

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY 98405

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 06.10.75 (P. 183 812)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 23.10.76

Opis patentowy opublikowano: 30.12.1978

CZYTELNIJA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Int. Cl.². C07C 63/56

Twórca wynalazku: Zdzisław Bruszewski

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

Sposób wytwarzania kwasu m-bromofenylobursztynowego

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania kwasu m-bromofenylobursztynowego, który stanowi półprodukt do produkcji znanego leku przeciwpadaczkowego.

Znany jest sposób otrzymywania kwasu m-bromofenylobursztynowego przez hydrolizę estrów kwasu 2,3-dwucyjano-3-m-bromofenylopropionowego, za pomocą wodnych roztworów kwasów chlorowcowodorowych. Ten znany sposób obarczony jest szeregiem niedogodności technologicznych. Estry kwasu 2,3-dwucyjano-3-m-bromofenylopropionowego nie rozpuszczają się w wodnych roztworach kwasów chlorowcowodorowych, w związku z czym reakcja hydrolizy jest heterofazowa i przebiega z małą szybkością. Przeprowadzenie całkowitej hydrolizy wymaga ogrzewania w temperaturze wrzenia w czasie 15–24 godzin. Wydajności reakcji hydrolizy są niskie, wahają się w granicach do 50%. Mieszanina reakcyjna bardzo silnie pieni się w początkowym stadium reakcji, co powoduje konieczność stosowania naczyń reakcyjnych o bardzo dużej pojemności.

Dodatkowym utrudnieniem prowadzenia reakcji hydrolizy znanym sposobem jest fakt, że produkt reakcji, kwas m-bromofenylobursztynowy wypada z mieszaniny reakcyjnej w postaci twardej zbitej masy, co ogranicza powiększanie skali produkcji, ze względu na trudności związane z wydobyciem produktu z naczynia reakcyjnego.

Nieoczekiwanie okazało się, że zastosowanie do hydrolizy mieszaniny wodnego roztworu kwasu chlorowcowodorowego i kwasu octowego usuwa trudności znanego sposobu i pozwala na otrzymanie produktu z wydajnością powyżej 90%.

Metoda wytwarzania kwasu m-bromofenylobursztynowego pozwala na prowadzenie procesu w skali przemysłowej. Sposób jest łatwy i prosty technologicznie. Czas reakcji nie przekracza 6 godzin. Produkt wyodrębnia się przez rozcieńczenie mieszaniny poreakcyjnej wodą i odsączenie wykrystalizowanego osadu kwasu m-bromofenylobursztynowego.

P r z y k ł a d I. Roztwór 293 g (1 mol) estru metylowego kwasu 2,3-dwucyjano-3-m-bromofenylopropionowego w mieszaninie 500 ml kwasu octowego i 500 ml stężonego kwasu solnego ogrzewa się do wrzenia w ciągu 6 godzin. Następnie do wrzącego roztworu wkrapla się 3 litry wody, w takim tempie, aby utrzymać wrzenie

mieszaniny reakcyjnej. Roztwór pozostawia się do powolnego schłodzenia do temperatury otoczenia. Osad wykryształizowanego kwasu m-bromofenylobursztynowego odsącza się, przemywa wodą i suszy w suszarce w temperaturze 100°C. Otrzymuje się 260 g (95% wyd.teoret.) kwasu m-bromofenylobursztynowego o temperaturze topnienia 164–167°C.

Przykład II. Roztwór 293 g (1 mol) estru metylowego kwasu 2,3-dwucyjano-3-m-bromofenylopropionowego w mieszaninie 200 ml kwasu octowego, 350 ml stężonego kwasu solnego i 300 ml wody, ogrzewa się do wrzenia w ciągu 6 godzin. Następnie do mieszaniny reakcyjnej dodaje się jednorazowo przy mieszaniu 2,5 l wody. Wykryształizowany kwas m-bromofenylobursztynowy odsącza się, przemywa wodą i suszy w suszarce w temperaturze 100°C. Otrzymuje się 255 g (93% wyd.teoretycznej) o temperaturze topnienia 168–172°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania kwasu m-bromofenylobursztynowego przez hydrolizę niższego estru alkilowego kwasu 2,3-dwucyjano-3-(m-bromofenylo)-propionowego za pomocą kwasu chlorowcowodorowego, z n a m i e n n y t y m, że hydrolizę prowadzi się wobec mieszaniny wodnych roztworów kwasu octowego i chlorowcowodorowego, a produkt reakcji wyodrębnia się przez rozcieńczenie wodą mieszaniny poreakcyjnej.