

# KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

KLASA 12 (5)

IZDAN 1 MAJA 1938.

## PATENTNI SPIS BR. 13992

Knoll A. G. Chemische Fabriken, Ludwigshafen a. Rh., Nemačka.

Postupak za spravljanje  $\beta$ - (p-oksifenil)- izopropilmetilamina.

Prijava od 13 maja 1937.

Važi od 1 novembra 1937.

Naznačeno pravo prvenstva od 26 maja 1936 (Nemačka).

Već je predloženo spravljanje  $\beta$ -(p-metoksifenil)-izopropilmetilamin kondenzacijom  $\beta$ -(p-metoksifenil)-izopropilamina sa benzaldehidom u odgovarajuću šif-ovu bazu, obradom šif-ove baze metiljodidom i hidrolizom — pomoću vodene kiseline — dobivenog adicionog produkta. Na taj način dobiveni  $\beta$ -(p-metoksifenil)-izopropilmetilamin može se prevesti odstranjivanjem metila u  $\beta$ -(p-oksifenil)-izopropilmetilamin.

Sada je pronadeno, da se može na bitno jednostavniji način spravljanje  $\beta$ -(p-oksifenil)-izopropilmetilamin, ako se  $\beta$ -(p-metoksifenil)-izopropilamin kondenzuje sa formaldehidom, priključno tome ili istovremeno reducira i metoksi-grupa dobivene baze razlaže sa jakim kiselinama. Bitna prednost postupka prema pronalasku sastoji se u tome, što spravljanje jednog produkta sačinjava samo dve reakcije, dok su prema poznatom postupku potrebne četiri reakcije. Dalje se može metiliranje izvršiti sa formaldehidom i vodonikom u otvorenom sudu, dok naprotiv primena jodmetila, nepodesnog za tehničke ciljeve usled njegove visoke cene, iziskuje rad u sudovima za pritisak. Na kraju može se sa jodmetilom raditi samo u aparatima iz specijalnog materijala, koga jod ne može da napada.

### Primeri:

1.) Mešavina 100 g  $\beta$ -(p-metoksifenil)-izopropilamina [izraden na pr. redukcijom p-metoksibenzil-metilketona sa vodonikom i nikelom kao katalizatorom u pri-

sustvu amonijaka ili po metodi Mannich-a (Berichte der Deutschen Chemischen Gesellschaft, sv. 43 (1910), str. 192)], 250 cm<sup>3</sup> alkohola i izračunata količina rastvora formaldehida meša se u toploti 6 časova sa 70 g aktivisanog sitno sečenog aluminijuma. Po filtrisanju i otparavanju rastvora u vakumu, ostatak se rastvara u malo alkohola i obrađuje sa alkoholičnom hlorovodoničnom kiselinom. Na taj način dobiva se hidrohlorid  $\beta$ -(p-metoksifenil)-izopropilmetilamin, sa tač. toplj. od 174°. Taj se produkt pretvara u  $\beta$ -(p-oksifenil)-izopropilmetilamin kuvanjem za jedan čas suvišnom količinom 48%-ne bromovodonične kiseline na povratnom hladnjaku, ili 1-časovnom zagrevanju na 130° sa petostrukom količinom koncentrisane hlorovodonične kiseline u zatvorenom sudu, ili kuvanjem sa jodovodoničnom kiselinom u prisustvu crvenog fosfora, koji se dobiva otparavanjem dobivenog rastvora u vakumu do suvog, rastvaranjem ostatka u vodi i taloženjem sa amonijakom.

2.) 16,5 g  $\beta$ -(p-metoksifenil)-izopropilamina rastvaraju se u 250 cm<sup>3</sup> 85%-nog alkohola, rastvoru se dodaje izračunata količina 40%-nog rastvora formaldehida i 25 g aktivisanog sitno sečenog aluminijuma i kuva se na povratnom hladnjaku 16 časova uz dobro mešanje. Rastvor se odvađa od nerastvorenog, koji se pere alkoholom i otparava do suvog. Ostatak (17 g) rastvara se u 50 cm<sup>3</sup> abs. alkohola, doda se nešto alkoholične kiseline i 250 cm<sup>3</sup> etra. Taloženi hidrohlorid biva odsisan po jednočasovnom stajanju u hladnoći i pere sa etrom. Iskorišćuje: 18,4 g hidrohlorida,

t. j. 85% teoriskog. Iz dobivenog hidroklorida dobiva se prema primeru 1 i izoluje  $\beta$ -(p-oksifenil)-izopropilmetilamin.

**Patentni zahtev:**

Postupak za spravljanje  $\beta$ -(p-oksife-

nil)-izopropilmetilamina, obradom  $\beta$ -(p-metoksifenil)-izopropilamina, sa sredstvima za metiliranje, naznačen time, što se  $\beta$ -(p-metoksifenil)-izopropilamin kondenzuje sa formaldehidom, priključno tome ili istovremeno reducira, i metoksi-grupa dobivene baze razlaže sa jakim kiselinama.

IZDAN I MAJA 1938.

