

URZĄD PATENTOWY



CO7d 31/44

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ
OPIS PATENTOWY

Nr 15512.

Kl. 12 p 1.

Przemysłowo-Handlowe Zakłady Chemiczne
Ludwik Spiess i Syn Sp. Akc.
(Warszawa, Polska).**Sposób otrzymywania N-dwuetyloamidów kwasów pirydynokarbonowych.**Zgłoszono 27 lutego 1931 r.
Udzielono 27 stycznia 1932 r.

Znany jest sposób otrzymywania *N*-dwuetyloamidu kwasu pirydyno- β -karbonowego działaniem chlorowodoru dwuetyloaminy na chlorobezwodnik, lub też ester kwasu nikotynowego w temperaturze 140°C. Sposób ten posiada tę ujemną stronę, że reakcja pomiędzy chlorobezwodnikiem, ewentualnie estrem kwasu pirydyno- β -karbonowego, a chlorowodorkiem dwuetyloaminy zachodzi dopiero w temperaturze wyższej i ma poza tem przebieg gwałtowny, co utrudnia w znacznym stopniu regulowanie przebiegu procesu oraz nie daje możności uniknięcia zesmalania się masy reakcyjnej w dość znacznym stopniu; wpływa to również ujemnie na stopień czystości produktu reakcji.

Sposób według niniejszego wynalazku polega na tem, że wolną dwuetyloaminą działa się w nadmiarze na surowy, otrzymany w jakikolwiek znany sposób chlorowodorek chlorobezwodnika jakiegokolwiek z kwasów pirydyno-karbonowych. Zapomocą reakcji tej może być otrzymany nie tylko *N*-dwuetyloamid kwasu pirydyno- β -karbonowego, lecz zarówno nieopisane dotychczas w literaturze chemicznej *N*-dwuetyloamid kwasu pirydyno- α -karbonowego i *N*-dwuetyloamid kwasu pirydyno- γ -karbonowego.

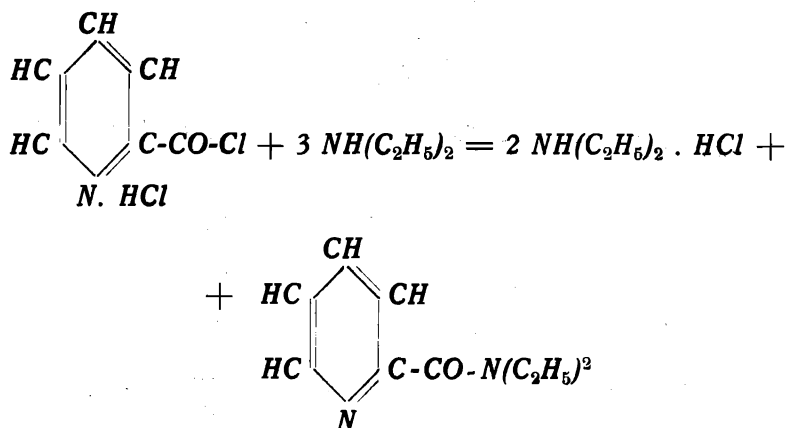
Reakcja przebiega ilościowo i wydzielanie amidów z masy reakcyjnej nie przedstawia żadnych trudności.

Przykład I. 43 części wagowych chloro-

wodorku chlorobezwodnika kwasu pirydy-
no- α -karbonowego (pikolinowego) wysypuje
się do 100 części bezwodnej dwuetyloaminy
stopniowo, ciągle mieszając i oziębiając wo-
dą z lodem. Masę przereagowaną zadaje
się 200—250 częściami wagowymi 30% ługu
sodowego; oleistą warstwę powstałego

N-dwuetyloamidu kwasu pikolinowego od-
dziela się i produkt oczyszcza drogą desty-
lacji pod zmniejszonym ciśnieniem. Otrzy-
many związek posiada punkt wrzenia
122,5° — 123,0°C przy 3 m/m.

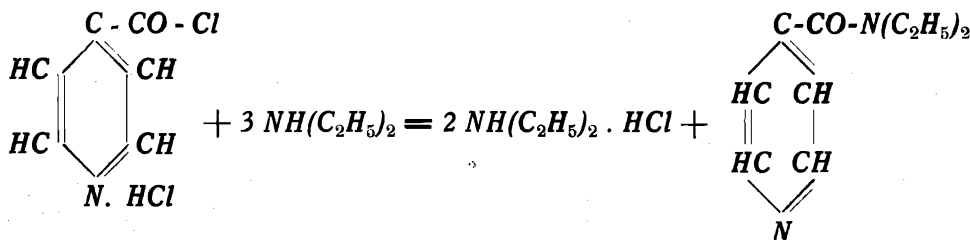
Reakcja przebiega według równania:



Przykład II. Przy zastosowaniu 43 czę-
ści chlorowodorku chlorobezwodnika kwasu
pirydyno- γ -karbonowego (izonikotynowego)
i 100 części dwuetyloaminy otrzymuje się,
przy analogicznym sposobie postępowania

jak według przykładu I, *N*-dwuetyloamid
kwasu pirydyno- γ -karbonowego. Punkt
wrzenia 123,0° — 123,5°C przy 3 m/m.

Reakcja przebiega według równania:



Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania *N*-dwuetyloami-
dów kwasów pirydynokarbonowych, zna-
mienny tem, że na chlorowodorek chloro-
bezwodnika danego kwasu pirydynokarbo-
nowego działa się nadmiarem bezwodnej
dwuetyloaminy przy oziębianiu lodem masy

reakcyjnej, a produkt reakcji rozkłada się
zapomocą ługu sodowego.

Przemysłowo-Handlowe
Zakłady Chemiczne
Ludwik Spiess i Syn Sp. Akc.
Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.