

Cofd 31/44

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIŚ PATENTOWY

Nr 13316.

Kl. 12 p 1.

Przemysłowo-Handlowe Zakłady Chemiczne
Ludwik Spiess i Syn Sp. Akc.
(Warszawa, Polska).

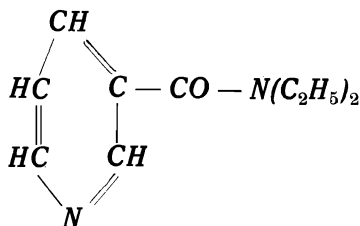
Sposób otrzymywania *N*-dwuetyloamidu kwasu pirydyno- β -karbonowego.

Zgłoszono 3 czerwca 1929 r.

Udzielono 16 marca 1931 r.

Znane są sposoby otrzymywania *N*-dwuetyloamidu kwasu pirydyno- β -karbonowego np. z chlorobezwodnika kwasu nikotynowego, przez działanie nań dwuetyloaminy lub z estrów kwasu nikotynowego i dwuetylaminy. Sposoby te posiadają jednak liczne wady.

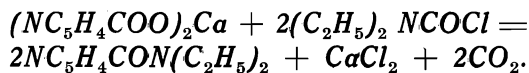
Według wynalazku można otrzymać *N*-dwuetyloamid kwasu pirydyno- β -karbonowego z wydajnością do 75% teorji, wychodząc z soli (np. wapniowej) kwasu



pirydyno- β -karbonowego i działając nań w podwyższonej temperaturze (do 200°C) chlorobezwodnikiem *N*-alkylo - podstawionego kwasu karbaminowego.

Przykład. Do 13 części starannie wysuszonej soli wapniowej kwasu β -pirydynokarbonowego dodaje się stopniowo 13,5 części chlorobezwodnika kwasu dwuetylokarbaminowego, który, jak wiadomo, łatwo się otrzymuje z dwuetyloaminy i fosgenem. Po skończonem dodawaniu temperaturę się podnosi do 200°C (najlepiej na łaźni olejowej).

Reakcja przebiega z wydzieleniem się CO_2 według wzoru.



Z chwilą zaprzestania wydzielania się CO_2 reakcja jest zakończona. Otrzymaną masę ekstrahuje się eterem i — po oddestylowaniu go — oczyszcza się surowy produkt przez destylację pod zmniejszonym ciśnieniem.

Temperatura wrzenia *N*-dwuetylo-amidu kwasu pirydyno- β -karbonowego około 175°C przy 25 m/m.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania *N*-dwuetyloamidu kwasu pirydyno- β -karbonowego, zna-

mienny tem, że na sól kwasu pirydyno- β -karbonowego działa się w podwyższonej temperaturze, do 200°C , chlorobezwodnikiem *N*-alkylopodstawionego kwasu karbaminowego, poczem otrzymany produkt w znany sposób ekstrahuje się eterem i oczyszcza, po wydaleniu eteru, zapomocą destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem.

Przemysłowo-Handlowe

Zakłady Chemiczne

Ludwik Spiess i Syn Sp. Akc.

Zastępca: Inż. J. Wyganowski,

rzecznik patentowy.