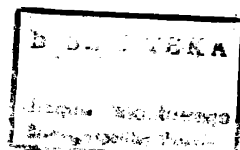


CO7d 31/34



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 36123

Kl. 12 p, 1/01

Instytut Gruźlicy *)

(Warszawa, Polska)

Sposób wytwarzania estru etylowego kwasu izonikotynowego

Udzielono patentu z mocą od dnia 5 lipca 1952 r.

Ester etylowy kwasu izonikotynowego otrzymuje się jak wiadomo przez ogrzewanie kwasu izonikotynowego i alkoholu etylowego w obecności gazowego chlorowodoru lub stężonego kwasu siarkowego, przy czym najlepsze wydajności estru osiągnął W. Rubcow (Zurn. Obszcz. Chim. 13, 593 (1939)). Przez krótkotrwałe ogrzewanie (10 minut) tych składników wydajność estru dochodzi do 75 %.

W dotychczas znanych sposobach wytwarzania estru etylowego kwasu izonikotynowego wydzielanie produktów reakcji jak i odzyskiwanie nie przereagowanego kwasu izonikotynowego było rzeczą złożoną, wymagającą kilkakrotnej ekstrakcji i destylacji oraz zużycia dość znacznych ilości eteru. Mieszanie reakcyjną po krótkotrwałym ogrzewaniu wylewano do wody i otrzy-

mane estry oraz nie przereagowany kwas izonikotynowy ekstrahowano z roztworu eterem. Pozostałość otrzymaną w celu oddzielenia kwasu ekstrahowano roztworem sody i otrzymany wyciąg po zakwaszeniu ekstrahowano eterem.

Obecnie stwierdzono, że wydzielenie estru etylowego i nieprzereagowanego kwasu izonikotynowego można przeprowadzić za pomocą jednego zabiegu, jeżeli po krótkotrwałym ogrzewaniu składników reakcji mieszaninę reakcyjną zobojętnia się amoniakiem do wartości P_H odpowiadającej mniej więcej punktowi izoelektrycznemu kwasu izonikotynowego i wytrącony, nie przereagowany kwas izonikotynowy odsącza się, po czym przesącz alkalinizuje do P_H powyżej 7,0, wskutek czego ester etylowy kwasu izonikotynowego wydziela się w postaci warstwy olejistej, którą można łatwo oddzielić. Dzięki temu nie tylko osiąga się wydajność wynoszącą 88—90 % wydajności teoretycznej, lecz znacznie upraszcza sposób wytwarzania estru etylowego kwasu izonikotynowego.

*) Właściciel patentu oświadczył, że wynalazcami są Zbigniew Biernacki, Mieczysław Mioduszewska, Barbara Serafinowa, Jerzy Urbański i Tadeusz Urbański w Warszawie.

Przykład. Mieszaninę 300 g kwasu izonikotynowego, 600 g bezwodnego alkoholu etylowego i 450 g stężonego kwasu siarkowego ogrzewa się szybko do wrzenia w łaźni wodnej i gotuje w ciągu 15 minut. Następnie nadmiar alkoholu (400 — 500 ml) oddestylowuje się pod zmniejszonym ciśnieniem. Pozostałość wylewa się na 500 g lodu i chłodząc z zewnątrz lodem zobojętnia się stężonym amoniakiem do wartości P_H około 3. Z roztworu wydziela się nie prze-reagowany kwas izonikotynowy w ilości 40—50 g, który odsącza się. Przesącz alkalizuje się stężonym amoniakiem do wartości $P_H = 7,5$. Wydzieloną, oleistą warstwę estru oddziela się od warstwy wodnej. Warstwę wodną ekstrahuje się dwukrotnie po 200 ml eteru, wyciągi eterowe łączy z estrem i całość suszy nad bezwodnym siarczanem sodu. Po oddestylowaniu eteru ester destyluje się pod zmniejszonym ciśnieniem i zbiera frakcję wrzącą w temperaturze 110°C pod ciśnieniem 15 mm słupa rtęci. Wydajność estru wynosi 270—285 g (88—90 % teorii).

Zastrzeżenia paentowe

1. Sposób wytwarzania estru etylowego kwasu izonikotynowego z kwasu izonikotynowego i bezwodnego alkoholu w obecności stężonego kwasu siarkowego przez krótkotrwałe ogrzewanie składników reakcji, znamieny tym, że mieszaninę po reakcji zobojętnia się amoniakiem do wartości odpowiadającej w przybliżeniu punktowi izoelektrycznemu kwasu izonikotynowego i po odsączeniu wydzielonego nieprzereagowanego kwasu izonikotynowego przesącz alkalizuje się amoniakiem do wartości pH powyżej 7,0, po czym ester etylowy kwasu izonikotynowego, wydzielony w postaci oleistej warstwy, oddziela się.
2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że nadmiar alkoholu znajdujący się w mieszaninie bezpośrednio po estryfikacji oddestylowuje się przed zobojętnieniem mieszaniny reakcyjnej amoniakiem.

Instytut Gruźlicy

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych.