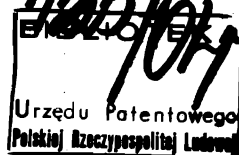


Opis wydano drukiem dnia 12 października 1963 r.



# POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

## OPIS PATENTOWY

Nr 47628

Kl. 12 q, 5/03  
Kl. internat. C 07 c

Starogardzkie Zakłady Farmaceutyczne „Polfa“\*)

Starogard Gdański, Polska

### Sposób wytwarzania dwukarbaminianu 2-metylo-2-propylo-1,3-propandiolu

Patent dodatkowy do patentu nr 42591

Patent trwa od dnia 4 czerwca 1962 r.

W patencie nr 42591 opisany jest sposób otrzymywania dwukarbaminianu 2-metylo-2-propylo-1,3-propandiolu (meprobamatu), w którym  $\alpha$ -metylo- $\beta$ -etyloakroleinę uwodarnia się w obecności Ni-Raney'a jako katalizatora gazowym wodorem do 2-metylopentanal, który z kolei przeprowadza się w 2-metylo-2-propylo-1,3-propandiol. W sposobie tym 2-metylo-2-propylo-1,3-propandiol estryfikuje się następnie w roztworze dowolnego nie reagującego z nim w warunkach syntezy rozpuszczalnika najkorzystniej toluenu, fosgenem w roztworze toluenu w obecności N,N-dwumetyloaniliny lub innych trzeciorzędowych amin aromatycznych,

alifatycznych lub alicyklicznych, po czym wytrącony chlorowodorek N,N-dwumetyloaniliny odsąca się, a z pozostałego czystego roztworu estru bis-chloromrówkowego 2-metylo-2-propylo-1,3-propandiolu wytrąca się w uprzednio znany sposób przez wysycenie amoniakiem dwukarbaminian 2-metylo-2-propylo-1,3-propandiol, który odsąca się i oczyszcza. Wydajność meprobamatu uzyskana tym sposobem wynosi 50—60% w stosunku do diolu.

Obecnie okazało się, że proces otrzymywania estru bischloromrówkowego 2-metylo-2-propylo-1,3-propandiolu może być znacznie skrócony a wydajność meprobamatu znacznie zwiększona o ile według wynalazku reakcję fosgenowania 2-metylo-2-propylo-1,3-propandiolu prowadzi się w podwyższonej temperaturze, najlepiej do 60°C oraz o ile następnie mieszaninę po estryfikacji zawierającą ester 2-metylo-2-propylo-1,3-propandiolu podda się

\*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są mgr Michał Rozwadowski, mgr inż. Feliks Muzalewski, inż. Zbigniew Paderewski, mgr inż. Tadeusz Lewandowski, mgr inż. Jan Mühlbrod, mgr Józef Pukropp i Krystyna Makowska.

w temperaturze 40°C bezpośrednio amidowaniu, bez oddzielania chlorowodoru dwumetyloaniliny lub innej aminy trzeciorzędowej zastosowanej w fazie fosgenowania jako czynnik wiążący chlorowódor, przez wprowadzenie tej mieszaniny do wodnego roztworu amoniaku zawierającego 4—8-krotny molowy nadmiar  $NH_4OH$ , po czym uwolnioną w tej fazie wolną dwumetyloanilinę oddestylowuje się azeotropowo, po uprzednim oddestylowaniu toluenu.

Stwierdzono, że postępując sposobem według wynalazku otrzymuje się trwałe i nie ulegające rozkładowi ester bischloromrówkowy oraz że w procesie jego amidowania nie powstają jak to ma miejsce w sposobie według patentu nr 42591 produkty uboczne, w wyniku kondensacji dwóch grup estrowych z jedną cząsteczką amoniaku na skutek niedoboru amoniaku w pierwszej fazie procesu.

Dalszą korzyścią sposobu według wynalazku jest ominięcie uciążliwego dotąd oddzielania od estru bis-chloromrówkowego chlorowodoru dwumetyloaniliny lub innej aminy trzeciorzędowej co związane było z trudną krystalizacją i koniecznością stosowania długiego okresu chłodzenia.

W wyniku zmian dokonanych sposobem według wynalazku osiąga się 70—75% wydajności teoretycznej w stosunku do użytego 2-metylo-2-propylo-1,3-propandiolu.

Przykład: Do roztworu 2 moli (197,8 g) fosgenu w toluenie dodaje się roztwór 1 mola (132,3 g) 2-metylo-2-propylo-1,3-propandiolu w toluenie z dodatkiem 2 moli (242,4 g)  $N,N$ -dwumetyloaniliny w temperaturze do 60°C. Mieszaninę otrzymanego estru bischloromrówkowego 2-metylo-2-propylo-1,3-propandiolu wraz

z chlorowodorkiem  $N,N$ -dwumetyloaniliny schładza się do 20°C i wprowadza do 400 g 25% wodorotlenku amonowego w temperaturze do 40°C. Następnie oddestylowuje się azeotropowo z wodą toluen, zbierając frakcję do 90°C i  $N,N$ -dwumetyloanilinę (do 102°C). Pozostały po destylacji roztwór wodny sączy się z węglem aktywnym i schładza do 15°C. Wydzielony produkt techniczny krystalizuje się ponownie w wodzie. Wydajność 153—164 g, co stanowi 70—75% teorii w stosunku do użytego 2-metylo-2-propylo-1,3-propandiolu.

#### Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania dwukarbaminianu 2-metylo-2-propylo-1,3-propandiolu według patentu nr 42591, znamienny tym, że estryfikację 2-metylo-2-propylo-1,3-propandiolu fosgenem w obecności  $N,N$ -dwumetyloaniliny lub innej trzeciorzędowej aminy prowadzi się w podwyższonej temperaturze najlepiej do 60°C a uzyskaną po estryfikacji mieszaninę zawierającą ester 2-metylo-2-propylo-1,3-propandiolu, bezpośrednio bez oddzielenia chlorowodoru trzeciorzędowej aminy poddaje się w temperaturze 40°C amidowaniu, przez wprowadzenie jej do wodnego roztworu amoniaku, po czym oddestylowuje się toluen a następnie azeotropowo z wodą zastosowaną wolną aminę trzeciorzędową.

Starogardzkie Zakłady  
Farmaceutyczne „Polfa“

Zastępca: mgr inż. Antoni Sentek  
rzecznik patentowy