



Patent dodatkowy
do patentu nr —

Zgłoszono: 14.09.76 (P. 213137)

Pierwszeństwo: —

Zgłoszenie ogłoszono: 28.03.78

Opis patentowy opublikowano: 10.03.1981

Int. Cl.² C07C 149/32

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Hanna Piotrowska, Zygmunt Matacz

Uprawniony z patentu: Politechnika Warszawska, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania α -nitrosiarczków

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania α -nitrosiarczków o wzorze ogólnym przedstawionym na rysunku, w którym R^1 i R^2 każde oddzielnie oznaczają grupy alkilowe o 1—6 atomach węgla, takie same lub różne, a A oznacza grupę tiofenylową.

Dotychczas α -nitrosiarczki powyższego typu wytwarzano przez reakcję soli nitrozwiązku z halogenkiem tioarylowym lub przez reakcję α -nitrosulfonu z solą tiofenu.

Sposób według wynalazku polega na działaniu na wodny roztwór soli nitroalkanu o wzorze ogólnym przedstawionym na rysunku, w którym R^1 i R^2 mają wyżej podane znaczenie, a A oznacza atom wodoru, sól tiofenu z metalem alkalicznym i wodnym roztworem żelazicyjanku potasu.

Sposób według wynalazku charakteryzuje się prostotą wykonania, a stosowane substraty są łatwo dostępne.

Przedmiot wynalazku jest bliżej objaśniony w przykładach wykonania, które nie ograniczają jego zakresu.

Przykład I. W roztworze 4,4 g (0,11 mola) wodorotlenku sodu (w 50 ml wody rozpuszcza się 4,45 g (0,05 mola) 2-nitropropanu i 7,25 g (0,05 mola) p-chlorotiofenu. Następnie dodaje się 50 ml benzenu i w temperaturze 5—10°C wkrapla roztwór 33 g (0,1 mola) żelazicyjanku potasu w 100 ml wody. Całość miesza się 0,5 godziny, od-

2

dziela warstwę organiczną, warstwę wodną ekstrahuje 2×30 ml benzenu, połączone ekstrakty benzenowe przemycza wodą i suszy nad siarczanem magnezu. Benzen oddestylowuje się pod zmniejszonym ciśnieniem, a pozostałość krystalizuje z mieszaniny benzen-ligroina. Otrzymuje się 2,9 (25%) 2-nitro-2-(p-chlorofenylotio)-propanu o temperaturze topnienia 86—88°C.

Analiza elementarna:

Dla wzoru $C_9H_{10}O_2NSCl$

obliczono 46,8% C; 4,3% H; 6,3% N
znaleziono 46,7% C; 4,3% H; 6,1% N

Przykład II. Postępując jak w przykładzie I, z 5,85 g (0,05 mola) 2-nitropentanu i pozostałych substratów, jak w przykładzie I otrzymano 2,7 g (21%) 2-nitro-2-(p-chlorofenylotio)pentanu.

Zastrzeżenie patentowe

- 20 Sposób wytwarzania α -nitrosiarczków o wzorze ogólnym przedstawionym na rysunku, w którym R^1 i R^2 każde oddzielnie oznaczają grupy alkilowe o 1—6 atomach węgla, takie same lub różne, a A oznacza grupę tiofenylową, **znamienny tym,**
- 25 że wodny roztwór soli nitroalkanu o wzorze ogólnym przedstawionym na rysunku, w którym R^1 i R^2 mają wyżej podane znaczenie, a A oznacza atom wodoru poddaje się działaniu soli tiofenu z metalem alkalicznym i wodnego roztworu żelazicyjanku potasu.
- 30

