



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 43588

Kl. 12 p, 1/01

Zakłady Przemysłu Chemicznego „Pabianice“ *)

Pabianice, Polska

Sposób wytwarzania dwuetyloamidu kwasu nikotynowego

Patent trwa od dnia 6 sierpnia 1959 r.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania dwuetyloamidu kwasu nikotynowego przy użyciu wolnego kwasu nikotynowego.

Według znanych sposobów wytwarzania dwuetyloamidu kwasu nikotynowego wytwarza się najpierw chlorobezwodnik kwasu nikotynowego, a następnie kondensuje go ze specjalnie przygotowanym chlorowodorkiem dwuetyloaminy. W tym celu na kwas nikotynowy działa się tróchlorkiem fosforu albo chlorkiem tionylu w bezwodnym środowisku rozpuszczalnika organicznego w temperaturze 80—120°C, a otrzymany chlorobezwodnik stosuje się do procesu kondensacji. Otrzymany produkt kondensacji po oczyszczeniu stanowi czysty dwuetyloamid kwasu nikotynowego.

Wydajność całego procesu w przypadku stosowania tróchlorku fosforu nie przekraczała

56% wydajności teoretycznej, zaś przy użyciu trudno dostępnego chlorku tionylu wahała się w granicach 75—79% wydajności teoretycznej.

Wynalazek umożliwia wytwarzanie dwuetyloamidu kwasu nikotynowego z wydajnością rzędu 85—87% wydajności teoretycznej z pominięciem uciążliwego wytwarzania chlorowodoru dwuetyloaminy.

Sposób według wynalazku polega na poddawaniu kondensacji wolnego kwasu nikotynowego z dwuetyloaminą w środowisku bezwodnych rozpuszczalników aromatycznych, w obecności tlenochlorku fosforu jako środka kondensacyjnego w temperaturze wrzenia mieszaniny. Gotowy produkt w stanie czystym otrzymuje się przez ekstrakcję i oczyszczanie jednym ze znanych sposobów.

Przykład Do 900 ml toluenu wsypuje się 123 g kwasu nikotynowego, oddestylowuje około 300 ml toluenu w celu odwodnienia środowiska, a następnie po ochłodzeniu do temperatury 20—25°C wkrapla się 88 g dwuetyloaminy rozpuszczonej w 70 ml osuszonego toluenu

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są mgr Anna Pełka, mgr inż. Leszek Grabowski, mgr inż. Stanisław Poradowski i mgr inż. Tadeusz Kosiński.

Wkrapianie prowadzi się pod chłodnicą zwrotną w temperaturze 25—30°C. Następnie do zawartości reaktora wkrapla się w temperaturze 25—40°C 76 g tlenochlorku fosforu, podgrzewa do wrzenia i utrzymuje w tej temperaturze przez 10 godzin (temperatura 100—110°C).

Po zakończeniu procesu kondensacji masę reakcyjną chłodzi się do temperatury 30°C, dodaje około 100 ml wody i zubożetnia sodą do odczynu alkalicznego na fenoftaleinę. Otrzymany produkt ekstrahuje się toluenem, a następnie oddestylowuje się rozpuszczalnik. Po ochłodzeniu produkt oczyszcza się znanymi metodami np. przez rozpuszczenie w wodzie destylowanej, dodanie węgla aktywnego, odsączenie, dodanie roztworu ługu sodowego, roztworu nadmanganianu potasowego lub innego środka utleniającego, odsączenie, wysolenie za pomocą węglanu sodowego, wyekstrahowanie oczyszczonym benzenem, oddestylowanie rozpuszczalnika i przede-

stylowanie gotowego produktu pod próżnią w temperaturze poniżej 160°C. Otrzymany produkt pozbawia się woni przez ogrzewanie w podwyższonej temperaturze pod próżnią. Otrzymuje się 152—155 g dwuetyloamidu kwasu nikotynowego, odpowiadającego Farmakopei Polskiej III, co stanowi 85—87% wydajności teoretycznej

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania dwuetyloamidu kwasu nikotynowego, znamienny tym, że kwas nikotynowy kondensuje się z wolną dwuetyloaminą w środowisku bezwodnych rozpuszczalników w obecności tlenochlorku fosforu jako środka kondensującego w temperaturze wrzenia mieszaniny.

Zakłady
Przemysłu Chemicznego
„Pabianice”

