

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

52247

Patent dodatkowy,
do patentu _____

Zgłoszone: 08.VI.1964 (P 104 805)

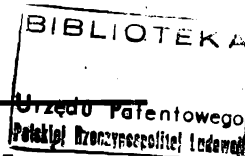
Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 21.XI.1966

Kl. 12 o, 10

MKP C 07 c 97/10

UKD



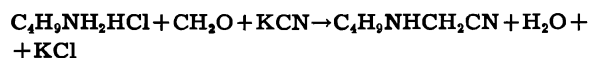
Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Michał Węgliński, doc. inż. Włodzimierz Daniewski, dr inż. Włodzimierz Daniewski, jr, mgr inż. Andrzej Daniewski

Właściciel patentu: Farmaceutyczna Spółdzielnia Pracy „UNIA”, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania p-hydroksy-ω-butyloaminoacetofenonu

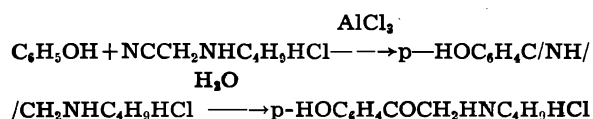
1

Znane jest otrzymywanie p-hydroksy-ω-butyloaminoacetofenonu na drodze reakcji Friedel-Crafts'a z fenolu i chlorowodoru butyloaminoacetonitrylu otrzymanego z chlorowodoru butyloaminy, formaliny i cyjanku potasu. W tym celu do mieszaniny chlorowodoru butyloaminy i formaliny wkrapla się chłodząc i mieszając roztwór cyjanku potasu. Powstaje butyloaminoacetonitryl zgodnie ze schematem reakcji:



który oczyszcza się poprzez jego chlorowodorek, otrzymany przez przepuszczenie suchego chlorowodoru przez roztwór surowego butyloaminoacetonitrylu w absolutnym alkoholu i wytrącenie bezwodnym eterem. Wydajność wynosi około 60%. Oczyszczanie przez chlorowodorek było konieczne, gdyż przy otrzymywaniu butyloaminoacetonitrylu powstają produkty kondensacji wytworzonego butyloaminoacetonitrylu z formaliną, której w środowisku reakcji jest zawsze nadmiar.

Otrzymany chlorowodorek dodaje się do roztworu fenolu w nitrobenzenie w obecności chlorku glinu, przepuszczając gazowy chlorowódor. Reakcja zachodzi według schematu



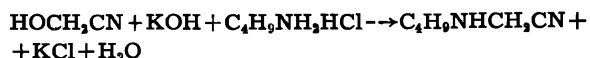
2

Wydajność reakcji wynosi około 65%. Wynalazek eliminuje konieczność oczyszczania butyloaminoacetonitrylu oraz wytwarzanie jego chlorowodoru i umożliwia otrzymanie końcowego produktu z większą wydajnością, niż w znanym procesie. Ponadto wynalazek wnosi znaczne korzyści ekonomiczne ze względu na oszczędności wynikające z niestosowania surowców takich jak alkohol etylowy, eter oraz ze zmniejszonych kosztów robocizny.

Według wynalazku cyjanek potasu wprowadza się w reakcję z formaliną w stosunku molowym 1:1 w środowisku wodnym chłodząc i mieszając. Otrzymuje się cyjanohydrynę aldehydu mrówkowego. Reakcja zachodzi według następującego schematu



Do otrzymanego roztworu cyjanohydryny dodaje się bezpośrednio chlorowodorek butyloaminy. Reakcja zachodzi według schematu



W środowisku reakcji nie ma już wolnej formaliny, która mogłaby reagować z butyloaminoacetonitrylem, nie zachodzą więc niekorzystne reakcje uboczne jak w znanym procesie. Po 20 minutach wydziela się butyloaminoacetonitryl w postaci oleju, który po wysuszeniu bezpośrednio, bez oczysz-

czania, stosuje się do reakcji Friedla-Crafts'a z fenolem otrzymując p-hydroksy- ω -butyloaminoacetofenon. Wydajność reakcji Friedla-Crafts'a jest identyczna z wydajnością jak przy użyciu chlorowodoru butyloaminoacetonitrylu.

Przykład: 75 g cyjanku potasu rozpuszcza się w 170 ml wody i dodaje się 95 ml 12n roztworu formaliny chłodząc i mieszając. Reakcja cyjanku z formaliną zachodzi natychmiast i jest egzotermiczna. Do roztworu z utworzoną cyjanohydryną wprowadza się 125 g chlorowodoru butyloaminy. Po godzinie rozdziela się utworzone warstwy i warstwę wodną ekstrahuje 500 ml benzenu, łączy z warstwą organiczną i po oddestylowaniu benzenu otrzymuje się 112 g butyloaminoacetonitrylu. Następnie 450 g chlorku glinu rozpuszcza się w 800 ml nitrobenzenu, dodaje 140 g fenolu i przepuszczając chlorowódz wkrapla się 112 g butyloacetonitrylu w temperaturze 30°C w ciągu 2 godzin, po czym jeszcze przepuszcza chlorowódz w ciągu dalszych 10 godzin. Następnie mieszaninę reakcyjną wylewa się do gorącej

wody i pozostawia do krystalizacji. Po odsączeniu i przemyciu osadu krystalizuje się chlorowodorek p-hydroksy- ω -butyloaminoacetofenonu z wody otrzymując 160 g chlorowodoru p-hydroksy- ω -butyloaminoacetofenonu. Przez zobojętnienie chlorowodoru wodorotlenkiem sodu otrzymuje się 136 g p-hydroksy-butyloaminoacetofenonu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania p-hydroksy- ω -butyloaminoacetofenonu na drodze reakcji Friedla-Crafts'a z fenolu i butyloaminoacetonitrylu otrzymywanego z chlorowodoru butyloaminy, cyjanku potasu i formaliny **znamienny tym**, że reakcji Friedla-Crafts'a poddaje się butyloaminoacetonitryl otrzymany przez działanie formaliną na cyjanek potasu w stosunku molowym 1:1 w środowisku wodnym, wprowadzenie utworzonej cyjanohydryny aldehydu mrówkowego bezpośrednio w reakcję z chlorowodorkiem butyloaminy w stosunku molowym 1:1 i wyodrębnienie w znany sposób.