

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y

103702

**Patent dodatkowy
do patentu _____**

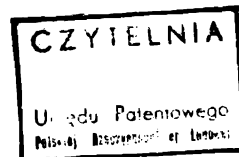
Zgłoszono: 30.03.77 (P. 197037)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 19.06.78

Opis patentowy opublikowano: 31.10.1979

**'nt. Cl² . C07D 207/02
C07C 103/88**



Twórcy wynalazku: Barbara Chylińska, Zdzisław Bruszewski

Uprawniony z patentu: Polska Akademia Nauk, Zakład Doświadczalny „Chemipan”
Instytutu Chemii Fizycznej i Instytutu Chemii Organicznej,
Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania imidu kwasu 3,5-dwubromofenylobursztynowego

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania imidu kwasu 3,5-dwubromofenylobursztynowego, który ma zastosowanie w lecznictwie jako preparat przeciwepileptyczny.

Znany sposób otrzymywania imidu kwasu 3,5-dwubromofenylobursztynowego polega na wytworzeniu najpierw kwasu 3,5-dwubromofenylobursztynowego, na drodze hydrolizy 2,3-dwucyjano-3-(3,5-dwubromofenilo)-propionianu metylu, która następuje w wyniku ogrzewania do wrzenia estru w wodnym roztworze kwasu chlorowcowodorowego. Następnie otrzymany kwas przeprowadza się w jego kwaśną lub obojętną sól amonową, po czym tę sól poddaje się termicznemu rozkładowi w temperaturze powyżej 200°C. Otrzymany tym sposobem produkt ma postać twardej, zbitej masy, trudnej do wydobycia z reaktora, co ogranicza stosowanie tego sposobu na dużą skalę przemysłową.

Dodatkową wadą znanego sposobu jest jego wieloetapowość oraz konieczność stosowania wysokich temperatur reakcji, co powoduje powstawanie dużych ilości smolistych produktów rozkładu, trudnych do usunięcia nawet po wielokrotnej krystalizacji z dodatkiem węgla aktywnego. Wydajność imidu otrzymywanego znanym sposobem nie przekracza 40%.

Nieoczekiwanie okazało się, że imid kwasu 3,5-dwubromofenylobursztynowego wytwarza się jednoetapowo z wydajnością powyżej 60%, jeżeli hydrolizę estru alkilowego kwasu 2,3-dwucyjano-3-(3,5-dwubromofenilo)-propionowego prowadzi się w roztworze stężonego kwasu solnego i octowego.

Sposobem według wynalazku hydrolizie poddaje się 2,3-dwucyjano-3 (3,5-dwubromofenilo)-propionian alkilu, zwłaszcza metylu lub etylu w roztworze stężonego kwasu solnego i octowego, przy czym te kwasy używa się w stosunku objętościowym zawartym w granicach od 1 : 1 do 2 : 1. Produkt reakcji wyodrębnia się przez rozcieńczenie mieszaniny poreakcyjnej wodą i oczyszcza przez krystalizację z alkoholu.

Podstawową zaletą sposobu według wynalazku jest jej jednoetapowość oraz prostota procesu technologicznego. Proces prowadzi się przez ogrzewanie do wrzenia w czasie 3–6 godzin 2,3-dwucyjano-3- (3,5-dwubromofe-

nylo)-propionianu alkilu w roztworze kwasu solnego i octowego, po czym mieszaninę poreakcyjną rozcieńcza się wodą i odsąca produkt reakcji.

P r z y k ł a d I. 372 g (1 mol) 2,3-dwucyjano-3-(3,5-dwubromofenylo)-propionianu metylu, 500 ml lodowatego kwasu octowego oraz 1000 ml stężonego kwasu solnego umieszcza się w 3 l kolbie okrągłodennej i ogrzewa się do łagodnego wrzenia pod chłodnicą zwrotną w czasie 5 godzin. Następnie mieszaninę reakcyjną oziębia się i rozcieńcza trzykrotną ilością wody. Wodny roztwór dekantuje się znad wytrąconego oleju, olej przemywa wodą i rozpuszcza we wrzącym metanolu. Imid kwasu 3,5-dwubromofenylobursztynowego krystalizuje w miarę stygnięcia roztworu. Otrzymuje się produkt z wydajnością 60% wydajności teoretycznej o temperaturze topnienia 158–161°C. Po krystalizacji z metanolu temperatura topnienia wynosi 161,5–162°C.

P r z y k ł a d II. Postępuje się analogicznie jak w przykładzie I z tą różnicą, że zamiast 2,3-dwucyjano-3-(3,5-dwubromofenylo)-propionianu metylu do reakcji używa się 386 g (1 mol) 2,3-dwucyjano-3-(3,5-dwubromofenylo)-propionianu etylu. Otrzymuje się imid kwasu 3,5-dwubromofenylobursztynowego z wydajnością 66%. Temperatura topnienia produktu surowego: 159–161°C.

P r z y k ł a d III. Postępuje się analogicznie jak w przykładzie I używając do reakcji mieszaniny 500 ml kwasu octowego i 500 ml stężonego kwasu solnego. Otrzymuje się imid kwasu 3,5-dwubromofenylobursztynowego o temperaturze topnienia 160–162°C z wydajnością 62%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania imidu kwasu 3,5-dwubromofenylobursztynowego, z n a m i e n n y t y m, że 2,3-dwucyjano-3-(3,5-dwubromofenylo)-propionian alkilu ogrzewa się w temperaturze wrzenia w roztworze stężonego kwasu solnego i kwasu octowego, a następnie otrzymany produkt wyodrębnia się przez rozcieńczenie mieszaniny poreakcyjnej wodą.