



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 18.II.1964 (P 106 130)

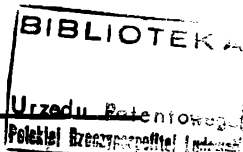
Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 20.XII.1966

Kl. 12 o, 11

MKP C 07 c 49/40

UKD



Współtwórcy wynalazku: doc. dr Abram Ostaszyński, prof. dr Tadeusz
Urbański, mgr Jerzy Welgat

Właściciel patentu: Polska Akademia Nauk (Zakład Syntezy Organicznej,
Warszawa (Polska))

**Sposób otrzymywania estrów etylowych kwasów 3-nitro-1,
2-propano oraz 3-nitro-1, 2-butanokarboksylowych**

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania estrów etylowych kwasów 3-nitro-1, 2-propano- i 3-nitro-1, 2-butanokarboksylowych. Estry te mają znaczenie jako produkty wyjściowe do dalszych syntez organicznych.

Estrów kwasów 3-nitro-1, 2-propano- oraz 3-nitro-1, 2-butanokarboksylowych nie udawało się dotychczas otrzymać, ponieważ kondensację nitrometanu lub nitroetanu z maleinianem etylowym lub fumaranem etylowym prowadzono w sposób tradycyjny, tj. w obecności alkalicznych katalizatorów, takich jak NaOH, Na₂CO₃, K₂CO₃ itp. W tych warunkach produkty reakcji uległy natychmiastowemu rozkładowi z wydzielaniem tlenków azotu.

Obecnie okazało się, że o ile według wynalazku jako katalizatora użyje się bezwodnego obojętnego KF, wówczas kondensacja nitrometanu lub nitroetanu z maleinianem etylowym lub fumaranem etylowym zachodzi i nie następuje rozkład produktów.

Sposobem według wynalazku kondensację prowadzi się w temperaturze poniżej 100°C w czasie zależnym od ilości substratów. Po zakończeniu kondensacji i oddestylowaniu nieprzereagowanych substratów produkt kondensacji wyodrębnia się przez oddestylowanie pod zmniejszonym ciśnieniem

2

Przykład I. 1, 1 mola nitrometanu miesza się z 1 molem fumaranu etylu oraz 0,5 molem KF, po czym ogrzewa do temperatury około 70°C i utrzymuje w tej temperaturze przez 10 godzin. Po zakończeniu kondensacji i oddestylowaniu nieprzereagowanych substratów otrzymany produkt oddestylowuje się w temperaturze 118–120°C pod ciśnieniem 0,4 mm Hg. Otrzymany ester etylowy kwasu 3-nitro-1, 2-propanokarboksylowego posiada $n_D^{27} = 1,4405$.

Przykład II. 1,1 mola nitroetanu miesza się z 1 molem maleinianu etylu oraz z 1 molem KF, po czym kondensację prowadzi się jak w przykładzie I. Otrzymany ester etylowy kwasu 3-nitro-1, 2-butanokarboksylowego posiada $n_D^{27} = 1,4413$.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania estrów etylowych kwasów 3-nitro-1, 2-propano- oraz 3-nitro-1, 2-butanokarboksylowych, **znamienny tym**, że nitrometan lub nitroetan kondensuje się z maleinianem etylowym lub fumaranem etylowym w obecności bezwodnego obojętnego fluorku potasu, po czym produkt kondensacji wyodrębnia się przez destylację po oddestylowaniu nieprzereagowanych substratów.