

224 085

P. 13.731

224085

176 MAR. 1930

176



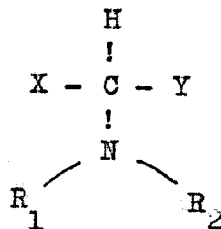
MEMORIA DESCRIPTIVA
 para solicitar
 P A T E N T E D E I N V E N C I O N
 e n
 E S P A Ñ A
 por VEINTE años

a nombre de DR. KARL THOMAE GESELLSCHAFT MIT
 BESCHRANKTER HAFTUNG, entidad alemana, estableci-
 da en Biberach an der Riss, Alemania, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE AMI-
 NAS TERCIARIAS"

-o-

El presente invento se refiere a un pro-
 cedimiento para la fabricación de aminas tercia-
 rias de la formula general





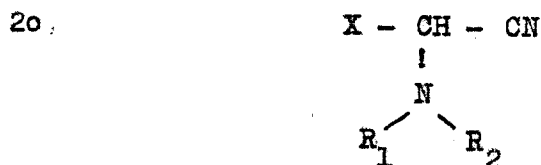
224085

En la formula, X significa uno de los radicales carbociclicos o heterociclicos siguientes: 2,5-endometilen-ciclohexen-3-ilo, iclohexenilo, ciclohexilo, 4-oxi-3-metoxifenilo, 3,4-dimetoxifenilo, naftilo, antranilo, furilo, tienilo, 5,6-dihidropirani-
5 lo.

R_1 y R_2 pueden ser alcoholo, oxialcoholo, cicloalcoholo, arilo, aralcoholo y pueden ser iguales o diferentes o, tambien, formar junto con N un anillo heterociclico que contiene eventualmente otro heteroatomo, por ejemplo, el anillo pirrolidinico, piperidinico o morfolinico.
10

Y tiene la significación de un radical arilo o aralcoholo, pudiendo estar tambien sustituidos estos radicales, o un radical alcoholo o cicloalcoholo.
15

La obtencion de las nuevas aminas terciarias se realiza por transformación de aminoacetoni-
20 trilos alfa-terciarios de la formula



con halogenuros organomagnesicos de la formula Y-Mg-Hal, donde X, R_1 , R_2 e Y tienen la significación arriba indicada, en disolventes apropiados, como eter, benzol o benzol/tetrahidrofurano.
25



224085

La reacción puede llevarse a cabo a temperatura moderadamente incrementada, preferentemente, sin embargo, a la temperatura de ebullición del disolvente empleado, bajo reflujo. En su caso, las combinaciones obtenidas pueden transformarse, en formar en si conocida, en compuestos de amonio cuaternarios.

La acción de algunos reactivos de Grignard sobre alcohilaminoacetnitrilo así como sobre algunos fenilaminoacetnitrilos, ha sido descrita por Bruylants (Bull. Acad. Roy. Belgique, 10, 126-40) y Chistiaen (Bull. Soc. Chim. Belgique, 33 483-90 (1924) así como por Stevens y sus colaboradores (Chem. Soc. Lond. 1931, 2568). En los tiempos recientes, Goodson y Christopher (Amer. Soc. 72, 358 (1950) han hecho reaccionar cloruro de bencilmagnesia con fenilaminoacetnitrilos para obtener difeniletilaminas.

Pero los procedimientos para obtener aminas terciarias como se pueden lograr por el presente invento, no han sido descritos todavía.

Entre los compuestos nuevos obtenidos de acuerdo con el invento se encuentran espasmolíticos, valiosos, fuertemente activos, que están en condiciones de anular el calambre de la musculatura lisa provocado por cloruro de bario, y ello con el empleo de dosis menores que las necesarias



224085

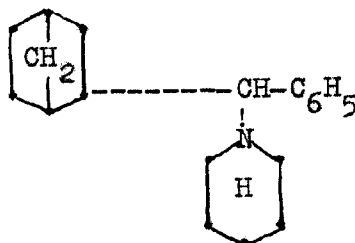
en el caso de la papaverina, y además, de resolver el cardioespasmo en el conejo. Poseen además las nuevas sustancias propiedades nicotinoliticas sobresalientes, así como efectos parasimpaticoliticos en el intestino contraído con acetilcolina. Una parte de las sustancias actúa con fuerte acción analgesica, y parte actúa como hipertensora, y parte como hipotensora.

La obtención de los compuestos según el invento se explicará con más detalle a base de ejemplos.

Ejemplo 1

/2,5-endometilen-ciclohexen-(3)-ilo/-piperidil-(1)-fenil-metano

15



20

Al reactivo de Grignard preparado en la forma usual, a partir de 4,6 grs. de virutas de magnesio y 31,4 grs. de bromobenzol en eter absoluto, se le añaden a gotas 16,2 grs. de /2,5-endometilen-ciclohexen-(3)-ilo/ -piperidil-(1)-acetoni-
25 trilo, disueltos en 30 c.c. de eter absoluto. Después de terminada la adición, se calienta durante 3 horas bajo reflujo, se enfria entonces y el producto de la reacción se descompone con

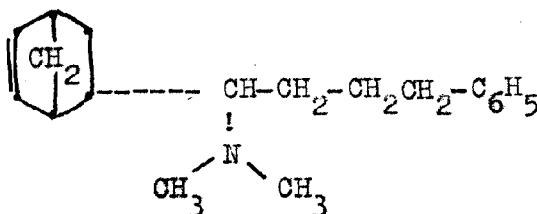


224085

hielo y ácido clorhídrico al 12%. La capa etérea se separa a continuación y se desecha. A la solución acuosa se le añade algo de cloruro de amonio y luego amoníaco concentrado hasta reacción alcalina. El aceite separado se recoge en éter, se seca la solución sobre sulfato sódico y se expulsa el éter. Después de la destilación al vacío se obtienen 14 grs. de un aceite ligeramente amarillento, de p.eb._{0,2} = 121°. Por medio de ácido clorhídrico etérico la base libre puede transformarse en su hidrocloreto incoloro, de p.f. 223°.

Ejemplo 2

1-7,2,5-endometilén-ciclohexen-(3)-ilo-1-dimetilamino-4-fenil-butano



Al compuesto de Grignard obtenido a partir de 4,6 grs. de virutas de magnesio y 39,8 grs. de bromuro de -fenil-propilo en éter absoluto, se añaden a gotas 13,2 grs. de 7,2,5-endometilén-ciclohexen-(3)-ilo-1-dimetilamino-acetonitrilo, disueltos en 30 c.c. de éter, se calienta durante 3 horas y la disolución de reacción se trabaja

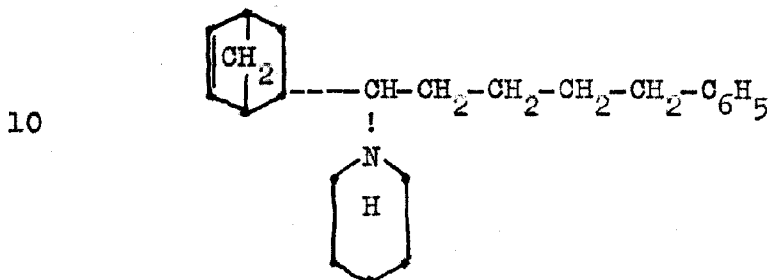


224085

como en el Ejemplo 1. Se obtienen 15 grs. de la base pura, de p.eb._{0,15} = 138° como aceite incoloro. El hidrocioruro es una sustancia incolora de F = 153°.

5 Ejemplo 3

1-2,5-endometilen-ciclohexen-(3)-ilo-1-piperidil-5-fenil-pentano.

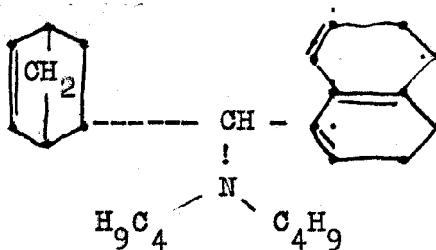


La solución de Grignard a partir de 1,2
15 grs. de virutas de magnesio y 8,5 grs. de cloruro de -fenilbutilo en eter se hace reaccionar con 3,6 grs. de 1-2,5-endometilen-ciclohexen-(3)-ilo-1-piperidil-(1)-acetonitrilo, como se ha indicado en el Ejemplo 1, y se sigue trabajando. Se obtie-
20 nen 3,5 grs. de la base como aceite amarillento de p.eb._{0,7} = 198-200°.

Ejemplo 4

1-2,5-endometilen-ciclohexen-(3)-ilo-1-dibutilamino alfa-naftil-metano.

25





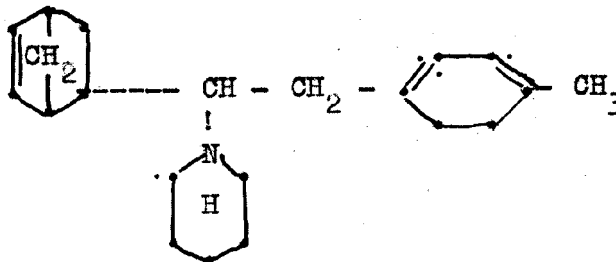
224085

Se prepara una solución de Grignard a partir de 4,6 grs. de magnesio y 41,4 grs. de -bromonaftalina en eter y se transforma la misma con 19,5 grs. de 2,5-endometilen-ciclohexen-(3)-ilo
5 -dibutilamino-acetonitrilo, como se ha descrito en el Ejemplo 1. Se obtiene la base como aceite amarillo viscoso, de p.eb._{0,3} = 180°. Rendimiento, 17 grs.

Ejemplo 5

10 1-2,5-endometilen-ciclohexen-(3)-ilo-1-piperidil-(1)-2-(4-metil-fenil)-etano

15



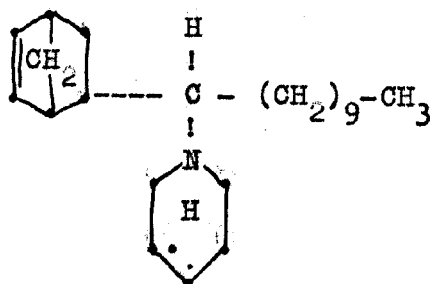
Al compuesto de Grignard de 2,3 grs. de magnesio y 18,5 grs. de bromuro de p-xililo en eter se añaden 8,3 grs. de 2,5-endometilen-ciclohexen(3)-ilo
20 1-piperidilo-(1)-acetonitrilo y se trabaja en la forma descrita en el Ejemplo 1. Se obtienen 9 grs. de la amina, de p.eb._{0,5} = 151-152°. El hidrocioruro funde a 195°

25 Ejemplo 6

1-2,5-endometilen-ciclohexen-(3)-ilo-1-piperidil-(1)-undecano



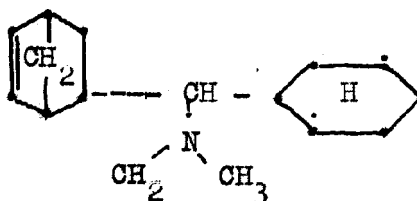
224085



10 A partir de 4,6 grs. de magnesio y 44,2 grs. de bromuro de n-decilo, se prepara una solución eterea de Grignard, que como se ha indicado en el Ejemplo 1, se hace reaccionar con 16,2 grs. de 2,5-endometilen-ciclohexen-(3)-ilo-piperidil-(1)-acetnitrilo. Rendimiento: 24 grs. de un aceite incoloro de p.eb._{0,2} = 163°.

Ejemplo 7

15 2,5-endometilen-ciclohexen-(3)-ilo-dimetilamino ciclohexilo-metano



20 La solución eterea Grignard de 4,6 grs. de magnesio y 23,6 grs. de cloruro de ciclohexilo se transforma con 8,8 de 2,5-endometilen-ciclohexen-(3)-ilo-dimetileno-acetonitrilo, como se indica en el Ejemplo 1. Se obtienen 7,5 grs. de la amina, de p.eb._{0,5} = 63° como liquido incoloro.

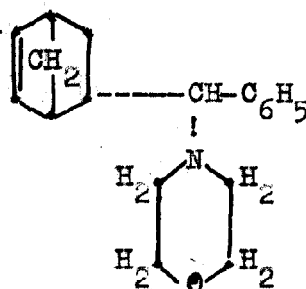
Ejemplo 8



224085

2,5-endometilen-ciclohexen-(3)-ilo7-morfolinil-
4)-fenil-metano.

5



10

15

20

25

La solución eterea de Grignard obtenida a partir de 2,3 grs. de magnesio y 15.7 grs. de bromobenzol se libera de eter, recibe la adición de 50 c.c. de benceno absoluto y se calienta a reflujo durante 6 horas con una solución de 8,2 grs. de 2,5-endometilen-ciclohexen-(3)-ilo7 morfolinil-(4)-acetnitrilo en 20. c.c. de benzol, que se añaden lentamente. Después de este tiempo se descompone el producto de la reacción por adición de hielo y ácido clorhídrico diluido. La capa de benzol se separa y desecha. La capa acuosa clorhídrica se mezcla con algo de cloruro de amonio, se alcaliniza por adición de amoníaco y se extrae por tres veces con eter. Las soluciones etereas reunidas se secan con sulfato de sodio. Después de expulsar el eter, se destila al vacío el residuo. Se obtienen 7 grs. de la amina como aceite amarillento de p.eb. $2 = 146-147^{\circ}$.

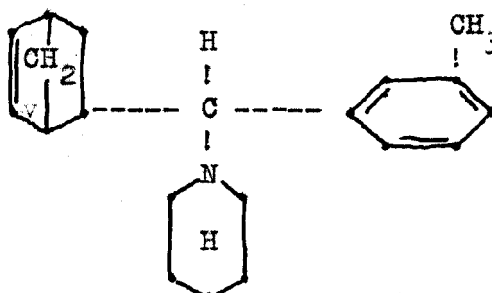
Ejemplo 9



224085

2,5-endometilen-ciclohexen-(3)-ilo7-piperidil-(1)-
-(3)-metil-fenilo)metano.

5



10

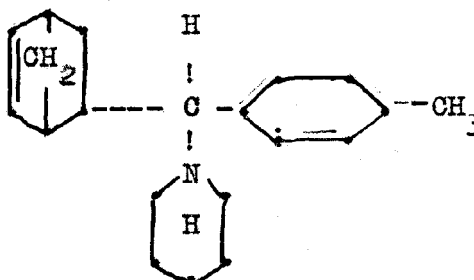
Una solución eterea de Grignard preparada a partir de 2,3 grs. de magnesio y 17 grs. de m-bromoto/luol/ se hace reaccionar, como se ha indicado en el Ejemplo 1, con 8,1 grs. de [2,5-endometilen-ciclohexen-(3)-ilo7-piperidil-(1)-acetonitrilo. Se obtiene la base como aceite incoloro viscoso, de p.eb._{0,2} = 138°. Rendimiento, 8 grs.

15

Ejemplo 10

2,5-endometilen-ciclohexen-(3)-ilo7-piperidil-(1)-
-(4-metil-fenil)metano.

20



25

Se trabaja como en el Ejemplo anterior, empleando p-bromotoluol en lugar de m-bromotoluol y se obtienen 8 grs. de la amina, de p.eb._{0,1} = 141°; p.f. = 70-71°C.



224085

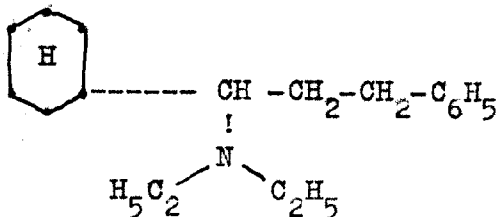
Ejemplo 11

2,5-endometilen-ciclohexen-(3)-ilo-7-piperidil-(1)-fenil-metano

5 Si en la solución de Grignard obtenida según el ejemplo 1 se evapora el eter y luego se realiza la transformación ulterior en benzol tetrahidrofurano (2:1), se obtiene el mismo producto que en el Ejemplo 1.

Ejemplo 12

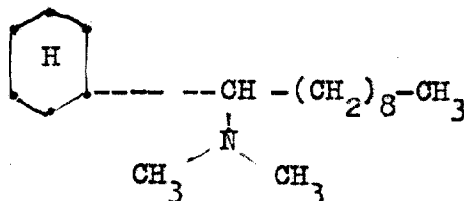
10 1-ciclohexil-1-dietilamino-3-fenil-propano

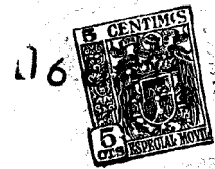


20 Se hacen reaccionar 7,3 grs. de ciclohexil-dietilaminoacetonitrilo en una solución etérea con el compuesto de Grignard de 2,3 grs. de magnesio y 18,5 grs. de bromuro de feniletilo y se trabaja como se ha indicado en el ejemplo 1. Se obtienen 7 grs. de la amina de p.eb. 0,8 = 142° en forma de liquido incoloro. El hidrocloreuro funde a 141-142°.

Ejemplo 13

25 1-ciclohexil-1-dimetilamino-decano



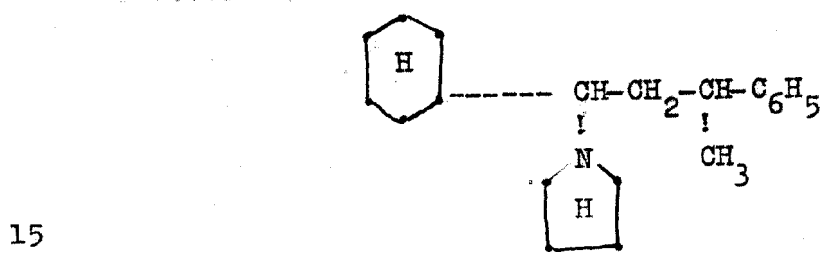


224085

5 Como se ha descrito en el Ejemplo 1, se obtienen, a partir del compuesto de Grignard de 2,3 grs. de magnesio y 20,7 grs. de bromuro de n-nonilo y adición de 6,2 grs. de ciclohexil-dimetilamino-acetonitrilo, 8 grs. de la base de p. eb._{0,3} = 137° en forma de liquido incoloro, cuyo hidrocioruro funde a 157-158°.

Ejemplo 14

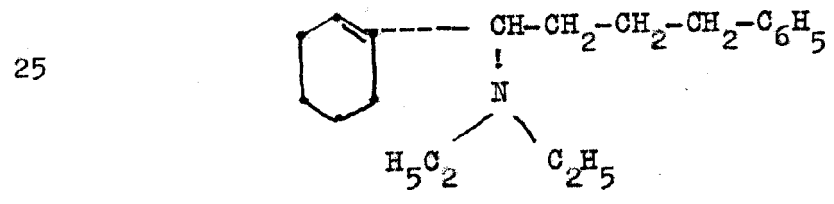
10 1-ciclohexil-1-pirrolidil-(1)-3-metil-3-fenil-propano



20 Se procede como en el Ejemplo 1 y se obtienen, a partir de 7,2 grs. de ciclohexil-pirrolidil-(1)-acetonitrilo y la solución de Grignard de 2,3 grs. de magnesio con 19,9 grs. de (beta-bromo-isopropil)-benzol, 7 grs. de amina de p. eb._{0,4} = 150°, cuyo hidrocioruro incoloro funde a 150-151°.

Ejemplo 15

1-ciclohexen-(1)-ilo-1-dietilamino-4-fenil-butano





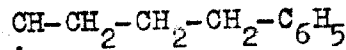
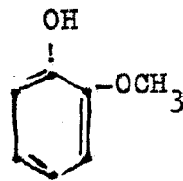
224085

Por reacción de 7,2 grs. de ciclohexen-
(1)-ilo-dietilamino-acetonitrilo con el compues-
to de Grignard de 2,3 grs. de magnesio y 19,9 grs.
de bromuro de fenilpropilo, como en el Ejemplo 1,
5 se obtienen 6,5 grs. de amina en forma de aceite
de p.eb. $0,6 = 157-158^{\circ}$.

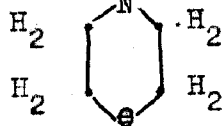
Ejemplo 16

1-(4-oxi-3-metoxi-fenil)-1-morfolinil-(4)-4-fenil
butano

10



15



Se prepara una solución de Grignard a par-
20 tir de 2,3 grs. de virutas de magnesio y 19,9 grs.
de bromuro de fenilpropilo en 30 c.c. de eter ab-
soluta, en la forma usual. Después de la sustitu-
ción del eter por 60 c.c. de benzol, se deja go-
tear una solución de 8 grs. de (4-oxi-3-metoxi-fe-
25 nil)-morfolinil-(4)-acetonitrilo y se calienta du-
rante 6 horas a reflujo. Después de este tiempo se
descompones la mezcla de reacción con hielo y acido

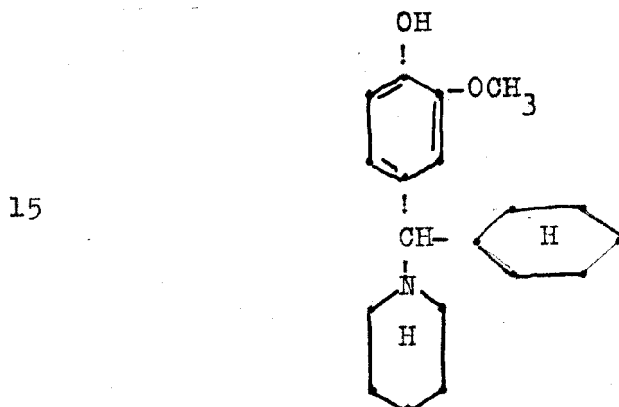


224085

clorhídrico. Después de separar la capa de benzol, que se desecha, se añade a la solución acuosa algo de cloruro de amonio y luego amoniaco hasta reacción alcalina. El aceite separado se recoge en
5 eter y se seca sobre sulfato sodico. Después de expulsar el disolvente quedan 7 grs. de la amina (N calc. 4,1% halla. 4,07%), que da un hidrocloruro de p.f. 176°.

Ejemplo 17

10 (4-oxi-3-metoxi-fenil)-piperidil-(1)-ciclohexil-
metano



20 La solución eterea de Grignard obtenida a partir de 3,6 grs. de magnesio y 18 grs. de cloruro de ciclohexilo se hace reaccionar con 12,3 grs. de (4-oxi-3-metoxi-fenil)-piperidil-(1)-acet
25 1. La base que queda después de expulsar el eter se convierte en el hidrocloruro por medio de acido clorhídrico etereo, p.f. 114° (N calc. 4,15%



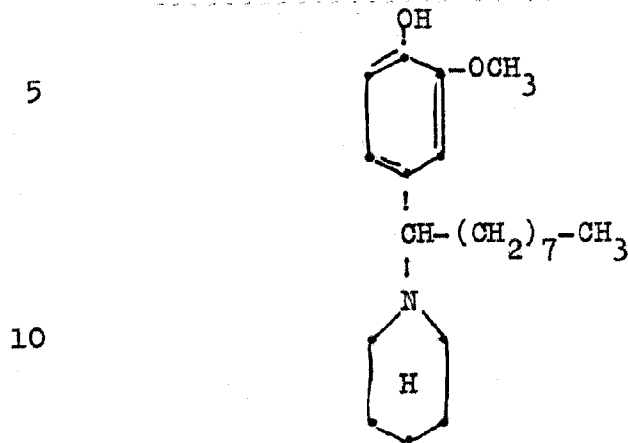
76

24085

hall. 4, 20%). Rendimiento, 8,5 grs.

Ejemplo 18

1-(4-oxi-3-metoxi-fenil)-1-piperidil-(1)-nonano



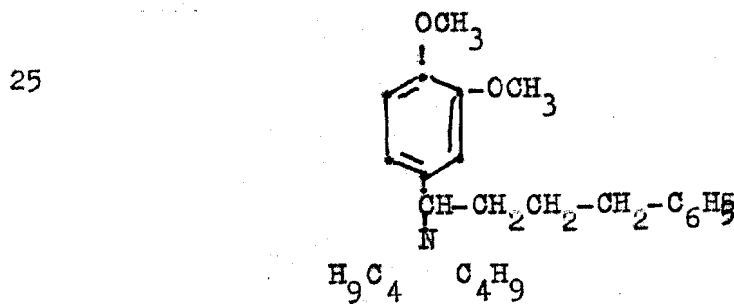
15

A la solución eterea de Grignard obtenida a partir de 1,8 grs. de magnesio y 14,5 grs. de bromuro de n-octilo se añaden 6,2 grs. de (4-oxi-3-metoxi-fenil)-piperidil-(1)-acetoni-trilo y se trabaja como se ha descrito en el ejemplo 17. La base oleosa (6 grs.) se transforma en el hidroc-loruro, que funde a 140°. (N calc. 3,81%, hall. 4%).

20

Ejemplo 19

1-(3,4-dimetoxi-fenil)-1-dibutilamino-4-fenil-bu-tano





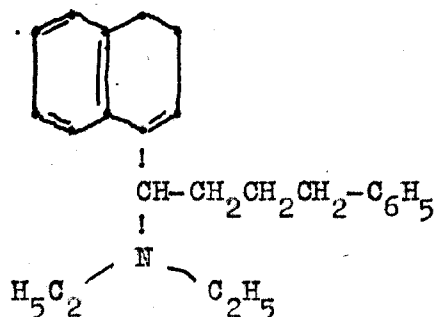
224085

A partir de 1,10 grs. de magnesio y 9 grs. de bromuro de fenilpropilo, se prepara una solución de Grignard que se hace reaccionar con 4,6 grs. de (3,4-dimetoxi-fenil)-dibutilamino-acetonitrilo según el Ejemplo 1. Se obtienen 4,5 grs. de la base libre de p.eb. $0,4 = 210^{\circ}$. Punto de fusión de hidrocioruro: $139-140^{\circ}$.

Ejemplo 20

1-(alfa-naftil)-1-dietilamino-4-fenil-butano

10



15

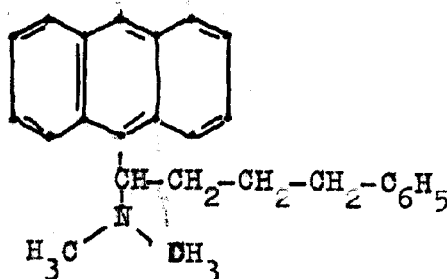
Sobre la solución de Grignard de 2,3 grs. de magnesio y 19,9 grs. de bromuro de fenilpropilo en eter se hacen actuar 7,95 grs. de alfa-naftil-dietilamino-acetonitrilo y se trabaja como en el Ejemplo 1. El rendimiento asciende a 7 grs. de amina de p.eb. $0,5 = 197^{\circ}$.

20

Ejemplo 21

1-antranil-(9)-1-dimetilamino-4-fenil-butano

25



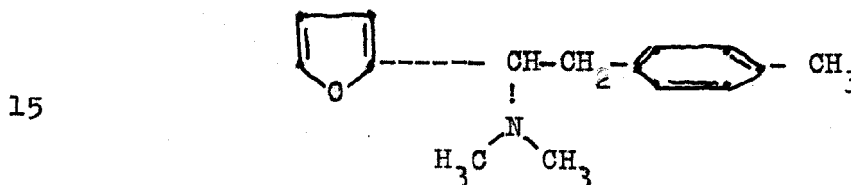


224085

Sobre una solución eterea de Grignard a partir de 1,65 grs. de magnesio y 13,48 grs. de bromuro de fenilpropilo, se hacen actuar 6 grs. de antranil-(9)-dimetilaminoacetonitrilo. Después de trabajar en la forma usual (vease ejemplo 1) queda, después de expulsar el eter, la base oleosa, que se transforma en hidrocloreto. Después de recristalización de la misma desde agua se obtienen cristales amarillos de p.f. 77-78° (N calc. 3,63%, hall. 3,53%). Rendimiento, 5,5 grs.

Ejemplo 22

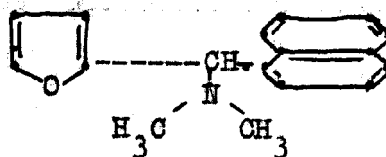
1-furil-(2)-1-dimetilamino-2-(4-metilfenil)-etano



La solución eterea de Grignard obtenida a partir de 2,3 grs. de magnesio y 18,5 grs. de bromuro de p-xililo, se hace reaccionar con 5 grs. de furil-(2)-dimetilamino-acetonitrilo en la misma forma que en el Ejemplo 1. La amina es un aceite amarillo de p.eb. 0,8 = 123!125°. Rendimiento, 6,5 grs. Punto de fusión del hidrocloreto, 188-190°.

Ejemplo 23

25 Furil-(2)-dimetilamino-(alfa-naftil)-metano



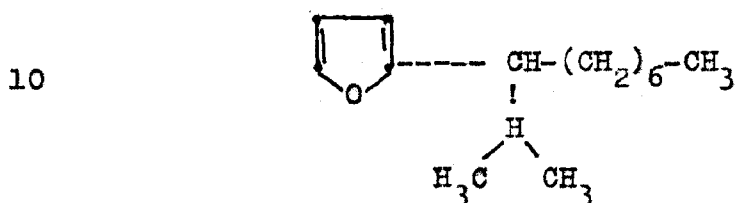


224085

La solución de Grignard a partir de 2,3 grs. de magnesio y 20,7 grs. de alfa-bromo-naftalina en eter se hace reaccionar con 5,7 grs. de furil-(2)-dimetilamino-acetonitrilo como se ha indicado en el Ejemplo 1. La amina de p.eb. $0,2 = 123^{\circ}$ se obtiene con un rendimiento de 5,5 grs.

Ejemplo 24

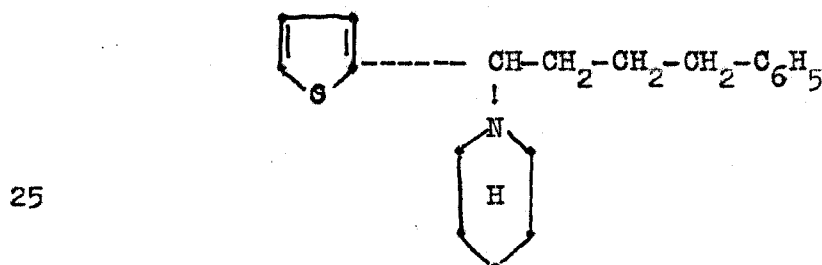
1-furil-(2)-1-dimetilamino-octano



A partir de 2,3 grs. de magnesio y 17,9 grs. de bromuro de n-heptilo, se prepara una solución de Grignard eterea, que en la reacción con 5,6 grs. de furil-(2)-dimetilaminoacetonitrilo según el ejemplo 1, da 6 grs. de la base de p.eb. $0,25 = 80^{\circ}$. en forma de liquido amarillento.

20 Ejemplo 25

1-tienil-(2)-1-piperidil-(1)-4-fenil-butano





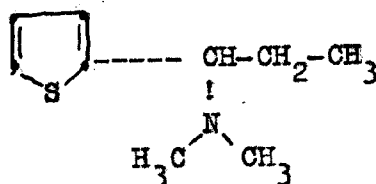
224085

La solución de Grignard obtenida a partir de 3,6 grs. de magnesio y 30 grs. de bromuro de fenilpropilo, se hace reaccionar como en el Ejemplo 1 con 9,8 grs. de tienil-(2)-piperidil-(1)-acetonitrilo. Se obtiene la amina como aceite de p. eb. $0,4 = 182^{\circ}$ en un rendimiento de 9 grs. El hidrocioruro funde a 162° .

Ejemplo 26

1-tienil-(2)-1-dimetilamino-propano

10



15

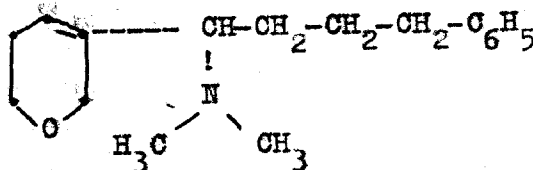
Al compuesto de Grignard obtenido a partir de 2,4 grs. de magnesio y 10,9 grs. de bromuro de etilo se añaden a gotas 5,5 grs. de tienil-(2)-dimetil-amino-acetonitrilo en eter y se trabaja como en el Ejemplo 1. La amina forma un líquido incoloro de p. eb. $0,25 = 47-48^{\circ}$. Rendimiento, 4,5 grs. Hidrocioruro, p. f. 121° .

20

Ejemplo 27

1-7,6-dihidropiradilo-(3)7-1-dimetilamino-4-fenil-butano

25





224085

5,5 grs. de 5,6-dihidropiraniolo-(3)-dime-
tilamino-acetonitrilo se hacen reaccionar con la
solucion de Grignard de 2,3 grs. de magnesio y
19,9 grs. de bromuro de fenilpropilo, en eter, co-
5 mo se ha descrito en el Ejemplo 1. La amina, de
p.eb. $0,2 = 134^{\circ}$, se obtiene en un rendimiento de
6,3 grs. como aceite amarillento, que forma un hi-
drocloruro de p.f. 152° .

Ejemplo 28

10 Metiloyoduro de 1- / 2,5-endometilen-ciclohexen-
(3)-ilo-1-dietilamino-1-fenil-butano

3 grs. de 1- / 2,5-endometilen-ciclohexen-
(3)-ilo-1-dietilamino-1-fenilbutano se disuelven
en 10, c.c. de acetona anhidra, se añaden 2 grs.
15 de yoduro de metilo y se calienta ligeramente du-
rante 4 horas. Durante el calentamiento comienza
a separarse por cristalización la sal, que preci-
pita por adición de algo de eter, P.f. 158° .

20 El metiloyoduro de 1- / 2,5-endometilen-ciclohexen-
(3)-ilo-1-pirrolidil-(1)-fenilmetano

de p.f. $162-163^{\circ}$, así como el

Metiloyoduro de 1-diclohexil-1-dimetilamino-4-fe-
nil-butano, de p.f. $195-196^{\circ}$ se obtienen de la
misma manera.

25 Ejemplo 29

Bencilobromuro de 1-ciclohexil-1-dimetilamino-3-
fenil-propano

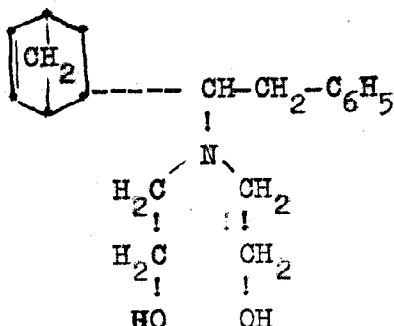


224085

1 gr. de 1-ciclohexil-1-dimetilamino-3-fenil-butano, disuelto en poca acetona, se calienta en baño maria con 3 grs. de bromuro de bencilo. Después de un corto tiempo se solidifica de modo cristalino el contenido del matraz. Se frota la masa con acetona, se aspira y se lava con eter. Se obtienen cristales incoloros de p.f. 188-189g.

Ejemplo 3o

1-2,5-endometilen-ciclohexen-(3)-ilo-1-bis-(beta-oxieti l)-amino-2-fenilo-etano.



Al compuesto de Grignard obtenido a partir de 4,6 grs. de virutas de magnesio y 25,2 grs. de cloruro de bencilo en eter absoluto se añaden a gotas 11,8 grs. de 2,5-endometilen-ciclohexen-(3)-ilo-1-bis-(beta-oxietil)-aminoacetoni-trilo disueltos en 3 c.c. de eter absoluto, se calienta durante 2 horas a reflujo y se descompone el producto de reacción después de enfriar con hielo y acido clorhidrico diluido. La capa de eter se separa y desecha. A la solución acuosa se añade algo



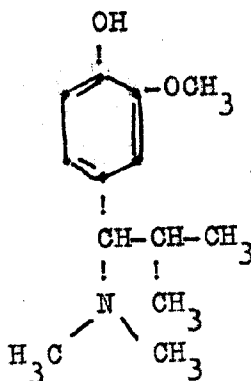
224085

de cloruro de amonio y luego amoniaco hasta reacción
alcalina. El aceite separado se recoge en eter y
se seca mediante sulfato de sodio. Después de ex-
pulsar el eter queda un aceite viscoso amarillen-
to, que para depuración se calienta durante corto
5 tiempo a 0,1 mm. a 130°C. Analisis: N, calc. 4,65,
hall. 4,90%

Ejemplo 31

10 1-(4-oxi-3-metoxi-fenil)-1-dimetilamino-2-metil-
propano

15



Al compuesto de Grignard obtenido a partir
20 de 9,6 grs. de polvo de magnesio y 49,2 grs. de
2-bromopropano, en 300 c.c de eter absoluto, se
añaden con enfriamiento a 12-15°, 27 grs. de
(4-oxi-3-metoxi-fenil)-dimetil-aminoacetoni-trilo
disuelto en 200 c.c. de eter absoluto, con agi-
25 tación, de forma que la temperatura no rebase los
15°. Después de terminada la adición se sigue
agitando durante 1/2 hora más y luego la mezcla

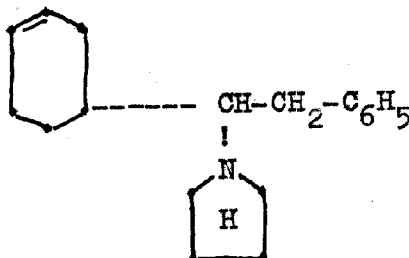


224085

de reacción se descompone por adición de ácido clor-
hidrico al 12% hasta reacción acida. Se separa el
eter, que se desecha, y la solución acuosa acida
se alcaliniza por adición de amoniaco. El aceite
5 que entonces se separa se recibe en eter. Después
de expulsar el disolvente queda un residuo solido,
que después de recristalización desde isopropanol,
da 24,5 grs. de amina incolora de p.f. 101°. El
hidrocloruro funde a 183°.