KLASA 12 (3)

# PATENTNI SPIS BR. 13992

Knoll A. G. Chemische Fabrik, Ludwigshafen a. Rh., Nemačka.

Postupak za spravljanje  $\beta$ -(p-oksifenil)-izopropilmetilamina

Važi od 1. novembra 1937.

Prijava od 18. maja 1937.

Naznačeno prvu pricenu od 25. maja 1938 (Nemačka).

Uputstvo amonijaka ili sa metodom Mannheim-  
Herbste der Deutschen Chemischen Ge-  
sellschaft, Nr. 42 (1910) od 1921) 250 cm<sup>3</sup>  
alkohola i izračunata količina rastvara  
izračunavala meša se u toploj 5 časova sa  
70 g aktiviranog zrnog sečenog aluminij-  
na. Na filtriranju i odparivanju rastvara  
i ostatak ostaje se rastvara u malo al-  
kohola i nekada se alkoholom liče-  
vati. Ostatak ličevati sa alkoholom. Na taj način do-  
bi se hidroklorid  $\beta$ -(p-oksifenil)-  
izopropilmetilamina, sa tal. toplj. od 174°.  
Taj se produkt pretvara u  $\beta$ -(p-oksifenil)-  
izopropilmetilamin kuvanjem sa ledenom  
kiselinom količinom 48,6 g na promovodo-  
vanje kiseline na povisnom tlaku.  
U 1. časovom razdoblju na 130° se pe-  
kuvaju količinom koncentrirane hidro-  
klorne kiseline u rastvoru sadu li  
kuvanjem sa odgovarajućom količinom  
u rastvoru klorida kalcija, koji se dobi-  
va odgovarajućom dobivanjem rastvora u  
vakuumu do suva, rastvara sa etanolom  
u vodi i taloženjem sa amonijakom.  
2) 18,5 g  $\beta$ -(p-metoksifenil)-izopro-  
pilamin rastvara se u 250 cm<sup>3</sup> 85%-nog  
alkohola, rastvor se dodaje izračunata  
količina 40%-nog rastvora formaldehida  
i 70 g aktiviranog zrnog sečenog aluminij-  
na i kuva se na povisnom tlaku. Na  
10 časova se dobiti nečista baza sa par-  
cijelno od nestatvornog, koji se par-  
cijelno i ostava do suva. Ostatak (17  
g) rastvara se u 50 cm<sup>3</sup> 85% alkohola, do-  
bi se tako alkoholična kiselina i 250 cm<sup>3</sup> et-  
anolom rastvara se u hladnoj i ost-  
va etanolom kiselina; 18,4 g hidroklorida

Uputstvo amonijaka ili sa metodom Mannheim-  
Herbste der Deutschen Chemischen Ge-  
sellschaft, Nr. 42 (1910) od 1921) 250 cm<sup>3</sup>  
alkohola i izračunata količina rastvara  
izračunavala meša se u toploj 5 časova sa  
70 g aktiviranog zrnog sečenog aluminij-  
na. Na filtriranju i odparivanju rastvara  
i ostatak ostaje se rastvara u malo al-  
kohola i nekada se alkoholom liče-  
vati. Ostatak ličevati sa alkoholom. Na taj način do-  
bi se hidroklorid  $\beta$ -(p-oksifenil)-  
izopropilmetilamina, sa tal. toplj. od 174°.  
Taj se produkt pretvara u  $\beta$ -(p-oksifenil)-  
izopropilmetilamin kuvanjem sa ledenom  
kiselinom količinom 48,6 g na promovodo-  
vanje kiseline na povisnom tlaku.  
U 1. časovom razdoblju na 130° se pe-  
kuvaju količinom koncentrirane hidro-  
klorne kiseline u rastvoru sadu li  
kuvanjem sa odgovarajućom količinom  
u rastvoru klorida kalcija, koji se dobi-  
va odgovarajućom dobivanjem rastvora u  
vakuumu do suva, rastvara sa etanolom  
u vodi i taloženjem sa amonijakom.  
2) 18,5 g  $\beta$ -(p-metoksifenil)-izopro-  
pilamin rastvara se u 250 cm<sup>3</sup> 85%-nog  
alkohola, rastvor se dodaje izračunata  
količina 40%-nog rastvora formaldehida  
i 70 g aktiviranog zrnog sečenog aluminij-  
na i kuva se na povisnom tlaku. Na  
10 časova se dobiti nečista baza sa par-  
cijelno od nestatvornog, koji se par-  
cijelno i ostava do suva. Ostatak (17  
g) rastvara se u 50 cm<sup>3</sup> 85% alkohola, do-  
bi se tako alkoholična kiselina i 250 cm<sup>3</sup> et-  
anolom rastvara se u hladnoj i ost-  
va etanolom kiselina; 18,4 g hidroklorida

**Primer:**

1) Mešavina 100 g  $\beta$ -(p-metoksifenil)-  
izopropilamina (izrađen sa 42 redukcijom  
p-oksifenilmetilamina sa vodoni-  
kom i nikelom kao katalizatorom) u pri-