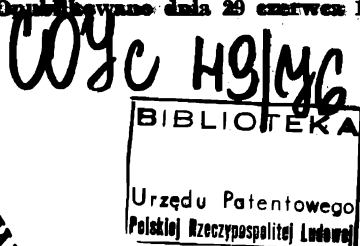


Opublikowane dnia 29 czerwca 1963 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 47059

 Kl. 12 o, 14
 Kl. internat. C 07 c

Instytut Chemii Ogólnej*)

Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania 1,3-dwumetylo-4-aceto-5-(III-rzęd.-butylo)-benzenu

Patent trwa od dnia 29 listopada 1961 r.

Znany sposób wytwarzania 1,3-dwumetylo-4-aceto-5-(III-rzęd.-butylo)-benzenu polega na acetylacji 1,3-dwumetylo-5-(III-rzęd.-butylo)-benzenu chlorkiem acetylu w obecności $FeCl_3$ lub $AlCl_3$ jako katalizatora w środowisku dwusiarczku węgla.

Sposób ten wykazuje tę niedogodność, że istnieje niebezpieczeństwo pożaru oraz możliwość zatrucia, wskutek stosowania dwusiarczku węgla, a poza tym wydajność reakcji jest niewielka i wynosi zaledwie 35% wydajności teoretycznej.

Stwierdzono, że można wytworzyć 1,3-dwumetylo-4-aceto-5-(III-rzęd.-butylo)-benzen z wydajnością rzędu 95%, jeśli proces

acetylowania 1,3-dwumetylo-5-(III-rzęd.-butylo)-benzenu prowadzi się w środowisku czterochlorku węgla, w zakresie temperatur od $0^\circ C$ do $10^\circ C$ w przeciągu kilku godzin.

Przykład. 93,4 g $AlCl_3$ w 400 ml czterochlorku węgla umieszczono w kolbie Witta i wkroplono 55 g chlorku acetylu w przeciągu 15 min. Następnie w temperaturze $5^\circ C$ wkroplono 96 g 1,3-dwumetylo-5-(III-rzęd.-butylo)-benzenu w przeciągu 3 godzin po czym mieszano jeszcze jedną godzinę. Następnie dodano lodu i mieszało 15 minut. Otrzymany produkt przemyto wodą, 1%-wym wodnym roztworem węglanu sodowego i oddestylowano czterochlorek węgla. Po oddestylowaniu czterochlorku węgla całość poddano destylacji próżniowej, po czym produkt odbierano jako frakcję o temperaturze wrzenia $127-134^\circ C$ przy 7 mm Hg. Otrzymano

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są doc. Włodzimierz Dąbrowski i mgr inż. Iwona Majewska.

114 g produktu, co stanowi 84,5% wydajności teoretycznej.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania 1,3-dwumetylo-4-aceto-5-(III-rzęd.-butylo)-benzenu przez acetylację

1,3-dwumetylo- 5-(III- rząd.- butylo)- benzenu chlorkiem acetylu, znamienny tym, że proces prowadzi się w środowisku czterochlorku węgla.

Instytut Chemii Ogólnej