10 Ejemplo 32

1- / ciclohexen-(3)-ilo / -1-pirrolidino-2-feniletano



19 grs. de ciclohexen-(3)-ilo-pirrolidino-
acetonitrilo (p.eb. 0,6 = 98°) disueltos en 50 c.c.
de eter absoluto, se dejan gotear con agitación en
20 el compuesto de Grignard de 4,6 grs. de magnesio y
25,2 grs. de cloruro de bencilo. Después de calen-
tar una hora a reflujo la mezcla de reacción se
descompone por adición de hielo y ácido clorhidrico
diluido hasta reacción acida. La capa de eter se
25 separa y desecha. Por adición de amoniaco hasta reac-
ción alcalina la solución acida acuosa se alcali-
niza y el aceite separado se extrae con eter. El



224085

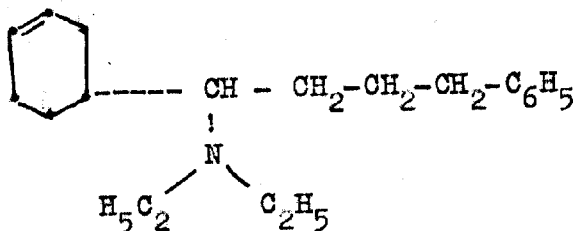
residuo que queda después de la expulsión del eter por evaporación se destila al vacio. Se obtienen 18,3 grs. de amina de p.eb. = 111-112°C.

El hidrocioruro incoloro funde a 178-179°C,

5 Ejemplo 33

1-ciclohexen-(3)-ilo-1-dietilamino-4-fenil-butano

10



15

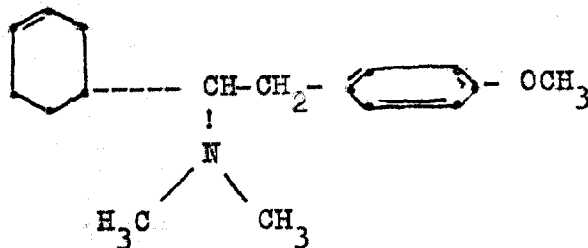
El compuesto de Grignard obtenido a partir de 4,6 grs. de virutas de magnesio y 39,8 grs. de bromuro de alfa-fenilpropilo en 100 c.c. de eter absoluto, se añade a gotas y con agitación a 19,2 grs. de ciclohexen-(3)-ilo-dietilamino-acetonitrilo (p.eb.₁₂ = 116-118°C) disueltos en eter y se sigue tratando como se ha descrito en el Ejemplo 1. Se obtienen 82,5% de la teoria de la amina incolora de p.eb._{0,06} = 134°C.

20

Ejemplo 34

1-ciclohexen-(3)-ilo-1-dimetilamino-2-(4-metoxifenil) etano

25



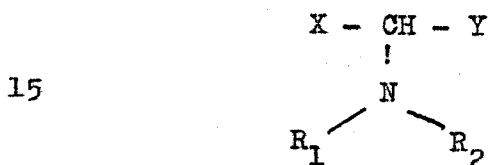


224085

A un compuesto de Grignard preparado en la forma usual a partir de 19 grs. de polvo de magnesio y 40 grs. de bromuro de anisilo en eter, se añaden a gotas con agitación 15 grs. de ciclohexen-(3)-ilo-dimetilamino-acetonitrilo (p.eb.₁₃ = 103°C) en eter, se calienta todavia 1 1/2 horas bajo reflujo y se trabaja como se ha descrito en el Ejemplo 1.

La amina de p.eb._{0,06} = 134°C, se obtiene en un rendimiento de 83% como liquido incoloro.

Además, de acuerdo con el procedimiento arriba descrito, se obtuvo una serie de otras aminas terciarias de la formula general

















En las Tablas siguientes se indican las significaciones de X, R₁, R₂ e Y de estos compuestos, sus datos fisicos, los rendimientos y las indicaciones acerca de la clase de su obtención.




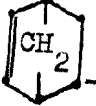

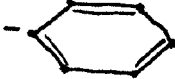




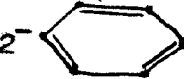





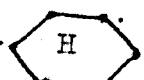


Esta solicitud que corresponde a la presentada en Alemania el 23 de Septiembre de 1954, con el No. T 10.011 IVc/120, se acoge a los beneficios del articulo 51 del vigente Estatuto Ley, sobre propiedad Industrial.



224085

Base p.eb. °C	HCl de la Base p.f. mm	Base oC	Rendimien to	Obtencion
103	0,35	191-192	53	Como en el Eje. 1.
119	0,5	182	63	"
135	0,8	184	50	"
140 - 143	1	183	50	"
153	1	163-164	55	"
146	0,15	146	51	"
165	1	152-153	65	"

H	R ₁	R ₂	Y
	-CH ₃	-CH ₃	
	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₂ - 
	-CH ₃	-CH ₃	-C ₂ H ₄ - 
	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	
	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	-CH ₂ - 
	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₄ - 
	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	-(CH ₂) ₃ - 

X	R ₁	R ₂	X
	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	C ₃ H ₇
	-C ₄ H ₉	-C ₄ H ₉	-(CH ₂) ₃ - 
	-CH ₃	-CH ₂ - 	- 
	-CH ₃	-CH ₂ - 	-CH ₂ - 
	-CH ₃	-CH ₂ - 	1(CH ₂) ₂ - 
	-CH ₃	-CH ₂ - 	-(CH ₂) ₃ - 
	- 	- 	-(CH ₂) ₃ - 

16 E




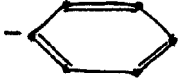


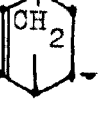





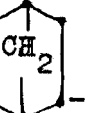


224 085




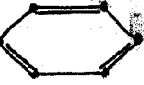



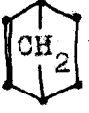


00	Base p. eb. mm	HOL de la Ba so o c p.f	Rendimien to	Obtencion
78	0,15	122	75	Como en el Ej. 1
154- 156	0,6	-	68	"
183	0,6	-	58	"
188	0,9	182-183	45	"
188	0,7	179	46	"
178	0,9	190-192	46	"
205	0,25	-	40	"



224 085

	Base p. eb mm	HCl de la Base °C	Rendimiento	Obtencion
L33	0,6	221	79	Como en el Ej. 1
151-152	0,5	181	70	"
154	0,5	112	57	"
165	0,6	-	58	"
78	0,5	229	55	"
82	0,2	95	91	"
150	0,3	157	70	"

X	R ₁	R ₂	Y
	$-(\text{CH}_2)_4-$		
	$-\text{CH}_2)_4-$	$-\text{CH}_2-$ 	
	$-(\text{CH}_2)_4-$	$-\text{C}_2\text{H}_4-$ 	
	$-(\text{CH}_2)_4-$	$-(\text{CH}_2)_3-$ 	
	$-(\text{CH}_2)_4-$		
	$-(\text{CH}_2)_4-$	$-\text{CH}_2-\text{CH}_3$	
	$-(\text{CH}_2)_5$	$-\text{CH}_2-$ 	




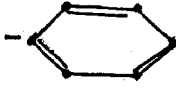


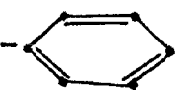


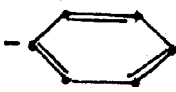
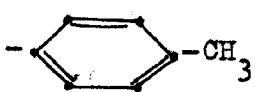
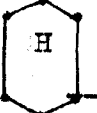

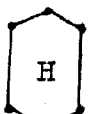


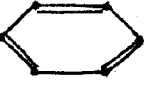
X	R ₁	R ₂	Y
	$-(CH_2)_5-$	$-C_2H_4-$	
	$-(CH_2)_5-$	$-(CH_2)_3-$	
	$-(CH_2)_5-$		
	$-(CH_2)_5$		$-CH_2-OH_3$
	$-(CH_2)_5-$		$-CH_2-CH_2-CH_3$
	$-(CH_2)_5$		$-CH_2-CH_2-CH_2-CH_3$
	$-(CH_2)_5$		$-(CH_2)_6-CH_3$

176 ENL



224085

$^{\circ}\text{C}$	Base p. eb. mm	HCl de la Base $^{\circ}\text{C}$ p.g.	Rendi- miento	Obtencion
152	0,6	144-145	65	Como en el Ej. 1
156	1	174	63	"
60	0,4	162	51	"
102-103	0,5	130-132	88	"
110-112	0,5	132-133	65	"
106	0,1	152-153	87	"
140	0,3	-	75	"

X	R ₁	R ₂	Y
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$		$-\text{CH}_2-\text{CH}-$ 
	$-\text{CH}_3$		
	$-\text{CH}_3$		$-(\text{CH}_2)_3-$ 
	$-\text{CH}_3$		
	$-\text{CH}_3$	$-\text{CH}_3$	$-\text{CH}_2-$ 
	$-\text{CH}_3$	$-\text{CH}_3$	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ 
	$-\text{CH}_3$	$-\text{CH}_3$	$-(\text{CH}_2)_3-$ 

16 EN

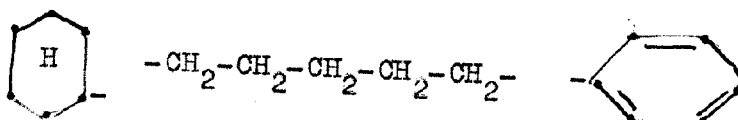
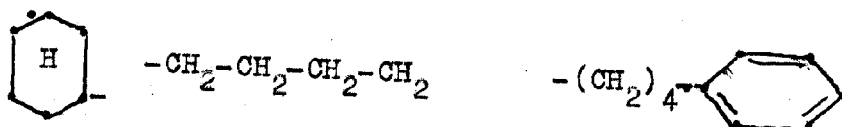
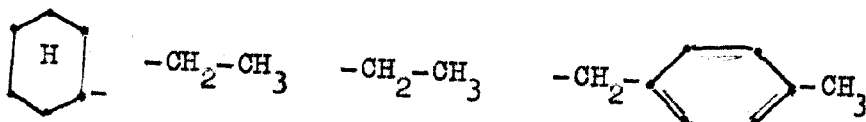
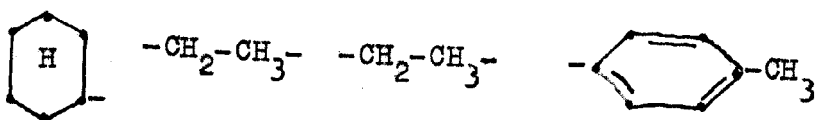
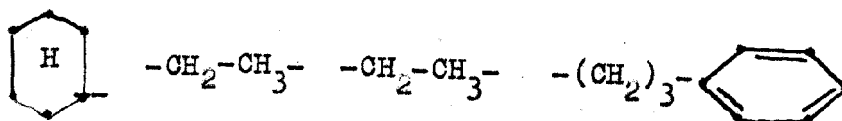
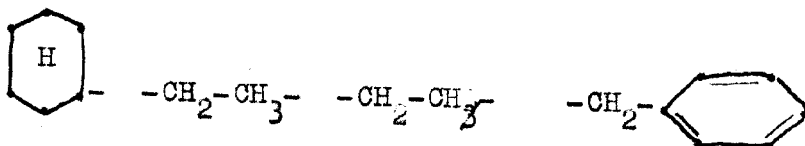
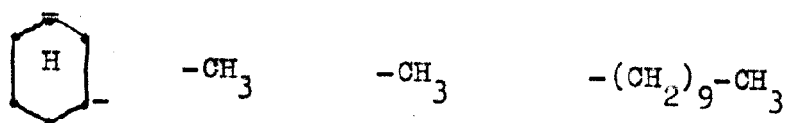


16 ENE. 1950

224383

Base °C p.eb.	mm	HCl de la Base p.f. °C	Rendi- miento % del teor.	Obtencion.
156-	0,3	,-	61	Como en el Ej.
159- 160	0,35	-	68	-"-
180- 183	0,5	-	55	-"-
170- 172	0,2	-	50	-"-
135- 136	0,7	207	81	-"-
142- 143	0,65	169-170	76	-"-
153	0,7 *	152-153	62	-"-

X	R ₁	R ₂	Y
---	----------------	----------------	---








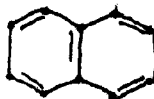








176



224 685

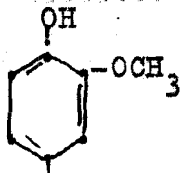
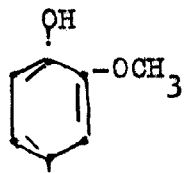

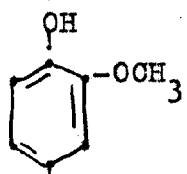

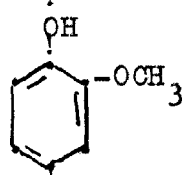
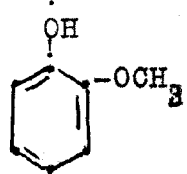

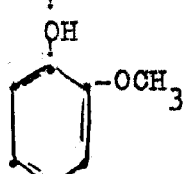

Base p.eb. mm	HCl de la Base °C p.f.	Rendá- miento	Obtencion segun el Ej.	
146- 148	0,4	147-148	72	1
131- 132	0,8	110	53	1
150- 152	0,7	-	56	1
122	0,2	167-169	52	1
135- 137	0,5	140-142	55	1
162	0,2	-	55	1
118- 120	0,9	-	41	1

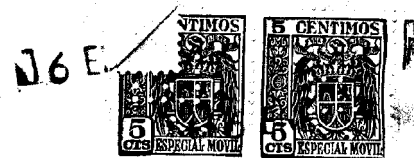
X	R ₁	R ₂	Y
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$	$-\text{CH}_2-$	
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$	
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$	$-(\text{CH}_2)_3-$	
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$		
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$	$-(\text{CH}_2)_3-$	
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$	$-(\text{CH}_2)_3-$	
	$-\text{OCH}_3$ $-\text{CH}_3$	$-\text{CH}_3$	$-(\text{CH}_2)_3-$ 



224085

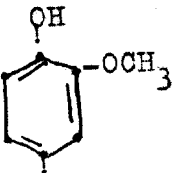

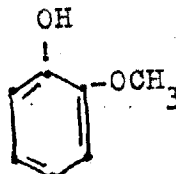

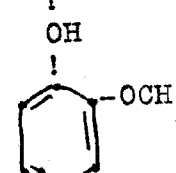

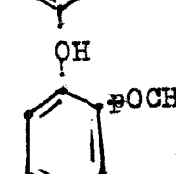
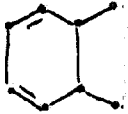
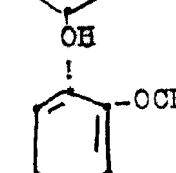

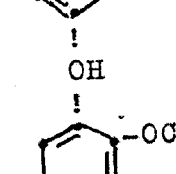
p. Base o. C	p. Sb o. C	mm	HCl de la Base o. C	Rendi- miento % del teor	Obtencion segun el Ejemplo
1- 86	135	0,7	206	39	1
-	160	0,8	178	37	1
-	145	0,1	171	80	1
-	185	0,4	119-121	61	1
-	160- 162	0,5	157-158	40	1
-	170- 172	0,5	196-197	55	1
106 (aus CH ₃ - OH)	-	-	146	45	17

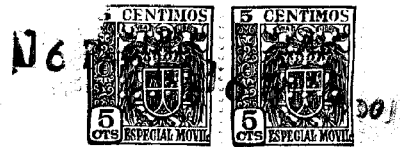
X	R ₁	R ₂	Y
	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₂ -CH ₃
	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₂ -  -CH
	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂	-(CH ₂) ₃ -	
	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -		-CH ₂ -CH ₃
	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂		
	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -		-CH ₂ - 



224085

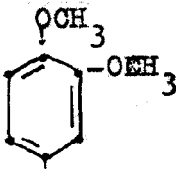

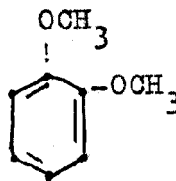

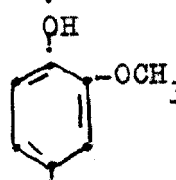

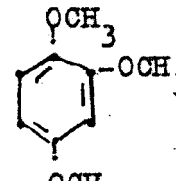
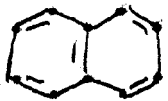
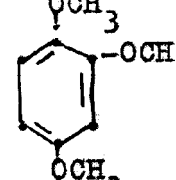

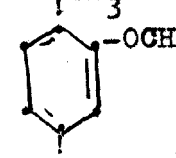
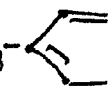
B A S E			HCl de la "Endi-		Obten
p.f.	p. eb	mm	Base	miento	
°C	°C			p.f. °C	% del teor
124 (CH ₃ OH)	110	0,25	160	65	Ej. 17
-	-	-	126	48	Ej. 17
-	-	-	160	65	-"
96	-	-	-	50	-"
-	-	-	207-209	50	-"
141 (desde C ₂ H ₅ OH)	-	-	165	70	-"

X	R ₁	R ₂	Y
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$	
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$		$-(\text{CH}_2)_3-$ 
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$		$-(\text{CH}_2)_4-$ 
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$		
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$		
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$		$-\text{CH}_2-\text{CH}_3$



224085

p.f. °C	Base °C	p.eb. mm	HCl de la base p.f. °C	Rendi- miento % del teor	Obtencion
111 (desde C_2H_5- OH) ⁵	-	-	186	60	Ej. 17
103- 104	-	-	120	50	-"
113- 114 (desde C_2H_5- OH) ⁵	-	-	-	46	-"
160	-	-	172(z)	80	-"
-	140- 145	0,4	-	47	Ej. 1
118	-	-	174	51	Ej. 17

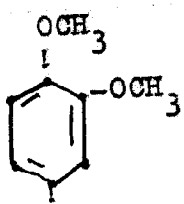

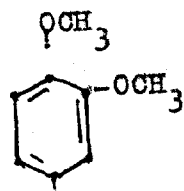
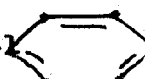
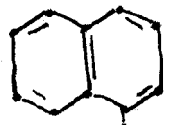
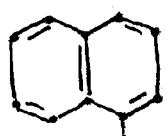

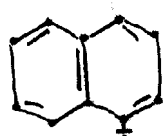

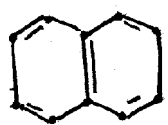

X	R ₁	R ₂	Y
	-CH ₃	-CH ₃	
	-CH ₃	-CH ₃	-(CH ₂) ₃ - 
	-CH ₃	-CH ₃	- 
	-CH ₃	-CH ₃	
	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₂ -  -CH ₃
	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -	-(CH ₂) ₃ -	

16 EN



224085

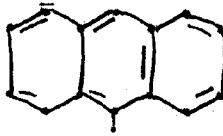









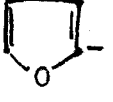



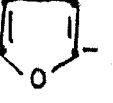

p.f. °C	Base p.eb. °C	mm	HCl de la Base p.f. °C	Rendimiento % del teor.	Obtencion
-	-	-	110	90	Ej. 17
-	166-168	0,1	146-148	85	-"
-	118-120	0,4	-	72	Ej. 19
-	98-100 (desde C ₂ H ₅ OH)	-	-	69	Ej. 17
-	156	0,3	-	52	Ej. 19
-	215	0,6	-	81	Ej. 19

X	R_1	R_2	Y
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$		
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$	$-(\text{CH}_2)_3-$	
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_3-$	$-\text{CH}_2-\text{CH}_3$	$-\text{CH}_2-\text{CH}_3-$
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$		
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$	
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$	$-(\text{CH}_2)_3-$	

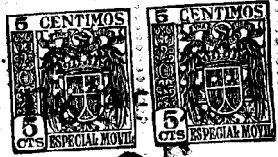


224085

p.f. °C	Base p.f. °C	mm	HCl de la base p.f. °C	Rendi- miento % del teor.	Obtencion
82	-	-	137	56	Ej. 17
-	-	-	158	66	-"-
-	117	0,2	-	63	Ej. 20
-	157- 158	0,1	-	49	-"-
-	207	0,4	-	47	-"-
-	187	0,2	-	62	-"-

















X	R ₁	R ₂	Y
	$-\text{CH}_2-\overset{\text{H}}{\text{C}}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$	$-(\text{CH}_2)_3-$	
	$-\text{CH}_3$	$-\text{CH}_3$	
	$-\text{CH}_3$	$-\text{CH}_3$	$-(\text{CH}_2)_3-$ 
	$-\text{CH}_3$	$-\text{CH}_3$	$-(\text{CH}_2)_4-$ 
	$-\text{CH}_3$	$-\text{CH}_3$	
	$-\text{CH}_3$	$-\text{CH}_3$	$-\text{CH}_2-\underset{\text{CH}_2}{\text{CH}}-$ 
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_3$	$-\text{CH}_2-\text{CH}_3$	$-(\text{CH}_2)_3-$ 
	$-\text{C}_4\text{H}_9$	$-\text{C}_4\text{H}_9$	$-\text{CH}_2-$ 

176 Enc.



224085

Base p.f. °C	mm	HCl de la Base °C p.f.	Rendi- miento % del teor.	Obtencion
-	-	130	50	Ej. 21
89	0,4	-	45	Ej. 1
145	0,7	136	62	"
112 114	0,15	-	51	"
85	0,15	-	66	"
96- 97	0,2	148-149	66	"
142	0,7	-	90	"
145	0,3	-	51	"







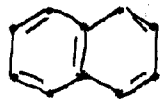




X	R ₁	R ₂	Y
	-C ₄ H ₉	-C ₄ H ₉	-(CH ₂) ₃ - 
	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -		- 
	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -		-(CH ₂) ₃ - 
	-CH ₃	-CH ₃	- 
	-CH ₃	-CH ₃	-(CH ₂) ₃ - 
	-CH ₃	-CH ₃	-CH ₂ -CH(CH ₃) 
	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -		- 
	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -		-(CH ₂) ₃ - 

116 EN



224085

Base °C	p.eb. mm	HCl de la Base °C p.f.	Rendi- miento % del teor.	Obtencion
162	0,3	-	46	Ej. II
125	0,3	-	67	-"-
149	0,3	151	64	-"-
93- 94	0,2	-	80	-"-
149	0,5	110	61	-"-
120	0,2	-	61	-"-
-	-	211	62	-"-
175	0,2	120	59	-"-

X	R ₁	R ₂	Y
	$-\text{CH}_2-\overset{\text{H}}{\text{C}}\text{H}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$		$-\text{CH}_2-\overset{\text{H}}{\text{C}}\text{H}_3$
	$-\text{CH}_3$	$-\text{CH}_3$	
	$-\text{CH}_3$	$-\text{CH}_3$	$-\text{CH}_2-\overset{\text{H}}{\text{C}}\text{H}_3$
	$-\text{CH}_3$	$-\text{CH}_3$	$-(\text{CH}_2)_6-\overset{\text{H}}{\text{C}}\text{H}_3$
	$-\text{CH}_3$	$-\text{CH}_3$	
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$		
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2^9$		

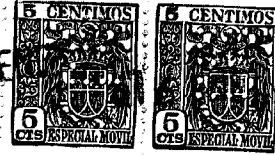


224085

Base p.eb. °C	mm	HCl de la Base °C p.f.	Rendi- miento % del teor.	Obtencion
88-90	0,25	-	95	Ej. 1
110	0,2	232	70	-"-
50	0,4	-	63	-"-
101	0,2	-	68	-"-
157-158	0,4	-	65	-"-
153+156	0,4	-	60	-"-
138-139	0,5	-	50	-"-

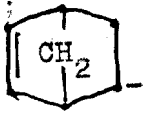
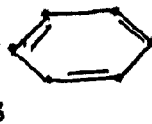
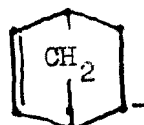



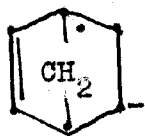
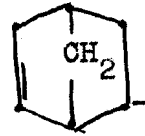
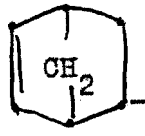
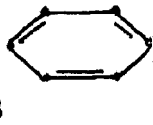
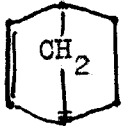

X	R ₁	R ₂	Y
	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -		-CH ₂ -
	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -		-CH ₂ -
	-CH ₂ -CH ₂ -O-CH ₂ -CH ₂ -		-(CH ₂) ₃ -
	-CH ₂ -CH ₂ -O-CH ₂ -CH ₂ -		-(CH ₂) ₃ -
	-CH ₃ -CH ₂ -CH ₂ -OH		-CH ₂ -

116 E

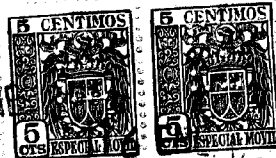


224085

Base p.f. °C	mm.	HCl de la Base °C p.f.	Rendi- miento % del teor.	Obtencion
142-143°	0,3	212	61	Como en el Ej. 1
170-172	0,9	-	65	-"-
165-166	0,3	-	55	-"-
166-167	0,35	-	50	-"-
137-138	0,1	-	60	-"-




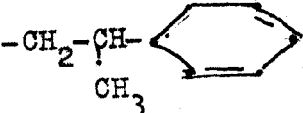

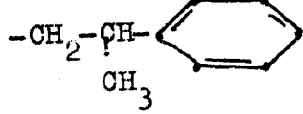

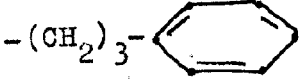

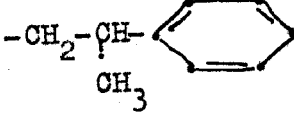

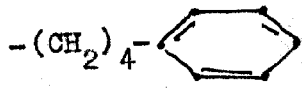

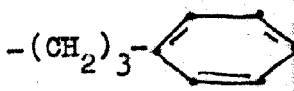
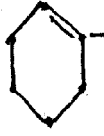
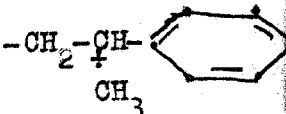
X	R ₁	R ₂	Y
	CH ₃ -	CH ₃ -	-CH ₂ - 
	CH ₃ -CH ₂ -	CH ₃ -CH ₂ -	-CH ₂ - 
	CH ₃ -	OH-CH ₂ -CH ₂ -	-(CH ₂) ₃ - 
	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -	-CH ₂ -CH-CH ₃ CH ₃	
	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -	-(CH ₂) ₇ -CH ₃	
	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -	-CH ₂ - 	
	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -	-(CH ₂) ₄ - 	

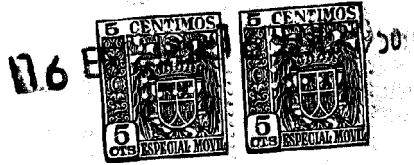
76 EN



224085

$^{\circ}\text{C}$	Base p.eb. mm	Hidrocloruro de la base, p.f. $^{\circ}\text{C}$	Rendimiento % del teor	Obtencion como en el Ej.
118	0,4	180	65	1
121	0,1	-	61	1
160-162	0,15	-	80	1
123	0,5	155-157 (Z)	60	1
145	0,8	151	70	1
162	0,5	-	78	1
198	0,7	-	56	1

X	R ₁	R ₂	Y
	CH ₃ -	CH ₃ -	
	-CH ₃ -	-CH ₃ -	
	CH ₃ -CH ₂ -	CH ₃ -CH ₂ -	
	CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -		
	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -		
	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -		
	CH ₃ -CH ₂ -	CH ₃ -CH ₂ -	
	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -		

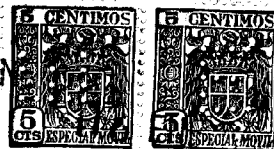


224085

p. eb. C	B a s e mm	Hidrócloru- ro de la ba se p. f. o c	Rendi- miento % del teor.	Obtencion como en el E1.
113-114	0,65	242-243	62	1
99	0,03	135-137	66	1
134	0,25	-	62	1
123	0,06	134-135	70	1
155	0,7	210	67	1
126-127	0,04	153-154	52	1
157-158	0,6	-	67	1
138-140	0,3	-	73	1

X	R ₁	R ₂	Y
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$	$-\text{CH}_2-\underset{\text{CH}_3}{\text{CH}}-$	
	$-\text{CH}_3-$	CH_3-	$-\text{CH}_2-$
	$-\text{CH}_3-$	CH_3-	$-(\text{CH}_2)_3-$
	$-\text{CH}_3-$	CH_3-	$-\text{CH}_2-\underset{\text{CH}_3}{\text{CH}}-$
	CH_3-	$-\text{CH}_3-$	$-\text{CH}_2-$ $-\text{OCH}_3$
	CH_3-CH_2-	CH_3-CH_2-	$-(\text{CH}_2)_3-$
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$	$-(\text{CH}_2)_3-$	

