



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Int. Cl.¹ C07C 49/213

Zgłoszono: 25.01.80 (P. 221578)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 07.08.81

Opis patentowy opublikowano: 31.05.1985

**CZYTELNIKA
DŁOŻNA**

Twórcy wynalazku: Lucyna Dworak, Danuta Królik, Leszek Bańkowski,
Jerzy Rzeszowski, Oksana Pietraszkiewicz

Uprawniony z patentu: Instytut Przemysłu Organicznego,
Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania metylobenzyloketonu

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania metylobenzyloketonu, półproduktu stosowanego w przemyśle farmaceutycznym i barwnikarskim.

Znane są sposoby otrzymywania metylobenzyloketonu z bezwodnika octowego i kwasu fenylooctowego w obecności bezwodnego octanu sodowego. Pierwszy z nich polegał na ogrzewaniu bezwodnika octowego z bezwodnym octanem sodowym w ciągu 2 godzin, następnie wprowadzaniu kwasu fenylooctowego w stosunku molowym do bezwodnika octowego jak 1:4 i dalszym ogrzewaniu masy reagującej w temperaturze wrzenia w ciągu 18-20 godzin. Po oddestylowaniu nadmiaru bezwodnika octowego, dodaje się wodę i ekstrahuje się chloroformem. Produkt wyodrębnia się z ekstraktu chloroformowego w postaci połączenia z siarczynem sodowym i następnie wydziela się metylobenzyloketon znanymi sposobami. Metylobenzyloketon otrzymuje się z wydajnością 29%.

Według opisu patentowego ZSRR nr 450 792 metylobenzyloketon otrzymuje się tak, jak w pierwszym sposobie z tym, że do reakcji stosuje się dwukrotnie większy nadmiar bezwodnika octowego. Po oddestylowaniu nadmiaru bezwodnika octowego, mieszaninę poreakcyjną ochładza się do temperatury 20°C i zobojętnia się ją 10% roztworem wodnym wodorotlenku sodowego do pH 7. Wydzieloną warstwę olejową destyluje się z parą wodną i destylat ekstrahuje się chloroformem. Produkt wydziela się z ekstraktu przez destylację pod normalnym ciśnieniem. Metylobenzyloketon otrzymuje się z wydajnością 50%. Wadą tego sposobu jest to, że otrzymany produkt jest produktem zanieczyszczonym, a ilość czystego metylobenzyloketonu wynosi tylko 25%.

Nieoczekiwanie stwierdzono, że jeżeli produkt reakcji bezwodnika octowego, kwasu fenylooctowego i bezwodnego octanu sodowego po oddestylowaniu nadmiaru bezwodnika octowego lub odsączeniu octahu sodowego i oddestylowaniu bezwodnika octowego podda się hydrolizie zasadowej lub kwaśnej, to otrzyma się metylobenzyloketon z dużą wydajnością, o wysokiej czystości, bez konieczności jego skomplikowanego wyodrębniania.

Sposobem według wynalazku metylobenzyloketon otrzymuje się przez ogrzewanie jednocześnie bezwodnika octowego, kwasu fenylooctowego i bezwodnego octanu sodowego, w temperaturze wrzenia w ciągu 15-20 godzin, przy czym stosunek molowy bezwodnego octanu sodowego do kwasu fenylooctowego wynosi jak 1:1.

Po ochłodzeniu mieszaniny poreakcyjnej oddestylowuje się nadmiar bezwodnika octowego, odsącza wykrystalizowany octan sodowy i następnie z przesączu oddestylowuje się bezwodnik octowy, a pozostałość poddaje hydrolizie zasadowej lub kwaśnej. Po ochłodzeniu oddziela się warstwę olejową, a warstwę wodną ekstrahuje się chloroformem, po czym ekstrakt dołącza się do warstwy olejowej i całość poddaje destylacji, w wyniku czego otrzymuje się czysty metylobenzylketon z wydajnością 60%.

Sposób według wynalazku przewyższa dotychczas znane sposoby otrzymywania metylobenzylketonu przeszło dwukrotnie wyższą wydajnością otrzymanego produktu, omija się wstępny proces ogrzewania bezwodnika octowego z bezwodnym octanem sodowym oraz unika kłopotliwego sposobu wyodrębniania metylobenzylketonu.

Przykład I. Do reaktora zaopatrzonego w mieszadło mechaniczne, termometr i chłodnicę zwrotną wprowadza się bezwodnik octowy, kwas fenylooctowy i bezwodny octan sodowy w stosunku molowym jak 4:1:1 i całość ogrzewa się w temperaturze wrzenia 15–20 godzin. Następnie masę poreakcyjną chłodzi się i odsącza wykrystalizowany octan sodowy. Z przesączu oddestylowuje się nadmiar bezwodnika octowego, a pozostałość poddaje się hydrolizie zasadowej w ciągu 1 godziny w temperaturze 60–70°C. Po ochłodzeniu oddziela się warstwę oleistą a warstwę wodną ekstrahuje się trójrotnie chloroformem. Ekstrakt dołącza się do warstwy olejowej i całość poddaje się destylacji, w pierwszej kolejności pod normalnym ciśnieniem w celu oddestylowania rozpuszczalnika, a następnie pod ciśnieniem 30 hPa przedestylowuje się produkt. Otrzymuje się 98,5% metylobenzylketon o temperaturze wrzenia 216–217°C z wydajnością 60%.

Przykład II. Proces kondensacji prowadzi się jak w przykładzie I z tym, że po oddestylowaniu bezwodnika octowego pozostałość poddaje się hydrolizie kwaśnej w ciągu 3–6 godzin w temperaturze 100°C. Produkt wyodrębnia się jak w przykładzie I. Otrzymuje się 90% metylobenzylketon o temperaturze wrzenia 215–217°C z wydajnością 50%.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania metylobenzylketonu przez ogrzewanie w temperaturze wrzenia w ciągu 15–20 godzin bezwodnika octowego i kwasu fenylooctowego w obecności bezwodnego octanu sodowego, a następnie odsączeniu wykrystalizowanego octanu sodowego i oddestylowaniu bezwodnika octowego. **znamienny tym**, że pozostałość poddaje się hydrolizie zasadowej lub kwaśnej.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że ogrzewa się jednocześnie bezwodnik octowy, kwas fenylooctowy i bezwodny octan sodowy, przy czym stosunek molowy bezwodnego octanu sodowego do kwasu fenylooctowego wynosi 1:1.