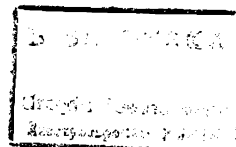


Opublikowano dnia 30 kwietnia 1954 r.

CO7C, 79/36



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 35876

Kl. 12 o, 10

Instytut Farmaceutyczny*)

(Warszawa, Polska)

Sposób wytwarzania *p*-nitroacetofenonu

Udzielono patentu z mocą od dnia 12 września 1952 r.

Dotychczasowy sposób wytwarzania *p*-nitroacetofenonu polega, jak wiadomo, na stosowaniu jako surowca chlorku *p*-nitrobenzoilu i estru etylowego kwasu malonowego. Surowce te są trudno dostępne, a ponadto sposób ten jest dość kłopotliwy i trudny do przeprowadzania w praktyce, gdyż wymaga stosowania związków metaloorganicznych.

Stwierdzono, że *p*-nitroacetofenon można otrzymać w sposób łatwiejszy z surowca łatwego dostępnego, jakim jest *p*-nitroetylobenzen, przez utlenianie go nadmanganianem potasu w środowisku wodnym, acetonowym lub wodnoacetonowym w obecności soli metali drugiej grupy lub podgrupy układu okresowego pierwiastków lub w obecności bezwodników alifatycznych kwasów tłuszczowych.

Jako sole metali nadające się do przeprowadzania sposobu według wynalazku można wymienić np. azotan lub siarczan magnezu, azotan wapnia, siarczan lub azotan cynku, jako zaś bez-

wodniki alifatycznych kwasów tłuszczowych stosuje się np. bezwodnik kwasu octowego. Reakcję przeprowadza się najkorzystniej w temperaturze poniżej 100° C.

Przykład I. Do mieszaniny 15 g *p*-nitroetylobenzenu i roztworu 50 g azotanu magnezu sześciowodnego w 200 ml wody, ogrzanej do temperatury 70° C, dodaje się małymi porcjami 25 g nadmanganianu potasu, mieszając energicznie i utrzymując przez cały czas temperaturę 70° C. Po dodaniu całej ilości nadmanganianu miesza się jeszcze przez dwie godziny, utrzymując tę samą temperaturę. Oziębioną mieszaninę poredakcyjną sączy się i z osadu, zawierającego dwutlenek manganu i *p*-nitroacetofenon, ekstrahuje się produkt eterem. Po oddestylowaniu rozpuszczalnika otrzymuje się krzepnący szybko olej. Otrzymuje się jasno-żółte kryształy o temperaturze topnienia 78—80° C.

Przykład II. Roztwór 15,1 g *p*-nitroetylobenzenu i 50 g azotanu magnezu sześciowodnego w 100 cm³ wody i 270 cm³ acetonu, oddestylowanego z nadnadmanganianu potasu, utlenia się jak w przykładzie I za pomocą 25 g nadmanga-

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest mgr Jerzy Wolf.

nianu potasu w temperaturze wrzenia mieszaniny reakcyjnej. Roztwór poreakcyjny sączy się na gorąco i oddestylowuje się aceton. Z pozostałości wydziela się *p*-nitroacetofenon.

Przykład III. Roztwór 15,1 g *p*-nitroetylobenzenu i 45 g czterowodnego azotanu wapnia w 200 cm³ acetonu, oddestylowanego z nad nadmanganianu potasu, utlenia się jak w przykładzie I za pomocą 25 g nadmanganianu potasu. Roztwór poreakcyjny sączy się na gorąco i z przesączu oddestylowuje się aceton. Z pozostałości wydziela się *p*-nitroacetofenon.

Przykład IV. Roztwór 15,1 g *p*-nitroetylobenzenu i 20 g bezwodnika octowego w 200 cm³ acetonu, oddestylowanego z nad nadmanganianu potasu, utlenia się jak w przykładzie I za pomocą 25 g nadmanganianu potasu w tempera-

turze wrzenia acetonu. Roztwór poreakcyjny przerabia się jak poprzednio.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania *p*-nitroacetofenonu, znamienny tym, że *p*-nitroetylobenzen utlenia się nadmanganianem potasu w środowisku wodnym, acetonowym lub acetonowodnym w obecności soli metali drugiej grupy lub podgrupy układu okresowego pierwiastków lub w obecności bezwodnika alifatycznego kwasu tłuszczowego.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że reakcję prowadzi się w temperaturze poniżej 100° C.

Instytut Farmaceutyczny

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych