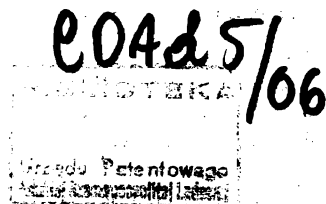


Opublikowano dnia 21 kwietnia 1958 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 40813

Kl. 12 q, 24

Instytut Farmaceutyczny*)

Warszawa, Polska

Sposób otrzymywania α -acetylo- γ -butyrolaktonu

Patent trwa od dnia 8 listopada 1956 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania α -acetylo- γ -butyrolaktonu.

α -acetylo- γ -butyrolakton jest produktem wyjściowym do syntezy witaminy B₁ i można go otrzymać trzema zasadniczymi sposobami:

- a) przez działanie na ester acetylooctowy tlenkiem etylenu w środowisku alkoholu bezwodnego wobec etylanu sodowego lub w środowisku wodno-alkoholowym wobec wodorotlenku sodowego lub też w środowisku wodnym wobec wodorotlenku sodowego. Reakcję prowadzi się w temperaturach od -50°C do 60°C , w ciągu od 10 minut do 48 godzin zależnie od użytej metody. Roztwór po reakcji, po ewentualnym oddestylowaniu rozpuszczalnika, zakwasza się i ekstrahuje produkt benzenem lub innym dogodnym rozpuszczalnikiem,
- b) przez działanie na ester acetylooctowy chlorohydrną glikolu wobec nadmiaru etylanu sodowego,
- c) przez działanie na butyrolakton octanem etylu wobec metalicznego sodu w tempera-

turze 80°C , następne zakwaszenie mieszaniny reakcyjnej i ekstrakcję.

W myśl wynalazku opracowano prostszy i znacznie tańszy sposób otrzymywania α -acetylo- γ -butyrolaktonu, wychodząc z następujących założeń:

Wszystkie warianty metody pierwszej (punkt a) oraz metoda druga (punkt b) używają jako produktu wyjściowego sodopochodnej estru etylowego kwasu acetylooctowego.

Jednocześnie należy zauważyć, że w procesie otrzymywania estru acetylooctowego otrzymuje się najpierw sodopochodną, a z niej dopiero sam ester acetylooctowy.

Jak wiadomo ester acetylooctowy otrzymuje się przez kondensację dwóch cząsteczek octanu etylu pod wpływem czynnika zasadowego. Czynnikiem alkalicznym może być metaliczny sól lub etylan sodowy. Otrzymuje się wówczas ester etylowy kwasu acetylooctowego z 30% wydajnością, licząc na użyty octan etylu.

Jeśli reakcję kondensacji prowadzić przy użyciu etylanu sodowego, a powstający w reakcji alkohol etylowy oddestylowywać, to otrzymuje

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest inż. mgr Zbigniew Buczkowski.

się ester acetylooctowy z wydajnością 80%-wą, licząc na użyty do reakcji octan etylu.

Zwrócono uwagę na możliwość otrzymywania α -acetylo- γ -butyrolaktonu wprost z octanu etylu. W takim przypadku uniknie się strat przy wyodrębnianiu estru acetylooctowego w procesie jego otrzymywania. Należy zatem, prowadząc w sposób znany kondensację octanu etylu do estru acetylooctowego wprowadzić w odpowiednim momencie do mieszaniny reakcyjnej tlenek etylenu.

Takie rozwiązanie pozwala wykorzystać istniejące instalacje przemysłowe do produkcji estru acetylooctowego do jednoczesnej produkcji estru acetylooctowego i α -acetylo- γ -butyrolaktonu.

Wykorzystanie octanu etylu, jak to podaje poniższy przykład, jest lepsze w sposobie według wynalazku niż przy otrzymywaniu samego estru acetylooctowego z uwagi na pomyślne przesunięcie równowagi octan etylu-alkohol etylowy-ester acetylooctowy.

P r z y k ł a d. Do 250 g (277 ml = około 1,9 mola) suchego octanu etylu dodaje się stopniowo 25 g (około 1,1 gram atomu) metalicznego sodu w kawałkach. Po dodaniu całości sodu oddestylowuje się nadmiar octanu etylu. Pozostałość rozpuszcza w 500 ml bezwodnego alkoholu etylowego i do roztworu wprowadza pod powierzchnię w temperaturze 30°C — 66 g (1,5 mola) tlenku etylenu w 125 ml bezwodnego alko-

holu etylowego. Następnie miesza się przez 1 godzinę w temperaturze 30°C i oddestylowuje alkohol. Pozostałość rozpuszcza się w 500 ml zimnej wody, dodaje stechiometryczną ilość kwasu i oddziela warstwę wodną od warstwy organicznej. Warstwę wodną ekstrahuje się benzenem. Ekstrakt, po oddestylowaniu benzenu, łączy się z oddzieloną uprzednio warstwą organiczną i destyluje pod zmniejszonym ciśnieniem. Otrzymuje się 33 g estru acetylooctowego (temperatura wrzenia 87°—89°C) (30 mm Hg), co odpowiada 18% wydajności licząc na zużyty octan etylu, oraz 48g α -acetylo- γ -butyrolaktonu (temperatura wrzenia 142°—143°C 30 mm Hg), co odpowiada 29% wydajności licząc na zużyty octan etylu.

W podanym przykładzie wykorzystuje się octan etylu w 47%.

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- γ -butyrolaktonu przez kondensację tlenku etylenu z estrem acetylooctowym, znamieny tym, że reakcję kondensacji prowadzi się w ten sposób, że tlenek etylenu wprowadza się do mieszaniny reakcyjnej w czasie kondensacji octanu etylu do estru acetylooctowego, otrzymując jednocześnie ester acetylooctowy i α -acetylo- γ -butyrolakton.

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.