

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Nr 32110

Kl. 12 q, 24

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt n/M.

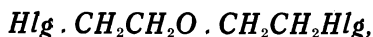
Sposób otrzymywania związków tlenku pięciometylenowego

Zgłoszono 9 marca 1939
Udzielono 17 sierpnia 1943
Pierwszeństwo: 16 marca 1938 (Niemcy)

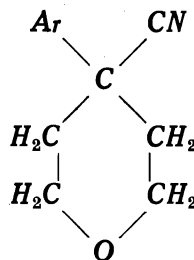
MKP cotd 7/04

Patent nr 31562 podaje sposób wytwarzania pochodnych piperydyny z nityrłów kwasu arylooctowego i dwu-(β -chlorowcoalkylo)-amin z zastosowaniem zasadowych środków kondensujących, przez co otrzymuje się nityrle kwasu 4-arylopiperydyno-4-karbonowego.

Obecnie stwierdzono, że związki tlenku pięciometylenowego można otrzymywać w sposób prosty, wprowadzając w reakcję związek o następującym wzorze ogólnym:



w którym *Hlg* oznacza chlorowiec, w obecności środka uskuteczniającego odszczepianie chlorowcowodoru z nityrlem kwasu arylooctowego. W ten sposób otrzymuje się związki o następującym wzorze ogólnym:



Nityrle o wzorze podanym wyżej można przemieniać w odpowiednie amidy, kwasy albo estry. Węc np. otrzymuje się nityrle kwasu 4-fenylopięciometylenotlenko-4-karbonowego z cyjanku benzyłowego i eteru β,β' -dwuchlorodwuetyłowego. Reakcje przeprowadza się w rozpuszczalniku organicznym, np. w benzenie, toluenie albo ksylenie, w temperaturze 25°C — 70°C . Jako środki zdolne do odszczepiania chlorowco-

wodoru można stosować np. sól albo czynne związki sodowe, np. amidek sodu lub fenyl sodu.

Związki, otrzymywane sposobem według wynalazku niniejszego, mogą znaleźć zastosowanie jako produkty pośrednie do wytwarzania środków leczniczych.

Przykład. Kwas 4-fenylopięciometylenotlenko-4-karbonowy.

Do mieszaniny, składającej się z 117 części wagowych cyjanku benzylowego, 143 części wagowych eteru β,β' -dwuchlorodwuetylowego i 500 części wagowych toluenu, dodaje się 84 części wagowe sproszkowanego amidku sodu porcjami, wynoszącymi mniej więcej 1/10 część całkowitej ilości, mieszając i jednocześnie chłodząc tak, aby temperatura była utrzymywana między 40° a 50°C. Następnie ogrzewa się mieszaninę powoli do wrzenia i gotuje ją tak długo z zastosowaniem chłodnicy zwrotnej, aż nie będzie wydzielać się już więcej amoniaku (1—2 godziny). Po ochłodzeniu wyklóca się roztwór toluenowy z wodą w celu rozpuszczenia wydzielonego chlorku sodowego, po czym roztwór toluenowy oddziela się i destyluje pod ciśnieniem zmniejszonym. Nityl kwasu 4-fenylopięciometylenotlenko-4-karbonowego destyluje w temperaturze 125°—140°C pod ciśnieniem 2 mm. Po ponownym destylowaniu wrze ten nityl w temperaturze mniej więcej 133°C pod ciśnieniem 3 mm, a pod ciśnieniem 5 mm przechodzi on w temperaturze mniej więcej 147°—148°C w postaci cieczy bezbarwnej, krzepnącej wkrótce zupełnie w postaci tabliczek krystalicznych przy stanie w temperaturze pokojowej. Wydajność wynosi mniej więcej 50% teoretycznej. Otrzymany nityl daje się przekrystalizować z alkoholu metylowego lub eteru nadtlenowego i topnieje w temperaturze 49°—50°C.

Przez dwugodzinne ogrzewanie nitylu na kąpieli wodnej z 66%-owym kwasem siarkowym i strącanie za pomocą wody otrzymuje się amid kwasu 4-fenylopięciometylenotlenko-4-karbonowego. Stanowi on bezbarwne kryształy topniejące po przekrystalizowaniu z alkoholu metylowego w temperaturze 216°—218°C.

Zmydlanie nitylu można przeprowadzać przez sześciogodzinne ogrzewanie w roztworze ługu potasowego w alkoholu metylowym do temperatury 190°—200°C, przy czym otrzymuje się kwas 4-fenylopięciometylenotlenko-4-karbonowy, krystalizujący z zawierającego dużą ilość wody alkoholu metylowego w postaci bezbarwnych tabliczek, które topnieją w temperaturze 128°—130°C. Chlorobezwodnik tego kwasu, otrzymany za pomocą chlorku tionylowego, wrze w temperaturze mniej więcej 140°C pod ciśnieniem 3 mm i topnieje w temperaturze 53°—54°C. Ester β -dwuetyloaminoetylowy wymienionego przedtem kwasu karbonowego otrzymuje się w postaci chlorowodoru, który krystalizuje z alkoholu w postaci bezbarwnego proszku krystalicznego o punkcie topnienia 181°C; wolna zasada stanowi produkt oleisty.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania związków tlenku pięciometylenowego, znamienny tym, że nityle kwasu arylooctowego w obecności środka uskuteczniającego odszczepianie chlorowcowodoru wprowadza się w reakcję z eterami β,β' -dwuchlorowcoalkylowymi, a otrzymane cykliczne nityle przeprowadza się ewentualnie w amidy, kwasy lub estry.

I. G. F a r b e n i n d u s t r i e
A k t i e n g e s e l l s c h a f t
Zastępca: M. Skrzypkowski
rzecznik patentowy