



Ausgegeben am 25. Feber 1953

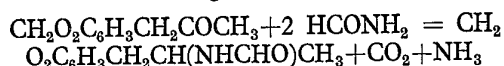
DIPL. ING. DR. PHIL. AUGUST CHWALA IN WIEN

Verfahren zur Herstellung von 3,4-Methylenedioxy-1-β-Aminopropylbenzol

Angemeldet am 26. Jänner 1950. — Beginn der Patentdauer: 15. August 1952.

Es ist bekannt 3,4-Methylenedioxybenzylmethylketon nach der Methode von LEUCKART in β-3,4-Methylenedioxy-1-β-amino-propylbenzol (Safrylamin) überzuführen (C. 1943, II, S. 714).  
5 Zu diesem Zweck wird das genannte Keton mit überschüssigem Ammoniumformiat längere Zeit auf 160—165° C erhitzt, wobei Wasser überdestilliert und schließlich mit Salzsäure verseift. Ausbeute: 20% der Theorie.

10 Nach dem anmeldungsgemäßen Verfahren wird das Keton mit Formamid, dem bis zu 20% seines Gewichtes an Wasser und bis zu 5% Essigsäure zugesetzt worden sind, vier bis fünf Stunden unter Rückfluß auf eine Ölbadtemperatur von 150° C  
15 erhitzt. Dabei vollzieht sich die Umwandlung des Ketons nach folgender Gleichung:



Die gebildete Formylverbindung wird in der  
20 üblichen Weise isoliert und das Amin daraus durch Verseifung in ausgezeichneter Ausbeute erhalten. Die Zusätze Wasser und Essigsäure wirken während der gesamten Reaktionsdauer, da sie nicht abdestillieren, regelnd auf die Umsetzung, wobei  
25 die Reaktionstemperatur nicht über 150° C steigt; im gleichen Sinne wirkt die kürzere Kochdauer. Durch diese Maßnahmen wird unter Verringerung nichtbasischer Harze die Ausbeute an Safrylamin auf mehr als das Dreifache der Ausbeute des  
30 eingangs erwähnten Verfahrens gesteigert.

Das Safrylamin soll zur Herstellung von Arzneimitteln dienen.

Ausführungsbeispiel:

4.0 Teile 3,4-Methylenedioxybenzylmethylketon  
11 Teile Formamid 35  
0.2 Teile Eisessig  
2 Teile Wasser

werden vier bis fünf Stunden in einem Ölbad von 150° C erhitzt. Das überschüssige Formamid wird dann im Vacuum von 11 mm abdestilliert  
40 und der Rückstand zur Verseifung der Formylverbindung mit einer Lösung von 6 Teilen Ätzkali in 20 Teilen Alkohol und 5 Teilen Wasser 20 Minuten unter Rückfluß gekocht, mit wässriger Salzsäure kräftig angesäuert, der Alkohol aus dem  
45 Wasserbad abdestilliert, der Rückstand mit Wasser verdünnt und die saure Lösung von den nicht-basischen Bestandteilen durch Filtration unter Zusatz von etwas Kohle befreit. Durch Fällung mit Lauge, Ausäthern desamins und Isolierung  
50 desselben in der üblichen Weise erhält man 2.8 Teile Amin (70% der Theorie).

PATENTANSPRUCH:

Verfahren zur Herstellung von 3,4-Methylenedioxy-1-β-aminopropylbenzol durch Umsetzung  
55 von 3,4-Methylenedioxybenzylmethylketon mit überschüssigem Formamid, bei erhöhten Temperaturen und Verseifung der erhaltenen Formylverbindung, dadurch gekennzeichnet, daß dem Formamid bis zu 20% Wasser und bis zu 5% Eisessig während der Formylierung zugesetzt werden  
60 und die Erhitzung auf höchstens 150° C, bei einer Maximaldauer von fünf Stunden, erfolgt.