

6070, 103/32



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 38019

Kl. 12 o, 16

Société des Usines Chimiques Rhône – Poulenc

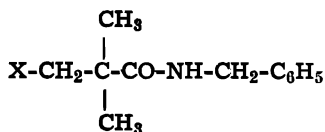
Paryż, Francja

Sposób wytwarzania nowych chlorowcowanych amidów kwasu piwalinowego

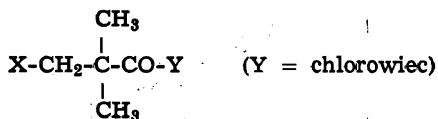
Patent trwa od dnia 23 marca 1954 r.

Pierwszeństwo: 2 kwietnia 1953 r. (Francja)

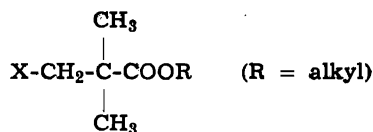
Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania nowych chlorowcowanych amidów kwasu piwalinowego. Te nowe produkty są benzylo amidami kwasów chlorowcopiwalinowych o ogólnym wzorze:



w którym X oznacza atom chloru lub bromu. Związki te można wytwarzać według wynalazku znanymi sposobami wytwarzania amidów jak na przykład: przez działanie chlorowcobezwodnikiem kwasu chlorowcopiwalinowego, o wzorze

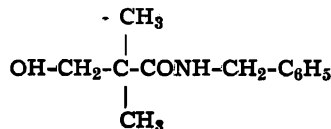


lub estrem kwasu chlorowcopiwalinowego, o wzorze



na benzyloaminę, albo też przez ogrzewanie soli benzyloaminowej kwasu chlorowcopiwalinowego.

Można je również otrzymać wychodząc z benzyloamidu kwasu oksypiwalinowego, o wzorze



za pomocą znanych sposobów zastępowania grupy wodorotlenowej atomem chlorowca (na przykład działaniem chlorku lub bromku tionylu).

Produkty te okazały się szczególnie skutecznymi środkami przeciwwskurczowymi i z tego powodu nadają się do zastosowania w leczeniu ludzi lub zwierząt.

Poniżej przytoczone przykłady, nie ograniczając zakresu wynalazku, wskazują w jaki sposób można przeprowadzić wynalazek w praktyce.

Przykład I. Do roztworu 21,45 g benzyloaminy w 100 cm³ wody, oziębionego do 0°C dodaje się po kropli 20 g chlorku bromopivalyłu mieszając i utrzymując temperaturę — 2° — 0°C. Po ukończonym wkraplaniu (1/4 godziny) utrzymuje się temperaturę 0° — 10°C w ciągu 3 godzin, mieszając. Odsąca się utworzony benzyloamid kwasu bromopivalinowego, przemywa go wodą i suszy pod próżnią przy użyciu kwasu siarkowego. W ten sposób otrzymuje się 25,3 g surowego produktu, który po przekrystalizowaniu z cykloheksanu daje 20,3 g czystego benzyloamidu kwasu bromopivalinowego o temperaturze topnienia 52 — 53°C.

Przykład II. Do zawiesiny 120 g benzyloamidu kwasu oksypivalinowego [wytworzonego na przykład według sposobu L. Marcilly, Bull. Soc. Chim. (3), 31, 124 (1904)] w mieszaninie 400 cm³ czterochlorku węgla i 45,8 g bezwodnej pirydyny, wlewa się po trochu w ciągu 40 minut, utrzymując temperaturę 0 — 10°C i mieszając, 69,1 g chlorku tlenyłu. Miesza się w ciągu jednej godziny w temperaturze zwykłej, a następnie pod chłodnicą zwrotną, podnosi się temperaturę stopniowo aż do wrzenia. Po ukończeniu wydzielania się bezwodnika siarkawego (1/2 godziny) utrzymuje się jeszcze stan wrzenia w ciągu 1 godziny. Następnie oziębia się, wyciąga 500 cm³ wody w celu usunięcia chlorowodoru pirydyny i warstwę wodną przemywa 100 cm³ czterochlorku węgla. Zbiera się razem wy-

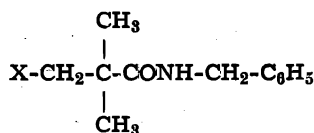
ciągi organiczne i przemywa je kolejno 250 cm³ normalnego kwasu chlorowodorowego, 250 cm³ nasyconego roztworu dwuwęglanu sodu, a następnie 250 cm³ wody. Suszy się nad siarczanem sodu, odpędza pod próżnią czterochlorek węgla i następnie destyluje.

Otrzymuje się 91 g benzyloamidu kwasu chloropivalinowego o temperaturze wrzenia 165 — 170°C, pod ciśnieniem 0,5 mm słupa rtęci.

Po przekrystalizowaniu z mieszaniny eteru i eteru naftowego topi się on w temperaturze 49 — 50°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania nowych chlorowcowanych amidów kwasu pivalinowego, znamienny tym, że chlorowcobezwodnik lub ester kwasu chlorowcopivalinowego poddaje się reakcji z benzyloaminą, albo ogrzewa się sól benzyloaminową kwasu chlorowcopivalinowego albo też w benzyloamidzie kwasu aksypivalinowego zastępuje się grupę wodorotlenową chlorowcem, przy czym otrzymuje się benzyloamidy kwasów chlorowcopivalinowych o wzorze



w którym X oznacza chlor lub brom.

Société des Usines Chimiques
Rhône — Poulenc

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych