

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

58175

Patent dodatkowy
do patentu 48141

Zgłoszono: 12.IV.1967 (P 119 954)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 5.IX.1969

Kl. 12 q, 1/02

MKP C 07 c

87/28

UKD

Współtwórcy wynalazku: prof. mgr inż. Włodzimierz Daniewski, dr mgr
inż. Andrzej Robert Daniewski

Właściciel patentu: Warszawskie Zakłady Farmaceutyczne „Polfarm”
Przedsiębiorstwo Państwowe, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania amin pochodnych dwufenylometanu

1

Przedmiotem patentu nr 48141 jest sposób wytwarzania amin pochodnych dwufenylometanu przez reakcję sodowej pochodnej dwufenylometanu, otrzymanej przez działanie izopentylku lub pentylku sodu na dwufenylometan, z chloroacetalem i po zmydleniu produktu reakcji kondensację uzyskanego aldehydu 3,3-dwufenylopropionowego z pierwszorzędową aminą oraz redukcję produktu kondensacji wodorem w obecności niklu Raney'a.

Wadą tej metody jest konieczność stosowania metalicznego sodu w wytwarzaniu pentylku lub izopentylku sodu.

Stwierdzono, że niedogodność tę można wyeliminować przez wytwarzanie aldehydu 3,3-dwufenylopropionowego z chlorku kwasowego kwasu dwufenylopropionowego.

Według wynalazku chlorek kwasu dwufenylopropionowego oczyszczony uprzednio przez ogrzewanie z nadmiarem ksyleny do wrzenia, po oddestylowaniu ksyleny w temperaturze 140° oziębia się do 60–70° i poddaje redukcji wodorem w obecności palladu osadzonego na węglu aktywnym ogrzewając do temperatury 120°. Otrzymany aldehyd oczyszczony przez bisulfitowe połączenie celem oddzielenia powstającego w niewielkiej ilości kwasu 3,3-dwufenylopropionowego, kondensuje się z pierwszorzędową aminą w sposób podany w opisie patentowym 48141 i produkt kondensacji

2

redukuje wodorem w obecności niklu Raney'a uzyskując aminową pochodną dwufenylometanu.

Sposób według wynalazku umożliwia otrzymywanie aminowych pochodnych dwufenylometanu eliminując przy tym kłopotliwe i niebezpieczne operowanie metalicznym sodem. Stanowi to jego poważną zaletę.

Przykład: 226 g kwasu dwufenylopropionowego zadaje się 120 ml benzenu i 120 ml chlorku tionylu. Po godzinnym ogrzewaniu do wrzenia pod chłodnicą zwrotną dodaje się 600 ml ksyleny i destyluje aż do temperatury 140°, po ochłodzeniu do 70° dodaje się 12 g katalizatora palladowego (5% na węglu) i redukuje wodorem aż przestanie wydzielać się HCl, stopniowo podnosząc temperaturę do 120°. Czas reakcji wynosi 4 godziny. Po ostudzeniu zadaje się 300 g 40% roztworu bisulfitu i po przereagowaniu odsacza połączenie siarczynowe aldehydu 3,3-dwufenylopropionowego. Działając na bisulfitowe połączenie roztworem 40 g NaOH w 600 ml wody otrzymuje się 140 g czystego aldehydu, który po kondensacji z 105 g 1-fenyl-2-aminopropanu i redukcji w roztworze 400 ml alkoholu etylowego, wobec 10 g niklu Raney'a po destylacji próżniowej daje 175 g N-3-fenylpropylo-(2)-1,1-dwufenylopropyloaminy.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania amin pochodnych dwufenylometanu przez kondensację aldehydu 3,3-dwu-

3

fenylopropionowego z pierwszorzędową aminą i redukcję wodorem wobec niklu Raney'a produktu kondensacji według patentu nr 48141, **znamienny tym**, że chlorek kwasu dwufenylopropionowego uprzednio oczyszczony przez ogrzewanie do wrzenia z nadmiarem ksylenu i oddestylowanie ksylenu w temperaturze 140°, po oziębieniu do

4

70° redukuje się wodorem w obecności palladu osadzonego na węglu aktywnym podnosząc stopniowo temperaturę do 120° i otrzymany aldehyd 3,3-dwufenylopropionowy po oczyszczeniu przez bisulfitowe połączenie poddaje się kondensacji z pierwszorzędową aminą i następnie redukuje.