



## POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

# OPIS PATENTOWY

Nr 45583

Kl. 12 o, 10

C07c 49/80

Politechnika Szczecińska  
(Katedra Chemii Organicznej)\*)

Szczecin, Polska

### Sposób wytwarzania $\omega$ -chloroacetofenonu

Patent trwa od dnia 9 czerwca 1960 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania  $\omega$ -chloroacetofenonu (chloroku fenacylu) przez działanie dwutlenkiem chloru na styren.

Znanych jest kilka metod wytwarzania  $\omega$ -chloroacetofenonu, a mianowicie: z benzonu i kwasu chlorooctowego w obecności  $AlCl_3$ , przez bezpośrednie chlorowanie acetofenonu lub acetofenonu rozpuszczonego w dwusiarczku węgla w temperaturze  $0^\circ C$ ; dalej — przez chlorowanie acetofenonu roztworem N-chloromocznika, bądź przez elektrolizę roztworu acetofenonu w kwasie solnym. Prócz tego znane są sposoby otrzymywania  $\omega$ -chloroacetofenonu z chloroku benzoilu i dwuazometanu w eterze; z bromku fenylo-magnezowego działaniem N-( $\alpha$ - $\beta$ -dwuchlorowinylo)-dwuetyloaminy albo chloroacetonitrylu oraz z miedziofenyłu lub fe-

nylodwuchloroarsyny działaniem kwasu chlorooctowego. Ponadto znane są sposoby, polegające na utlenieniu chlorohydryny styrenu dwuchromianem potasowym w kwasie siarkowym bądź na utlenianiu nadmanganianem potasowym dwufenacylodwuchloroku telluru oraz na otrzymywaniu  $\omega$ -chloroacetofenonu działaniem chloru na benzylidenoacetofenon (chalcon) w III-rzędowym alkoholu butylowym. Wytwarzanie  $\omega$ -chloroacetofenonu za pomocą dotychczasowych metod wymagało stosowania produktów trudnodostępnych oraz niebezpiecznych w użyciu rozpuszczalników jak np.  $CS_2$ .

Sposób wytwarzania  $\omega$ -chloroacetofenonu według wynalazku nie ma przytoczonych wad jest prosty i tani. Do wytwarzania  $\omega$ -chloroacetofenonu sposobem według wynalazku stosuje się styren łatwo dostępny, produkowany na skalę techniczną, oraz dwutlenek chloru także łatwo dostępny, produkowany na skalę

\*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest mgr inż. Józef Jałowiczor.

techniczną. Stosowanie rozpuszczalników niebezpiecznych w użyciu, zostało wyeliminowane. Stosowane rozpuszczalniki są również łatwo dostępne, powszechnie stosowane w syntezach organicznych.

Sposób wytwarzania  $\omega$ -chloroacetofenonu według wynalazku jest następujący. Roztwór styrenu w węglowodorze niereagującym z dwutlenkiem chloru lub w czterochlorku węgla, ewentualnie w kwasie octowym, wkrapla się do rozpuszczalnika niereagującego z dwutlenkiem chloru, zwłaszcza do węglowodoru jak cykloheksan lub benzen, do czterochlorku węgla, do kwasu octowego lub do wody. Rozpuszczalnik nasycy się wstępnie dwutlenkiem chloru. Reakcję prowadzi się w temperaturze 0—55°C. Po usunięciu rozpuszczalnika produkt reakcji destyluje się pod zmniejszonym ciśnieniem.

W przypadku zastosowania wody jako rozpuszczalnika do wody wkrapla się czysty styren.

Można też prowadzić reakcję bez rozpuszczalnika przepuszczając przez czysty styren mieszaninę dwutlenku chloru i gazu obojętnego.

Przykład prowadzenia procesu sposobem według wynalazku. W kolbie kulistej, jednolitej, zaopatrzonej w rurkę doprowadzającą gazy, rurkę odlotową połączoną z dobrze działającym wyciągiem, termometr sięgający dna kolby i wkraplacz, umieszcza się 250 ml czterochlorku węgla. Następnie przepuszcza się, oczyszczoną uprzednio od domieszek chloru — mieszaninę dwutlenku chloru i gazu obojętnego np. powietrza, o zawartości do 25%  $\text{ClO}_2$ . Po nasyceniu czterochlorku węgla dwutlenkiem chloru, wkrapla się roztwór, składający się z jednej części objętościowej styrenu i dwóch części objętościowych czterochlorku węgla, z taką szybkością, aby temperatura w kolbie nie przekraczała 55°C. Przekroczenie tej temperatury grozi wybuchem. W razie potrzeby kolbę chłodzi się wodą z lodem. W czasie reakcji, dopływający do reaktora dwutlenek chloru

jest prawie całkowicie pochłaniany w mieszaninie reakcyjnej. Reakcję przerywa się z chwilą intensywnego zabarwienia gazów odlotowych dwutlenkiem chloru. Po wydesorbowaniu powietrzem zaabsorbowanego dwutlenku chloru, z mieszaniny reakcyjnej oddestylowuje się czterochlorek węgla, a pozostałość, stanowiącą oleistą ciecz, przenosi się do kolby Claisena i destyluje pod zmniejszonym ciśnieniem.  $\omega$ -chloroacetofenon przechodzi w temperaturze 93—95°C/2 mm Hg — w postaci bezbarwnej, oleistej cieczy, która po oziębieniu i ewentualnym zaszczepieniu krzepnie. Temperatura topnienia wynosi 55—56°C.

#### Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania  $\omega$ -chloroacetofenonu, znamienny tym, że roztwór styrenu w węglowodorze niereagującym z dwutlenkiem chloru lub czterochlorku węgla ewentualnie w kwasie octowym wkrapla się do rozpuszczalnika niereagującego z dwutlenkiem chloru, zwłaszcza węglowodoru jak cykloheksan lub benzen, czterochlorku węgla, kwasu octowego lub wody, wstępnie nasyczonego dwutlenkiem chloru, po czym produkt reakcji, którą prowadzi się w temperaturze 0—55°C, po usunięciu rozpuszczalnika, destyluje się pod zmniejszonym ciśnieniem.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że w przypadku zastosowania wody jako rozpuszczalnika, wkrapla się do wody czysty styren.
3. Odmiana sposobu według zastrz. 1, znamienna tym, że reakcję prowadzi się bez rozpuszczalnika, przepuszczając przez czysty styren mieszaninę dwutlenku chloru i gazu obojętnego.

Politechnika Szczecińska  
(Katedra Chemii Organicznej)

Zastępca: mgr inż. Janusz Kryczkowski  
rzecznik patentowy

