Andrzej Żupański.

nicach 0—5°C, w przypadku zaś bromku etylowego temperaturę w granicach 20—45°C.

Sposób według wynalazku umożliwia otrzymywanie czystego nitrylu kwasu etylofenylooctowego z wydajnością powyżej 90%. Niżej podane przykłady objaśniają nowy sposób, przy czym podane w nich części oznaczają części wagowe.

Przykład I. Do 45 części sproszkowanego amidku sodowego dodaje się 225 części suchego toluenu i po zmniejszeniu wkrapla 117 części nitrylu kwasu fenyllooctowego utrzymując przy tym temperaturę poniżej 45°C. Z kolei mieszaninę oziębia się i wkrapla do niej 77 części chlorku etylowego w 100 częściach toluenu, przy czym podczas wkraplania temperaturę mieszaniny utrzymuje się w granicach 0—5°C. Następnie mieszaninę ogrzewa się w temperaturze wrzenia w ciągu około 3 godzin, po czym dodaje do niej 250 części wody, zobojętnia kwasem solnym i oddestylowuje z niej toluen. Surowy nitryl kwasu etylofenylooctowego destyluje się pod zmniejszonym ciśnieniem. Otrzymuje się 126 części gotowego produktu.

Przykład II. Do 45 części drobno sproszkowanego amidku sodowego dodaje się 225 części suchego toluenu, miesza, a następnie wkrapla 117 części nitrylu kwasu fenyllooctowego utrzymując przy tym temperaturę poniżej 45°C. Z kolei mieszaninę oziębia się i wkrapla do niej 120 części bromku etylowego w 80 częściach toluenu, utrzymując temperaturę w granicach 20—45°C. Po skończonym wkraplaniu mieszaninę ogrze-

wa się w temperaturze wrzenia w ciągu około 4 godzin, po czym dalej postępuje się tak, jak podano w przykładzie I.

Otrzymuje się gotowy produkt z wydajnością 92%.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania nitrylu kwasu etylofenylooctowego przez alkilowanie za pomocą haloideku etylowego nitrylu kwasu fenyllooctowego, znamienny tym, że proces alkilowania prowadzi się w środowisku bezwodnego toluenu oraz amidku sodowego.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że do mieszaniny reakcyjnej wprowadza się haloidek etylowy w temperaturze 0—45°C.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że w przypadku stosowania chlorku etylowego utrzymuje się temperaturę przy dozowaniu w granicach 0—5°C.
4. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że w przypadku stosowania bromku etylowego utrzymuje się temperaturę przy dozowaniu w granicach 20—45°C.

Tarchomińskie Zakłady
Farmaceutyczne

Zastępca: mgr inż. Antoni Sentek,
rzecznik patentowy