



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 46838

Kl. 12 o, 2/01
Kl. internat. C 07 c

Instytut Farmaceutyczny*)

Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania 1, 1, 3-trójetoksy-2-bromopropanu

Patent trwa od dnia 12 maja 1961 r.

Wytwarzanie 1,1,3-trójetoksy-2-bromopropanu uzyskało znaczenie, ponieważ związek ten stosuje się obecnie do syntez, np. kwasu foliowego. Znany sposób otrzymywania tego związku został opisany w ubiegłym stuleciu (Ber. 3056, r. 1897). Nowsze prace (R. W. Price, A. Moos, J. Am. Chem. Soc. 67, 207, 1945, S. M. McElvain, L. R. Morris, J. Am. Chem. Soc. 73, 206, 1951) nawiązują do tego sposobu i stwierdzają, że wydajność wynosi 41—54%, jednakże nie wnoszą one istotnych nowości do znanego sposobu. W znany sposób wychodzi się z aldehydu α,β -dwubromopropionowego, który ogrzewa się w nadmiarze etanolu zawierającego 1% HCl pod chłodnicą zwrotną w ciągu 40 godzin, rozcieńcza wodą i ekstrahuje eterem. Po odpędzeniu eteru otrzymany olej przemycza się

zimnym rozcieńczonym ługiem sodowym, ponownie ekstrahuje eterem, a po odpędzeniu eteru destyluje produkt pod zmniejszonym ciśnieniem.

Wynalazek polega na zastosowaniu w reakcji wytwarzania 1,1,3-trójetoksy-2-bromopropanu z aldehydu α,β -dwubromopropionowego i etanolu azeotropowego usuwania wody ze środowiska reakcji w miarę jej powstawania. W tym celu według wynalazku stosuje się dodatek środka azeotropującego, np. benzenu lub czterochlorku węgla. Mieszaninę reakcyjną poddaje się wrzeniu, które zachodzi w temperaturze wrzenia azeotropu trójskładnikowego. Np. azeotrop etanol-benzen-woda wrze w temperaturze 63—64°C, a azeotrop etanol-czterochlorek węgla-woda w temperaturze około 61°C. Destylat odbiera się w kolumnie rektyfikacyjnej, która ma na celu oddzielenie właściwego azeotropu trójskładnikowego od innych oparów. W miarę potrzeby mieszaninę reakcyjną uzu-

*) Właściciel patentu oświadczył, iż współtwórcami wynalazku są mgr inż. Piotr Kazimierzczak i mgr inż. Tadeusz Mleczko.

pełnia się dodatkiem środka azeotropującego. Środek ten odzyskuje się przez rozdział destylatu. Reakcję prowadzi się do całkowitego zaniku grupy aldehydowej kontrolowanego za pomocą próby Fehlinga. Okazało się, że usuwanie wody ze środowiska reakcji w sposób według wynalazku skraca czas reakcji, zwiększa wydajność do około 75% oraz pozwala na bardzo ekonomiczne stosowanie etanolu, który regeneruje się z destylatu z wysoką wydajnością. Z jeszcze większą wydajnością oraz w sposób bardzo łatwy regeneruje się środek azeotropujący.

Przykład. 324 g aldehydu α,β -dwubromopropionowego rozpuszczono w 1020 ml etanolu zawierającego 1% HCl. Do tego roztworu dodano 300 ml benzenu. Mieszaninę ogrzewano do wrzenia, po czym rozpoczęto odbiór azeotropu trójskładnikowego. W czasie trwania destylacji mieszaninę reakcyjną uzupełniano benzenem. Proces prowadzono do uzyskania ujemnego wyniku próby Fehlinga. Mieszaninę poreakcyjną zobojętniono 5%-owym roztworem kwaśnego węgla sodowego i ekstrahowano benzenem. Wyciąg benzenowy osuszo-

no siarczanem sodowym, odpędzono z niego rozpuszczalnik, a produkt reakcji oddestylowano pod próżnią. W temperaturze 93–103°C przeszedł czysty 1,1,3-trójetoksy-2-bromopropan w ilości 287 g co stanowi wydajność 75%. Z destylatu azeotropowego jak również z ekstraktu benzenowego zregenerowano benzen. Z tegoż destylatu oraz roztworu otrzymanego po zobojętnieniu mieszaniny reakcyjnej zregenerowano etanol.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania 1,1,3-trójetoksy-2-bromopropanu z aldehydu α,β -dwubromopropionowego oraz etanolu, znamieny tym, że ze środowiska reakcji usuwa się wodę w miarę jej powstawania w postaci azeotropu trójskładnikowego dodając czynnika azeotropującego zwłaszcza benzenu lub czterochlorku węgla.

Instytut Farmaceutyczny

Zastępca: mgr inż. Witold Hennel
rzecznik patentowy