

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

48 885

Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 02.I.1962 (P 97 984)

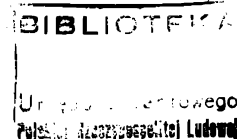
Pierwszeństwo:

Opublikowano: 19.XII.1964

Kl. 12 o, 17/03

MKP C 07 c

125/01



UKD

Współtwórcy wynalazku: mgr Ryszard Skawiński, mgr Aleksander Kaszycki, inż. Antoni Piotrowski, mgr Zdzisław Janicki

Właściciel patentu: Farmaceutyczna Spółdzielnia Pracy „Espefa”, Kraków (Polska)

Sposób wytwarzania jednokarbaminianu eteru glicerynowego gwajakolu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania jednokarbaminianu eteru glicerynowego gwajakolu.

Znane sposoby wytwarzania estrów kwasu karbaminowego, polegają na reakcji kwasu izocjanowego z odpowiednimi alkoholami jednowodorotlenowymi, na reakcji mocznika z tymi alkoholami lub na reakcji przeestryfikowania karbaminianów niższych alkoholi z wyższymi alkoholami jednowodorotlenowymi.

Tymi drogami nie można jednak otrzymać jednokarbaminianu eteru glicerynowego gwajakolu.

Wielkość cząsteczki tego związku oraz sąsiedztwo dwóch grup wodorotlenowych powoduje, że reakcja albo nie zachodzi w ogóle (np. z izocjanianami), albo utworzony karbaminian od razu odszczepia amoniak i powstaje pierścieniowy, obojętny węglan, jak to ma miejsce przy działaniu mocznika na eter glicerynowy gwajakolu lub w reakcji przeestryfikowania z karbaminianami niższych alkoholi jednowodorotlenowych.

Znany jest sposób wytwarzania jednokarbaminianu eteru glicerynowego gwajakolu przez traktowanie eteru glicerynowego gwajakolu fosgenem, przy czym jako produkt pośredni powstaje chlorek węglan, z którego działaniem amoniaku otrzymuje się produkt końcowy.

Temperatura topnienia otrzymanego związku wynosi 92–94°C.

2

Stwierdzono, że jednokarbaminian eteru glicerynowego gwajakolu można otrzymać, jeżeli obojętny węglan eteru glicerynowego gwajakolu zmydli się częściowo za pomocą amoniaku.

- 5 Według wynalazku otrzymany w dowolny sposób, np. przez reakcję eteru glicerynowego gwajakolu z mocznikiem, bądź przez przeestryfikowanie z karbaminianem niższego alkoholu, pierścieniowy węglan zmydla się za pomocą wodnego 20–30%-owego roztworu amoniaku w temperaturze około 20°C. Po rozpuszczeniu węglanu w amoniaku i po odpędzeniu po około 1 godzinie nadmiaru amoniaku, z roztworu wypada osad stanowiący jednokarbaminian eteru glicerynowego gwajakolu.
- 10 Osad ten w celu oczyszczenia poddaje się krystalizacji z niskowrzących rozpuszczalników, np. niższych alkoholi, chloroformu, trójchloroetyleny.
- 15 Reakcję zmydlenia przedstawiono na rysunku, na którym R oznacza 2-metoksyfenyl.

- 20 Przykład. Mieszaninę 100 części wagowych eteru glicerynowego gwajakolu, 60 części wagowych mocznika i 5 części wagowych tlenku cynku ogrzewa się przez 8–10 godzin w kolbie otwartej na łaźni olejowej w temperaturze 180°C. Po ostygnięciu stop rozpuszcza się w 650 częściach wagowych metanolu, odsącza od tlenku cynku i zaddaje 600 częściami wagowymi wody, silnie mieszając i chłodząc.

- 25 Wytrącony produkt początkowo o konsystencji oleistej szybko krzepnie i krystalizuje. Po odsą-

czeniu rozpuszcza się go ponownie w metanolu, znowu wytrąca wodą i krystalizuje z metanolu.

Otrzymuje się węglan eteru glicerynowego gwajakolu o temperaturze topnienia około 69°C w ilości około 50 części wagowych, to jest z wydajnością 40—50%.

50 części wagowych tego związku rozpuszcza się w około 200 częściach wagowych 27%-owego wodnego roztworu amoniaku, odsącza od ewentualnych zanieczyszczeń i pozostawia na około 1 godzinę. Następnie przez roztwór przepuszcza się powietrze w celu odpędzenia nadmiaru amoniaku. Po pewnym czasie z roztworu wypada osad, który odsącza się i suszy powietrzem o temperaturze około 20°C.

Po krystalizacji z metanolu otrzymuje się około 40 części wagowych (to jest z wydajnością około 80%) jednokarbaminianu eteru glicerynowego gwajakolu o temperaturze topnienia 94°C.

Sumaryczna wydajność w przeliczeniu na eter glicerynowy gwajakolu wynosi około 40%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania jednokarbaminianu eteru glicerynowego gwajakolu, **znamienny tym**, że cykliczny węglan eteru glicerynowego gwajakolu zmydla się za pomocą wodnego 20—30%-owego roztworu amoniaku, a otrzymany osad oczyszcza w znany sposób.

