

Warszawa, 23 lutego 1935 r.

URZĄD PATENTOWY



C07d 51/20 2

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 20941.

Kl. 12 p, 7/01.

Przemysłowo-Handlowe Zakłady Chemiczne
Ludwik Spiess i Syn
Spółka Akcyjna
(Warszawa, Polska).

Sposób otrzymywania kwasu 5,5-metylo-cykloheksenylo-*N*-metylo-barbiturowego.

Zgłoszono 16 grudnia 1933 r.

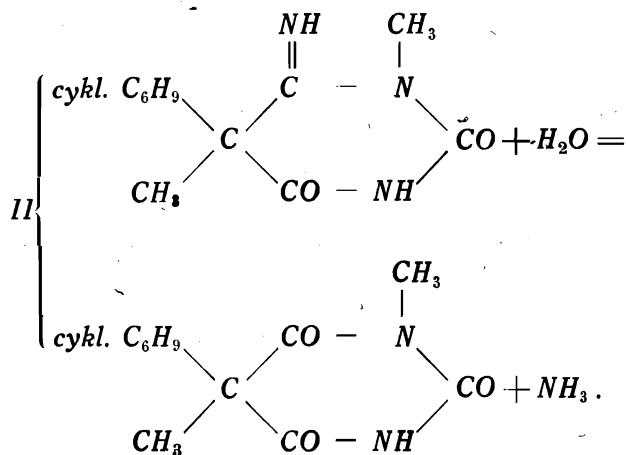
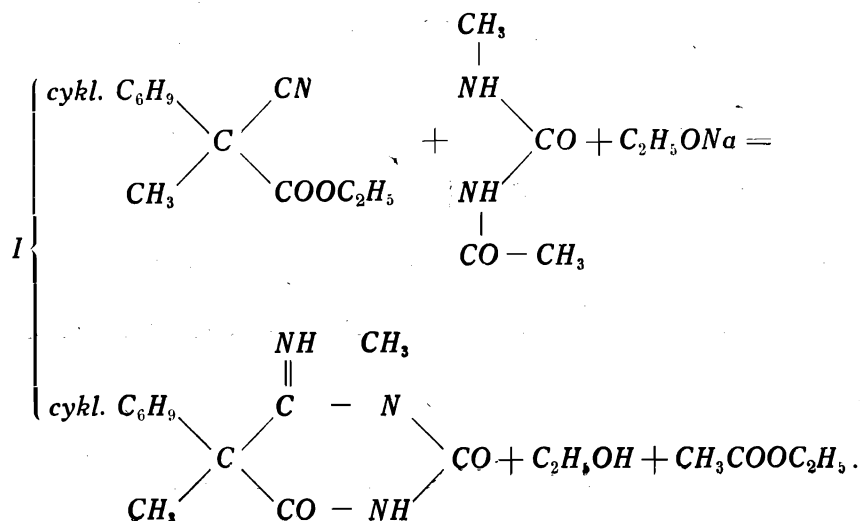
Udzielono 11 stycznia 1935 r.

Znany jest sposób otrzymywania kwasu 5,5-metylo-cykloheksenylo-*N*-metylo-barbiturowego, polegający na kondensacji estru metylo-cykloheksenylo-malonowego lub estru metylo-cykloheksenylocyjanooctowego z metylomocznikiem w obecności alkoholu sodu.

Natomiast sposobem według wynalazku otrzymuje się z wydajnością bliską ilości teoretycznej kwas 5,5-metylo-cykloheks-

enylo-*N*-metylo-barbiturowy przez działanie *N*-metylo-*N*₁-acetylo-mocznika na ester etylowy kwasu metylo-cykloheksenylo-cyjanooctowego w obecności alkoholu sodu i następne zmydlenie grupy acetylowej w otrzymanym produkcie przejściowym. Potrzebny do syntezy *N*-metylo-*N*₁-acetylo-mocznik jest produktem łatwiejszym do otrzymania i dogodniejszym w zastosowaniu, niż metylomocznik.

Reakcja przebiega według schematu: /



Przykład. Do roztworu alkoholanu sodu, wytworzonego z 23 części wagowych sodu i 300 części wagowych alkoholu absolutnego, dodaje się 207 części wagowych estru etylowego kwasu metylo-cykloheksenylo-(1,2)-cyjanooctowego i 102 części *N*-metylo-*N*₁-acetylmocznika i mieszaninę ogrzewa się przez kilka godzin na wrzącej łaźni wodnej pod chłodnicą zwrotną. Następnie od-

destylowuje się alkohol, pozostałość zobojętnia kwasem solnym, pozostały osad odsacza i ogrzewa kilka minut ze stężonym kwasem solnym. Po oziębieniu oddziela się produkt przez sączenie i następnie krystalizuje z wodnego alkoholu. Wydajność około 80% ilości teoretycznej. Punkt topnienia 144 — 145°C.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania kwasu 5,5-metylo-cykloheksenylo - *N* - metylo-barbiturowego, znamienny tem, że ester etylowy kwasu metylo-cykloheksenylo-cyjanooctowego kondensuje się w obecności alkoholanu sodu z acetylo-metylo-mocznikiem, poczem grupę

acetylową w powstałym produkcie przejściowym usuwa się przez zmydlenie.

Przemysłowo-Handlowe
Zakłady Chemiczne
Ludwik Spiess i Syn
Spółka Akcyjna.