

# URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

*CO8g 20/02*

Nr 31500

Kl. 39 c, 10

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt n. M.

## Sposób wytwarzania produktu kondensacji

Zgłoszono 22 sierpnia 1941

Udzielono 16 lutego 1943

Pierwszeństwo: 28 października 1940 (Niemcy)

Stwierdzono, że przy działaniu  $\beta$ -alaniny, jej solami lub estrami na amidy kwasu  $\alpha$ ,  $\gamma$ -dwuoksy- $\beta$ ,  $\beta$ -dwumetylomasłowego grupa amidowa tych amidów zostaje zastąpiona już w łagodnych warunkach reakcji przez ponownie związaną w rodzaju amidu resztę  $\beta$ -alaniny, jej soli lub estrów, tak iż w ten sposób z amidów kwasu  $\alpha$ ,  $\gamma$ -dwuoksy- $\beta$ ,  $\beta$ -dwumetylomasłowego, łatwo dostępnych w czystej postaci krystalizowanej i w przeciwieństwie do odpowiednich laktonów niehygroskopijnych, można bardzo łatwo otrzymywać  $N$ -/- $\alpha$ ,  $\gamma$ -dwo-oksy- $\beta$ ,  $\beta$ -dwo-metylobutylo  $\beta$ -alaninę, to znaczy kwas pantotenowy. Przemiana odbywa się już przy umiarkowanym nagrzewaniu, najlepiej przy dodawaniu rozpuszczalników,

np. alkoholu. Za przebiegiem wymiany można śledzić w prosty sposób, oddestylowując i miareczkując odszczepiony amoniak lub aminę podczas wymiany.

Przykład I. 0,1 mola  $\beta$ -alaniny rozpuszcza się w 100 cm<sup>3</sup> normalnego metyloalkoholowego roztworu wodorotlenku sodu. Do gotującego się roztworu wprowadza się 0,1 mola amidu kwasu  $\alpha$ - $\gamma$ -dwuoksy- $\beta$ ,  $\beta$ -dwo-metylomasłowego i następnie ogrzewa się łagodnie aż do wrzenia.

Pary alkoholu metylowego i amoniaku skrapla się w 90 cm<sup>3</sup> normalnego kwasu siarkowego, zabarwionego czerwienią metylową. Oddestylowywany alkohol metylowy jest uzupełniany stale. Po upływie około godziny występuje zmiana barwy czerwieni metylowej. Przemiana jest wów-

czas praktycznie biorąc zakończona. Mieszaninę reakcyjną zobojętnia się kwasem solnym. Po próbie na przyrost według Möllera (porównać Kuhn i Wieland „Berichte der Deutschen Chemischen Gesellschaft” tom 73, strona 962, rok 1940) wydajność wynosi około 80%. Produkt reakcji może być oczyszczony znanymi sposobami.

Przykład II. 1 mol amidu kwasu  $\alpha$ ,  $\gamma$ -d- $\alpha$ -ksey- $\beta$ ,  $\beta$ -dwumetylomasłowego miesza się z 1 molem soli sodowej  $\beta$ -alaniny oraz nagrzewa się do temperatury 90°C. Mieszanina topi się szybko i przechodzi w syrop. Mieszając od czasu do czasu podnosi się temperaturę w ciągu dwóch godzin do 120°C, po czym temperaturę tę utrzymuje się w ciągu dalszych 2 godzin. Wydzielanie się amoniaku jest wówczas praktycznie biorąc zakończone. W celu łatwiejszego wydalenia amoniaku dobrze jest stosować zmniejszone ciśnienie. Masę reakcyjną rozpuszcza się w wodzie oraz bezbarwny roztwór zobojętnia się kwasem solnym. Próba na przyrost według Möllera wykazuje wydajność ok. 80%.

Przykład III. 0,1 mola  $\beta$ -alaniny rozpuszcza się w 100 cm<sup>3</sup> normalnego metyloalkoholowego roztworu wodorotlenku sodu. Dodaje się 0,1 mola metyloamidu kwasu  $\alpha$ ,  $\gamma$ -d- $\alpha$ -ksey- $\beta$ ,  $\beta$ -dwumetylomasłowego (wytworzonego przez jednodniowe oddziaływanie roztworem metyloaminy w alkoholu metylowym na lakton kwasu  $\alpha$ ,  $\gamma$ -d- $\alpha$ -ksey- $\beta$ ,  $\beta$ -dwumetylomasłowego i przez przekrystalizowywanie pozostałości po odparowywaniu w benzenie, punkt topności 82°C) oraz gotuje się do wrzenia, chwytając oddzielnie wraz z metyloaminą odparowujący metanol, ciągle zastępowany świeżym. Po 6-godzinnym gotowaniu reakcja jest praktycznie biorąc zakończona. Mieszaninę zobojętnia się kwasem solnym, otrzymując w ten sposób roztwór, który w

myśl próby na przyrost według Möllera zawiera ok. 80% obliczonej ilości kwasu pantotenowego.

Przykład IV. 1 mol oksyetyloamidu kwasu  $\alpha$ ,  $\gamma$ -d- $\alpha$ -ksey- $\beta$ ,  $\beta$ -dwumetylomasłowego (wytworzonego przez oddziaływanie laktonu kwasu  $\alpha$ ,  $\gamma$ -d- $\alpha$ -ksey- $\beta$ ,  $\beta$ -dwumetylomasłowego na etanoloaminę, punkt topności 96—98°C) dodaje się do roztworu 1 mola  $\beta$ -alaniny w 1 litrze metyloalkoholowego roztworu wodorotlenku sodu oraz w ciągu 8 godzin gotuje się przy użyciu chłodnicy zwrotnej. Zobojętnia się kwasem solnym i otrzymuje się w ten sposób roztwór, który przy próbie na przyrost według Möllera zawiera ok. 60% obliczonej ilości kwasu pantotenowego.

Przykład V. 1 mol etyloamidu kwasu  $\alpha$ ,  $\gamma$ -d- $\alpha$ -ksey- $\beta$ ,  $\beta$ -dwumetylomasłowego (z laktonu kwasu  $\alpha$ ,  $\gamma$ -d- $\alpha$ -ksey- $\beta$ ,  $\beta$ -dwumetylomasłowego i roztworu etyloaminy, punkt topności 62—63°C) miesza się z połową mola soli wapniowej  $\beta$ -alaniny i w otwartym naczyniu nagrzewa się w ciągu 2 godzin do temperatury 140°C. Otrzymany produkt rozpuszcza się w wodzie oraz zobojętnia się kwasem szczawiowym. Próba na przyrost według Möllera wykazuje wydajność = ok. 80% teoretycznej.

#### Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania produktu kondensacji, znamienny tym, że na amidy kwasu  $\alpha$ ,  $\gamma$ -d- $\alpha$ -ksey- $\beta$ ,  $\beta$ -dwumetylomasłowego działa się  $\beta$ -alaniną lub jej solami albo estrami.

I. G. Farbenindustrie  
Aktiengesellschaft  
Zastępca: inż. J. Wyganowski  
rzecznik patentowy