U6 E



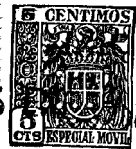
224085

Y

p.eb. °C	B a s e mm.	Hidrocloru- ro de la ba se p.f. °C	Rendi- miento % del teor.	Obtencion como en el Ej.
86+87	0,4	-	71	1
95	0,2	190	61	1
115	0,1	138	78	1
103-104	0,1	151	55	1
118	0,04	135	83	1
134	0,06	-	82	1
123	0,08	142-143	74	1

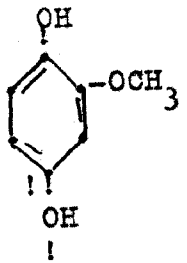
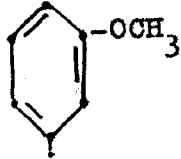
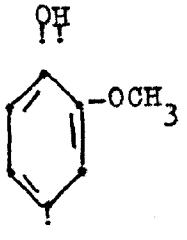

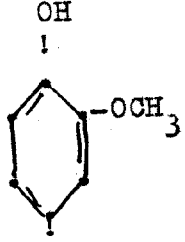

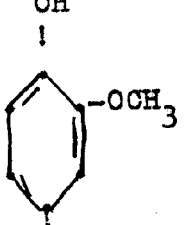

X	R ₁	R ₂	Y
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$		$-\text{CH}_2-$
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$		$-(\text{CH}_2)_3-$
	CH_3-	CH_3-	$-\text{CH}_2-$
	CH_3-CH_2-	CH_3-CH_2-	$-(\text{CH}_2)_3-$
	CH_3-CH_2-	CH_3-CH_2-	$-\text{CH}_2-$
	$-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$		$-(\text{CH}_2)_3-$
	CH_3-	CH_3-	$-(\text{CH}_2)_2-$

16 ENERO 1965



224085

Base p.eb. mm	Hidrocloru- ro de la ba se p.f. °C	Rendi- miento % del teor. el Ej.	Obtencion como en el Ej.	
120	0,1	218	60	1
134-135	0,06	123	64	1
105	0,25	189	54	1
142	0,7	-	30	1
116	0,25	-	67	1
154	0,5	156-157	56	8
134	0,4	168	73	1

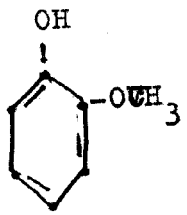
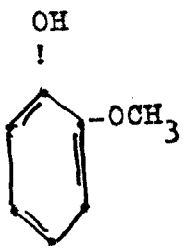
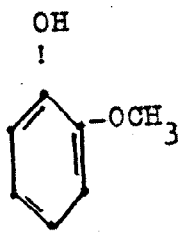
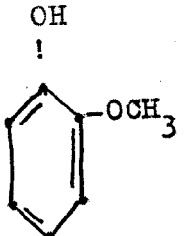
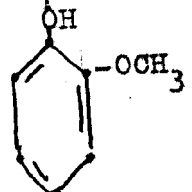
X	R ₁	R ₂	Y
	CH ₃ -	CH ₃ -	-(CH ₂) ₂ -CH ₃
	CH ₃ -	CH ₃ -	-(CH ₂) ₆ -CH ₃
	CH ₃ -	CH ₃ -	-CH ₂ - 
	CH ₃ -	CH ₃ -	-  -CH ₃
	CH ₃ -	CH ₃ -	-  -OCH ₃

116



224085

Base p.f.	°C	Hidrocloru ro de la ba se p.f. °C	Rendi- miento % del teor.	Obten- cion en el Ej.
98 desde CH ₃ - OH ₃	-	-	54	17
56 desde CH ₃ -OH) dil.		130	53	17
125(frotado con eter de petroleo		-	63	17
92-94(desde CH ₃ -OH) dil.		192	67	17
-		142	63	17

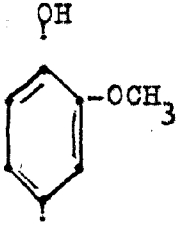

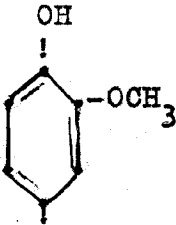

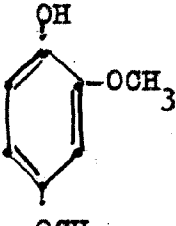


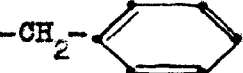
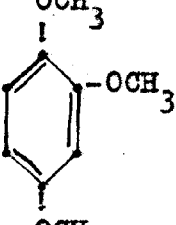

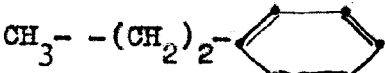
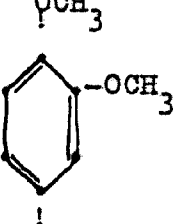

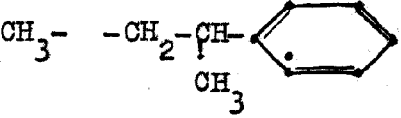
X	R ₁	R ₂	Y
	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -		-CH ₂ -CH ₃
	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -		-CH ₃
	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -		-(CH ₂) ₂ -CH ₃
	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -		-(CH ₂) ₆ -CH ₃
	-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -		-CH-CH ₃ CH ₃

16



224085

Base p.ef. O_C	Hidrocloru ro de la ba se p.f. O_C	Rendi- miento % del teor.	Obtemion como en el Ej.
96 (desde $\text{CH}_3\text{-OH}$)	-	52	17
-	170	78	17
99 (desde $\text{CH}_3\text{-OH}$) dil.	-	70	17
68 (desde $\text{C}_2\text{H}_5\text{-}$ OH)	144	58	17
-	118	50	17

X	R ₁	R ₂	Y
			
			
			
			
			

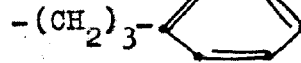
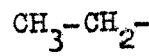
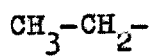
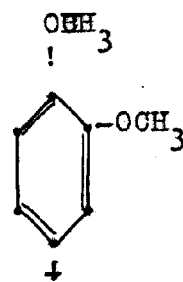
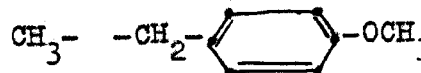
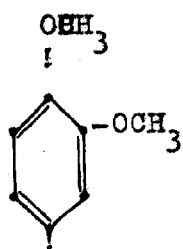
116

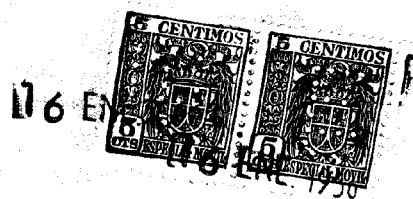


224085

Base p.f. p.f.	p.f. °C	mm	Hidroclo ruro de la base p.f.°C	Rendi- miento % del teor	Obtencion como en el Ej.
78 (desde CH ₃ - OH)	-	-	175	67	17
-	-	-	182	64	17
-	151	0,1	192	73	1
-	165	0,2	-	51	1
-	165	0,2	213	70	1

X	R ₁	R ₂	Y
---	----------------	----------------	---



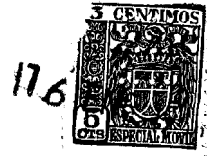


224085

Base °C	p.eb. mm.	Hidrocloruro de la base p.f. °C	Rendi- miento % del teor.	Obtencion como en el Ej.
------------	--------------	---------------------------------------	---------------------------------	--------------------------------

173	0,15	-	,95	1
-----	------	---	-----	---

168	0,05	138	66	1
-----	------	-----	----	---

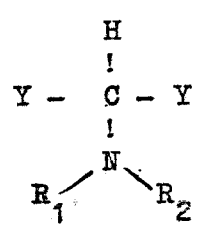


224085

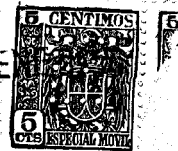
- N O T A -

10 Los puntos de invencion propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invencion en España, por VEINTE años, son los siguientes:

15 1.- Un procedimiento para la fabricacion de aminas terciarias de la formula general:



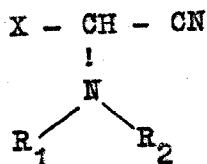
20 donde X significa radicales 2,5-endometilen-ciclohexen-(3)-ilo, ciclohexilo, ciclohexenilo, 4-oxi-3-metoxifenilo-, 3,4-dimetoxifenilo, naftilo, antranilo, furilo, tienilo, o un radical 5-6-dihidropirani-
25 lo, y R₁ y R₂ significan un grupo alcohol, oxialcohol, cicloalcohol, arilo o aralcohol, pudiendo ser R₁ y R₂ los mismos o diferentes o tambien formar junto con N un anillo heterociclico que eventualmente con-



16 E

224085

5 tiene otro heteroatomo, por ejemplo, el anillo pirrolidinico, piperidinico, o morfolinico, e Y representa un grupo alcoholilo, cicloalcoholilo, arilo o aralcoholilo, pudiendo estar los grupos arilicos y aralcoholilicos sustituidos, caracterizado porque aminoacetnitrilos alfa-terciarias de la formula



10 se hacen reaccionar con halogenuros organomagnesicos de la formula $Y - Mg - Hal$, donde X R_1 R_2 e Y tienen la significación arriba indicada, en presencia de disolventes y, eventualmente, los productos de reacción obtenidos se transforman en forma en si conocida en

15 compuestos de amonio cuaternarios.

2.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1, caracterizado porque como disolvente se emplea eter, benzol, o benzol/tetrahidrofurano.

20 3.- Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1 y 2, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo a la temperatura de ebullición del disolvente empleado.

4.- Un procedimiento para la fabricación de aminas terciarias.

25 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de cincuenta y una hojas, escritas por una sola cara.

Madrid, 16 ENE 1958

P. A.
Alberto de Elzaburo
Por Poder