Zeitschrift: Archives des sciences [1948-1980]
Herausgeber: Société de Physique et d'Histoire Naturelle de Genève
Band: 11 (1958)
Heft: 2

Artikel: Sur un procédé de synthèse de l'-phényl-propylamine
Autor: Gold-Aubert, Ph.
DOI: https://doi.org/10.5169/seals-738814

Nutzungsbedingungen
Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation
L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use
The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 07.01.2026

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

Supposons n égal dans les deux cas; la différence des deux symboles est

$$1\,R_1 + (2\,n - 1)\,C_1 - 1\,C_3.$$

Les différences de simplicité et d'exactitude sont toutes deux $2n - 1$ en faveur de la conchoïde. Cela tient essentiellement au fait que, dans le cas conchoïdal, il n'y a pas de corde à mesurer; on reporte une constante, le paramètre.

4. — Examinons enfin le comportement psychologique du dessinateur. Lorsqu'il trace la conchoïde «au mieux, en se laissant guider par le sentiment de la continuité», il n'est pas influencé par la condition de vérification; finalement, le tracé du cercle détermine deux points de la tangente et la condition de vérification de celle-ci, passer par A, joue en plein.

Au contraire, dans la seconde construction, la vérification ne porte pas sur la tangente, mais sur la courbe d'erreur; en la traçant, le dessinateur est tenté de faire passer la seconde branche de la courbe par l'intersection de d avec la première; son indépendance d'esprit est limitée et peut-être la vérification est-elle moins sûre de ce fait.

Ph. Gold-Aubert. — *Sur un procédé de synthèse de l'α-phényl-propylamine.*

Afin de préparer l'α-phényl-propylamine en grande quantité, comme matière première pour des synthèses nouvelles, nous avons réduit comme l'indique Billon [1] l'oxime de la propiophénone par le sodium et l'alcool (méthode de Bouveault). Notre façon de procéder a permis de diminuer progressivement la quantité de sodium préconisée de 6 fois à 4,4 fois la quantité théorique. Dans un ballon de 2 l pourvu de trois réfrigérants, nous introduisons 30 g d'oxime, 600 ml d'alcool isopropylique et 100 ml d'alcool éthylique absolu et, en une seule fois, 80 g de sodium. La réaction est intense après 10 minutes. L'emballement terminé, nous chauffons 6 heures jusqu'à disparition du sodium, puis ajoutons de l'eau jusqu'à solution claire, avec

agitation. On distille ensuite l'alcool qu'on recueille sur 50 ml d'HCl concentré pour récupérer l'amine entraînée par la vapeur. On redistille ensuite l'alcool et réunit le résidu dissous dans un peu d'eau, à la masse aqueuse. On extrait toute la solution alcaline par l'éther, qu'on sèche, puis distille. L'amine passe ensuite par distillation à 85-87° (20 Torr). Rendement 80% (22 g).

Si cette méthode présente un rendement excellent, elle nécessite une grande manutention. Pour obtenir une quantité de 20 g d'amine seulement, il faut 700 ml d'alcools et un ballon d'au moins 2000 ml, soit 100 fois le volume de l'amine obtenue. Pour préparer quelques centaines de grammes, il faut donc, soit répéter l'opération qui est longue, soit travailler dans de grands récipients, ce qui est dangereux à cause de l'énorme excès d'hydrogène qui se dégage.

L'hydrogénation de l'oxime par voie catalytique, soit par le palladium (5% sur charbon) et l'hydrogène à l'autoclave, soit par l'oxyde de platine selon Adams, dans un appareil à hydrogénation, nous a permis d'obtenir avec des rendements de l'ordre de 50% l'α-phénylpropylamine : A partir, par exemple, de 15 g d'oxime dans 100 ml d'acide acétique glacial et 100 mg de PtO_2, nous avons obtenu 7 g d'amine. Mais là encore, pour obtenir de grandes quantités, il faut un appareillage important, ou répéter de nombreuses fois une longue opération.

La réduction de l'oxime de la propiophénone par le zinc et l'acide chlorhydrique en dissolution hydro-alcoolique, conduit à l'amine avec d'assez bons rendements. Par exemple, 1,5 g d'oxime dans 30 ml d'éthanol à 95% sont additionnés de 6 g de Zn, de 20 ml de HCl concentré et de 20 ml d'eau. On chauffe à reflux deux jours avec agitation, puis filtre l'excès de zinc, distille l'alcool, extrait l'oxime résiduelle par l'éther, alcalinise jusqu'à redissolution de ZnO par NaOH, refroidit, extrait l'amine à l'éther, sèche et distille. On a obtenu 1,05 g d'amine (70%). Mais les opérations sont nombreuses et longues et le zinc nécessaire est en grand excès.

Notre attention a été attirée alors par une méthode que préconise Ingesoll [2] pour réduire l'acétophénone en phényléthylamine. Nous l'avons adaptée à la préparation de l'α-phényl-

propylamine par réduction de la propiophénone. Le processus se déroule comme suit:

$$1)\quad \begin{matrix} C_6H_5 \\ C_2H_5 \end{matrix}\!\!>C = O + 2\,H - COONH_4 \;\dashrightarrow\; \begin{matrix} C_6H_5 \\ C_2H_5 \end{matrix}\!\!>CH - NH - CHO + 2\,H_2O + NH_3 + CO_2$$

$$2)\quad \begin{matrix} C_6H_5 \\ C_2H_5 \end{matrix}\!\!>CH - NH - CHO + H_2O + HCl \;\dashrightarrow\; \begin{matrix} C_6H_5 \\ C_2H_5 \end{matrix}\!\!>CH - NH_2\,.\,HCl + H - COOH$$

$$3)\quad \begin{matrix} C_6H_5 \\ C_2H_5 \end{matrix}\!\!>CH - NH_2\,.\,HCl + NaOH \;\dashrightarrow\; \begin{matrix} C_6H_5 \\ C_2H_4 \end{matrix}\!\!>CH - NH_2 + NaCl + H_2O$$

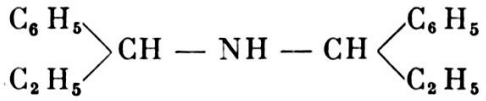
On fond 2 moles (125 g) de formiate d'ammonium dans un ballon à distiller de 500 ml pourvu d'un thermomètre plongeant au fond et d'un thermomètre au niveau de la tubulure latérale. On verse 0,7 mole (94 g) de propiophénone. La masse cristalline formée est chauffée doucement jusqu'à 150° en 3 heures (température interne). Le distillat passe à 112°, puis à 120° après 30 minutes. La couche inférieure diminue peu à peu et après trois heures et demie, il ne reste plus qu'une seule phase claire, distillant à 140°, cependant que la température de la masse atteint 165°.

On hydrolyse alors selon (2) la formamide en chauffant 1 heure la masse avec 75 ml d'HCl concentré (petite flamme), puis on extrait 4 fois avec 25 ml de benzène.

La phase aqueuse jaune-claire est alcalinisée par 62 g de NaOH dans 125 ml d'eau, puis on entraîne à la vapeur (3 l d'eau environ) extrait 6 fois au benzène le distillat, sèche sur NaOH, Na_2SO_4, NaOH, distille le benzène et l'amine qui passe à 92° (20 Torr). Nous avons obtenu 42 g d'amine, soit 47% de rendement.

Le résidu du ballon de distillation ci-dessus est repris 3 fois par l'éther. On lave ensuite l'éther avec de l'eau, puis reprend

par HCl la solution éthérée. Après lavage de la solution chlorhydrique 2 fois par l'éther, on alcalinise par NaOH et extrait la base libérée par l'éther. Par distillation sous vide une amine passe à 170-180° (15 Torr). On en obtient 5 g (10 %). Cette substance provient d'une réaction secondaire. L'analyse montre qu'il s'agit de l'amine secondaire, la di-(α-phényl-propyl)-amine



dont le chlorhydrate fond à 258°.

Analyse:

$C_{18}H_{23}N$	Calculé	N 5,53%
(253)	Trouvé	N 5,45%

Si ce procédé ne donne que 50% environ de rendement en α-phényl-propylamine, il est pratique et permet d'obtenir au laboratoire et rapidement de grandes quantités d'amine.

SUMMARY.

α-phényl-propylamine can be prepared from propiophenone by different methods. Although the Bouveault method of reduction of the oxime by sodium and alcohol gives high yields of the amine, large quantities of sodium which is difficult to handle are necessary. The catalytic reductions were not completely satisfactory, nor was the reduction by zinc and hydrochloric acid which is long and requires a large excess of reagents. We have developed a reduction method in which the formamide of α-phenyl-propylamine is formed. This is then hydrolyzed in an acid medium. The yield with this process is about 50%, and the simple, rapid handling allows it to be used for large quantities with safety.

Université de Genève.
Laboratoire de Thérapeutique expérimentale.

BIBLIOGRAPHIE

1. BILLON, P., *C. R. hebd. Séances Acad. Sci.*, *179*, 1054 (1924).
2. INGESOLL, R., *Org. Synth.*, II, 457 (éd. française).