POLSKA RZECZPOSPOLITA LUDOWA

URZĄD PATENTOWY PRL

OPIS PATENTOWY 48572

Patent dodatkowy do patentu _____

Zgłoszono: 11.VII.1961 (P 96 933)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 28.IX.1964

Kl. 12 p, 7/01

MKP C 07 d 51/24

UKD

Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Bogdan Morawski, dr inż. Bożenna Chechelska.

Właściciel patentu: Tarchomińskie Zakłady Farmaceutyczne, Warszawa (Polska).

BIBLIOTEKA Urzędu Patentowego Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Sposób wytwarzania kwasu 5-etylo-5-fenylo-2-tiobarbiturowego

1

W patencie nr 43805 opisany jest sposób wytwarzania kwasu 5-etylo-5-fenylo-2-tiobarbiturowego przez kondensację estru metylowego kwasu etylofenylomalonowego z tiomocznikiem w środowisku metoksylanu sodowego, w którym proces kondensacji prowadzi się w temperaturze wrzenia przez około 10 godzin, po czym oddestylowuje się alkohol pod zmniejszonym ciśnieniem w temperaturze nieprzekraczającej 50°C i po oziębieniu wytrąca się podstawiony kwas tiobarbiturowy przez zakwaszenie do pH = 3, który przemywa się, suszy i krystalizuje. Wydajność uzyskanego produktu wynosi 75% teoretycznej.

Obecnie stwierdzono, że można osiągnąć jeszcze wyższą wydajność rzędu 87% i jednocześnie produkt o czystości, która umożliwia stosowanie go do dalszej produkcji bez krystalizacji, jeżeli z mieszaniny reakcyjnej nie oddestylowuje się alkoholu metylowego, przy czym jak stwierdzono następuje częściowy rozkład soli sodowej podstawionego kwasu tiobarbiturowego a w konsekwencji obniżenie wydajności gotowego produktu i zanieczyszczenie go produktami jego rozkładu. Według wynalazku aby wyodrębnić produkt kondensacji bez usuwania przez destylację alkoholu metylowego,

2

kondensację tiomocznika z estrem metylowym lub etylowym kwasu etylofenylomalonowego prowadzi się w niższej temperaturze niż temperaturza wrzenia mieszaniny reakcyjnej i w ciągu dłuższego czasu, wynoszącego ponad 20 godzin.

Sposobem według wynalazku kondensację estru metylowego lub etylowego kwasu etylofenylomalonowego z tiomocznikiem prowadzi się w temperaturze 55—60°C w ciągu 22—26 godzin, po czym mieszaninę oziębia się i z roztworu wytrąca kwas 5-etylo-5-fenylo-2-tiobarbiturowy przez zakwaszenie kwasem solnym do pH = 6. Wytrącony produkt następnie sączy się, przemywa i suszy.

Sposób według wynalazku umożliwia nie tylko osiągnięcie wyższej wydajności gotowego produktu, lecz także skrócenie ogólnego cyklu produkcyjnego, a tym samym obniżenie kosztów wytwarzania.

Przykład: Do alkoholanu, otrzymanego przez rozpuszczenie 48,85 części wagowych sodu w 390 częściach wagowych bezwodnego alkoholu metylowego, dodaje się 144,5 części wagowych tiomocznika i mieszając ogrzewa do temperatury 50°C. Następnie dodaje się 236 części wagowych estru metylowego kwasu etylofenylomalonowego, po czym

mieszaninę ogrzewa się w temperaturze 58°C w ciągu 26 godzin. Po zakończeniu kondensacji mieszaninę reakcyjną chłodzi się i dodaje 1000 części wagowych drobno potłuczonego lodu. Po rozpuszczeniu się soli sodowej wkrapla się stężony, techniczny kwas solny aż do osiągnięcia w roztworze wartości pH = 6. Wytrącony kwas tiobarbiturowy odsącza się lub odwirowuje i po przemyciu wodą suszy w suszarce próżniowej w temperaturze 60°C. Otrzymuje się 208,5 — 216 części wagowych kwasu 5-etylo-5-fenylo-5-tiobarbiturowego o temperaturze topnienia 212—216°C, co stanowi 84—87% wydajności teoretycznej.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania kwasu 5-etylo-5-fenylo-2-tiobarbiturowego przez kondensację estru kwasu etylofenylomalonowego z tiomocznikiem w środowisku metoksylanu lub etoksylanu sodowego, znamienny tym, że proces kondensacji prowadzi się w temperaturze 55—60° w ciągu 22—26 godzin, po czym całość oziębia się i wytrąca produkt kondensacji przez zakwaszenie kwasem solnym do pH = 6, który sączy się, przemywa wodą i suszy.

ZG „Ruch" W-wa, zam. 892-64 nakład 250 egz.