



Opublikowano dnia 10 czerwca 1955 r.

C07d 49/08



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 36671

Kl. 12 p, 8/01

Jeleniogórskie Zakłady Farmaceutyczne *)

Przedsiębiorstwo Państwowe

(Jelenia Góra, Polska)

Sposób wytwarzania 3,5-dwuokso-1,2-dwufenylo-4-n-butylopyrazolidyny

Udzieiono patentu z mocą od dnia 13 marca 1953 r.

Sposób wytwarzania 3,5-dwuokso-1,2-dwufenylo-4-n-butylopyrazolidyny przez kondensację enolanu sodowego estru dwualkilowego kwasu *n*-butylomalonowego z hydrazobenzenem jest już znany z patentu szwajcarskiego Nr 267 222.

W sposobie tym enolan sodowy estru dwualkilowego kwasu *n*-butylomalonowego wytwarza się działaniem etylanu sodowego na wspomniany ester, wskutek czego masa reakcyjna zawiera pewną ilość alkoholu etylowego, który trzeba odpędzić.

Stwierdzono, że reakcję powyższą można znacznie uprościć unikając odpędzania alkoholu otrzymanego z enolanu sodowego, skoro na ester dwualkilowy kwasu *n*-butylomalonowego działać bezpośrednio sodem metalicznym i dodać alko-

holu, tylko w takiej ilości, jaka jest konieczna do przeprowadzenia nieprzereagowanego sodu metalicznego w etylan sodowy.

Stwierdzono ponadto, że w celu dokładniejszego oczyszczenia produktu reakcji, oraz w celu podniesienia wydajności korzystnie jest roztwór wodny masy reakcyjnej wytrząsnąć z benzenem i zadać równą ilość alkoholu metylowego lub etylowego, po czym po zakwaszeniu produkt reakcji wykrystalizowuje z roztworu alkoholu. Produkt reakcji otrzymuje się w postaci bezbarwnych kryształów.

W celu uniknięcia utleniania składników reakcji oraz w celu usunięcia wydzielającego się w pierwszym stadium wodoru, kondensację prowadzi się w atmosferze gazu obojętnego, np. azotu, przepuszczając go w postaci strumienia nad masą reakcyjną.

Przykład. Do 325 g estru dwumetylowego kwasu *n*-butylomalonowego dodaje się stopnio-

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są mgr Przemysław Lenkowski i Władysław Pawelec.

wo 39 g sodu metalicznego w postaci rozdrobnionej, przepuszczając jednocześnie nad masą reakcyjną strumień azotu. Następnie w celu usunięcia sodu metalicznego dodaje się taką ilość alkoholu, jaka jest konieczna do przeprowadzenia sodu w etylan sodowy (około 250 ml), po czym ogrzewa się na łaźni olejowej w temperaturze 110 — 120 °C i dodaje 310 g wysuszonego hydrazobenzenu podnosząc stopniowo temperaturę do 150 — 160 °C.

Po ukończonej reakcji i ochłodzeniu masy reakcyjnej rozcieńcza się 1000 ml wody i po odstaniu przez kilkanaście godzin wytrząsa z benzenem w celu usunięcia zanieczyszczeń i odbarwienia węglem. Otrzymany roztwór wodny zadaje się równą objętością alkoholu etylowego i zakwasza kwasem solnym. Wykryształizowaną surową pochodną pyrazolidyny przekryształizowuje się ponownie z etanolu.

Otrzymuje się wydajność około 75 % wydajności teoretycznej.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania 3,5-dwuokso-1,2-dwufenylo-4-*n*-butylopyrazolidyny przez konden-

sację enolanu sodowego estru dwualkilowego kwasu *n*-butylomalonowego z hydrazobenzenem, znamienny tym, że na ester dwualkilowy kwasu *n*-butylomalonowego działa się bezpośrednio sodem metalicznym i dodaje alkoholu tylko w ilości, koniecznej do przeprowadzenia nieprzereagowanego sodu metalicznego w etylan, a otrzymaną sól sodową estru kondensuje się jak zwykle z hydrazobenzenem.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że produkt reakcji wykryształizowuje się z 50%-owego wodnego roztworu alkoholu po zakwaszeniu.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że podczas reakcji przepuszcza się nad masą reakcyjną strumień gazu obojętnego

Jeleniogórskie
Zakłady Farmaceutyczne
Przedsiębiorstwo Państwowe

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych