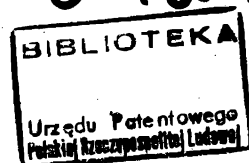


Opublikowano dnia 21 kwietnia 1958 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 40814

Kl. 12 q, 24

Instytut Farmaceutyczny*)

Warszawa, Polska

Sposób otrzymywania α -acetylo- α -chloro- γ -butyrolaktonu

Patent trwa od dnia 13 grudnia 1956 r.

α -acetylo- α -chloro- γ -butyrolakton jest półproduktem do syntezy witaminy B₁. Substancję tę otrzymać można dotychczas dwoma zasadniczymi sposobami:

- przez chlorowanie chlorem gazowym mieszaniny α -acetylo- γ -butyrolaktonu, wody i kredy. Wprowadza się dokładnie określona ilość chloru, kontrolując przyrost masy mieszaniny α -acetylo- γ -butyrolaktonu, wody i kredy. Po zakończeniu chlorowania nadmiar kredy rozpuszcza się stężonym kwasem solnym. Warstwę organiczną α -acetylo- α -chloro- γ -butyrolaktonu oddziela się i oczyszcza przez destylację pod zmniejszonym ciśnieniem.
- przez działanie na α -acetylo- γ -butyrolakton w temperaturze około 0°C chlorkiem siarczyny. Nadmiar użytego chlorku siarczyny rozkłada się dodając zimnej wody, rozdziela warstwy wodną i organiczną,

a warstwę wodną ekstrahuje np. benzenem. Z ekstraktu benzenowego odpędza się rozpuszczalnik i łączy pozostałość z warstwą organiczną. Na koniec produkt oczyszcza się przez destylację pod zmniejszonym ciśnieniem.

Z powyższych metod ekonomiczniejszym jest sposób chlorowania chlorem gazowym. Jego zasadniczą niedogodnością jest, w warunkach przemysłowych, konieczność ścisłego określania przyrostu masy mieszaniny reakcyjnej. Ważne aparatu w którym prowadzone jest chlorowanie jest uciążliwe i nie daje wyników dostatecznie dokładnych. Określenie przyrostu masy reakcyjnej przez pomiar gęstości uniemożliwia fakt niejednorodności tej mieszaniny (α -acetylo- γ -butyrolakton nie rozpuszcza się w wodzie). Również wprowadzenie do mieszaniny reakcyjnej odważonej ilości chloru nie daje pożądaných wyników, bowiem część chloru uchodzi z mieszaniny reakcyjnej wraz z dwutlenkiem węgla powstającym w reakcji.

W myśl wynalazku opracowano sposób chlorowania α -acetylo- γ -butyrolaktonu chlorem ga-

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są inż. mgr Zbigniew Buczkowski i inż. mgr Tadeusz Mleczeko.

zowym, pozwalający łatwo śledzić przebieg reakcji i jej zakończenie.

Stwierdzono, że sam α -acetylo- γ -butyrolakton można chlorować chlorem gazowym, bez użycia wody i kredy jako czynnika wiążącego powstający w reakcji chlorowódór.

W takim przypadku przebieg reakcji i jej zakończenie stwierdzić można łatwo przez określenie gęstości.

W trakcie procesu chlorowania powstaje chlorowódór, który utrudnia pomiar gęstości. Dlatego też chlorować należy chlorem zmieszonym z powietrzem, a próbkę mieszaniny reakcyjnej pobraną do oznaczenia gęstości należy przed pomiarem przedmuchać powietrzem.

P r z y k ł a d. Do 128 g (1 mol) α -acetylo- γ -butyrolaktonu wprowadza się powoli, w temperaturze 0°—10°C, chlor gazowy. Od czasu do czasu pobiera się próbkę mieszaniny reakcyjnej i po przedmuchianiu jej powietrzem mierzy gęstość. Chlorowanie trwa około 5 godzin, a pobrana próbka wykazuje wówczas gęstość $d_4^{20}=1,290—1,300$. Następnie mieszaninę reakcyjną przedmucha się powietrzem. Otrzymany

produkt surowy zawiera 74—77% α -acetylo- α -chloro- γ -butyrolaktonu i może być bez oczyszczania użyty do dalszej syntezy witaminy B₁. W celu oczyszczenia można surowy produkt destylować pod zmniejszonym ciśnieniem i otrzymuje się wówczas około 113 g α -acetylo- α -chloro- γ -butyrolaktonu o temperaturze wrzenia 104—106°C (5 mm Hg) (około 70% wydajności).

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e

Sposób otrzymywania α -acetylo- α -chloro- γ -butyrolaktonu, znamienny tym, że α -acetylo- γ -butyrolakton chloruje się chlorem gazowym bez użycia wody i czynnika alkalicznego, wiążącego powstający w reakcji chlorowódór, przy czym przebieg procesu chlorowania i jego zakończenie kontroluje się przez pomiar gęstości mieszaniny reakcyjnej.

I n s t y t u t F a r m a c e u t y c z n y

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych