

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

Egz. SŁUŻBOWY
OPIS PATENTOWY **66774**

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 01.XII.1969 (P 137 224)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 15.V.1973

Kl. 12o,5/09

MKP C07c 43/04

UKD

Współtwórcy wynalazku: Ryszard Pakuła, Halina Poślińska, Lucyna Polaczek, Danuta Krementowska, Stanisław Jasielski

Właściciel patentu: Instytut Farmaceutyczny, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania 1-metoksy-1, 2-dwuacetoksyetanu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania 1-metoksy-1,2-dwuacetoksyetanu, który może stanowić produkt pośredni np. w produkcji seryny. Jest to związek nowy, nie opisany dotąd w literaturze.

Z opisu patentowego NRF nr 1213416 znany jest sposób wytwarzania 1-alkoksy-1,2-dwuacetoksyetanu z 1-alkoksy-1,2-dwubromoetanu przez wymianę bromu w tym związku na grupy acetoksy w wyniku ogrzewania go w mieszaninie bezwodnika octowego i bezwodnego octanu sodowego. Stosowano również jako produkty wyjściowe pochodne 1-alkoksy-1-chloroetanu, które jednak najpierw przeprowadzono w pochodne 1-alkoksy-1,2-dwubromoetanu i dopiero te pochodne przerabiano jak wyżej [również Chem. Ber. 98, 1673 — 1676 (1965)]. W ten sposób otrzymano jednak wyłącznie pochodne, w których reszta alkoksy zawierała 2 i więcej atomów węgla.

Nieoczekiwanie okazało się, że nowy związek 1-metoksy-1,2-dwuacetoksyetan można otrzymać bezpośrednio z łatwo dostępnego 1-metoksy-1,2-dwuchloroetanu, bez konieczności wymiany chloru na brom, przy czym uzyskuje się produkt z wysoką wydajnością i o wysokim stopniu czystości.

Sposobem według wynalazku 1-metoksy-1,2-dwuchloroetan rozpuszcza się w mieszaninie bezwodnika kwasu octowego i bezwodnego octanu metalu alkalicznego lub metalu ziem alkalicznych i roz-
twór ogrzewa się w ciągu około 10 godzin, korzy-

2

stnie w temperaturze wrzenia mieszaniny. Następnie mieszaninę poreakcyjną oziębia się, odsącza wytrącony osad chlorku, a przesącz rozdestylowuje się pod zmniejszonym ciśnieniem.

5 Zamiast mieszaniny bezwodnika kwasu octowego i octanu metalu alkalicznego można korzystnie stosować mieszaninę bezwodnika kwasu octowego, kwasu octowego i bezwodnego węglanu metalu alkalicznego lub metali ziem alkalicznych.

10 Przykład I. Do kolby o pojemności 1 l zaopatrzonej w mieszałkę mechaniczną, termometr, chłodnicę zwrotną i wkraplacz dodano 400 ml bezwodnika kwasu octowego i 120 ml kwasu octowego a następnie, przy mieszaniu wprowadzono stopniowo (pienienie roztworu) 108 g bezwodnego węglanu sodowego. Temperatura wzrasta do około 60°C. Następnie wprowadzono w ciągu 15 minut 128 g 1-metoksy-1,2-dwuchloroetanu i całość ogrzewano w ciągu 10 godzin w temperaturze wrzenia mieszaniny reakcyjnej (około 130°C). Po ochłodzeniu mieszaniny poreakcyjnej odsączono chlorek sodowy i przemyto go 200 ml bezwodnika kwasu octowego. Z otrzymanego przesączu i przemywek oddestylowano przy ciśnieniu 80 mm Hg bezwodnik i kwas octowy o temperaturze do 125°C, a następnie zebrano frakcję właściwą w temperaturze 125 — 137°C. Otrzymano 141 g 1-metoksy-1,2-dwu-
25 acetoksyetanu o czystości 99% i refrakcji $n_D^{20} = 1,4178$, co stanowi 60% wydajności teoretycznej.
30

Przykład II. W kolbie o pojemności 1 l umieszczono 300 ml bezwodnika kwasu octowego, 200 g bezwodnego octanu sodowego i 128 g 1-metoksy-1,2-dwuchloroetanu. Całość ogrzewano w temperaturze wrzenia w ciągu 10 godzin. Następnie po ochłodzeniu mieszaniny poreakcyjnej odsączono chlorek sodowy, przemyto go 100 ml bezwodnika. Otrzymany przesącz połączony z przemywkami rozdestylowano analogicznie jak w przykładzie I. Otrzymano 135 g 1-metoksy-1,2-dwuacetoksyetanu, co stanowi 77% wydajności teoretycznej.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania 1-metoksy-1,2-dwuacetoksyetanu, **znamienny tym**, że 1-metoksy-1,2-dwuchloroetan ogrzewa się w mieszaninie bezwodnika kwasu octowego i bezwodnego octanu metalu alkalicznego lub metalu ziem alkalicznych, albo też w mieszaninie bezwodnika kwasu octowego i kwasu octowego oraz bezwodnego węglanu metalu alkalicznego lub metalu ziem alkalicznych, korzystnie w temperaturze wrzenia mieszaniny reakcyjnej, po czym mieszaninę oziębia się, odsącza osad chlorku, a przesącz rozdestylowuje się pod zmniejszonym ciśnieniem.