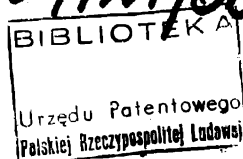


CO 8c 121/66



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 47536

Kl. 12 o, 11

Kl. internat. C 07 c

Łódzkie Zakłady Farmaceutyczne „Polfa”*)

Przedsiębiorstwo Państwowe

Łódź, Polska

Sposób wytwarzania fenylocykloheksyloacetonitrylu

Patent trwa od dnia 22 lutego 1962 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania fenylocykloheksyloacetonitrylu, półproduktu do otrzymywania chlorowodoru estru 2-etyloaminoetylowego kwasu fenylocykloheksylooctowego, znanego leku spazmolitycznego (przeciw skurczowego).

Znany sposób otrzymywania fenylocykloheksyloacetonitrylu polega na kondensacji bromku cykloheksylu z cyjankiem benzylu wobec amidku sodu w roztworze bezwodnego benzeny. Otrzymany fenylocykloheksyloacetonitryl oczyszcza się przez destylację pod zmniejszonym ciśnieniem. Wydajność procesu kondensacji zależy od jakości amidku sodu, co stwarza potrzebę stałego kontrolowania czystości amidku sodu. Poza tym sposób ten jest niewygodny ze względu na wybuchowość amidku sodu.

Sposobem według wynalazku omija się niegodowne stosowanie amidku sodu i w prosty sposób otrzymuje się fenylocykloheksyloacetonitryl działając na cyjanek benzylu w roztworze toluenu w temperaturze 107—110° C sodem metalicznym oraz chloro- lub bromobenzenem, po czym otrzymaną w postaci zawiesiny sól sodową cyjanku benzylu chłodzi się do temperatury 60° C i wkrapla bromek cykloheksylu.

Otrzymany fenylocykloheksyloacetonitryl oczyszcza się przez krystalizację w temperaturze 0—5° C z 96%-ego alkoholu etylowego lub metylowego, przy czym stosunek wagowy alkoholu do nityru wynosi jak 1:0,5—1.

Przykład. Do 18,5 kg suchego toluenu dodaje się 2,5 kg sodu metalicznego i mieszając ogrzewaną do temperatury około 110° C aż do stopienia sodu. Po stopieniu sodu przerywa się ogrzewanie, włącza mieszadło i wkrapla roztwór 6,3 kg cyjanku benzylu w 6 kg chlorobenzenu. Następnie w ciągu dalszego mieszania wkrapla

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest mgr Jerzy Gnlika.

się 9 kg bromku cykloheksylu (temperatura około 60° C), po czym całość ogrzewa się jeszcze przez 1 godzinę. Po zakończeniu kondensacji zawartość reaktora chłodzi się do 20° C, sączy, z powrotem wlewa do reaktora i do roztworu dodaje się 30 litrów wody destylowanej. Całość miesza się przez około 1 godzinę, po czym przenosi do rozdzielacza i po rozwarstwieniu dolną warstwę odrzuca się, górną zaś toluenową prze-mywa jeszcze dwukrotnie wodą destylowaną. Z przemytej warstwy toluenowej oddestylowuje się toluen i benzen. Powstały surowy fenylo-cykloheksyloacetonitryl oczyszcza się węglem aktywnym i krystalizuje w temperaturze 0—5° C z 6 kg 96%-ego alkoholu etylowego. Otrzymany produkt krystaliczny prze-mywa się 95%-wym alkoholem etylowym i suszy w temperaturze 25—30° C. Otrzymuje się 5,8 kg fenylocykloheksyloacetonitrylu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania fenylocykloheksyloacetonitrylu z cyjanku benzylu, znamienny tym, że na cyjanek benzylu w roztworze toluenu działa się w temperaturze 102—109° C sodem metalicznym oraz chloro- lub bromobenzenem, a następnie roztwór chłodzi do temperatury 60° C wkrapla bromek cykloheksylu, po czym po oddestylowaniu rozpuszczalnika pozostałość oczyszcza się przez krystalizację w temperaturze 0—5° C z 96%-ego alkoholu metylowego lub etylowego.

Łódzkie Zakłady Farmaceutyczne
„Polfa”

Zastępca: mgr inż. Antoni Sentek
rzecznik patentowy