

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

58688

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12 q, 24

Zgłoszono: 15.VIII.1966 (P 116 097)

Pierwszeństwo: _____

MKP C 07 d 7/06

Opublikowano: 5.XI.1969

UKD

MS

Współtwórcy wynalazku: prof. Edward Treszczanowicz, mgr inż. Luiza Łabędź

Właściciel patentu: Instytut Chemii Ogólnej, Warszawa (Polska)

Sposób otrzymywania 1,8-naftalidu z oksymu acenaftenonu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania δ -laktonu kwasu 8-metylo-1-naftoesowego zwanego dalej 1,8-naftalidem.

Związek ten może być traktowany jako monomer służący do otrzymywania poliestrów na drodze polimeryzacji. Schemat otrzymywania 1,8-naftalidu z oksymu acenaftenonu według dotychczasowych metod przedstawiono na rysunku. O'Brien i Smith otrzymywali go bowiem wychodząc z oksymu acenaftenonu, w trzech etapach. Na oksym acenaftenonu o wzorze 1 działano roztworem pięciochloru fosforu w benzenie, po czym otrzymaną N-chloro-1-acenaftenoiminę o wzorze 2 wydzielano ze smolistych produktów reakcji metodą chromatografii kolumnowej.

W drugim etapie na wyodrębniony związek o wzorze 2 działano 70% kwasem octowym otrzymując nityl kwasu 8-chlorometylo-1-naftoesowego o wzorze 3, który wydzielano z mieszaniny reakcyjnej również metodą chromatografii kolumnowej. Następnie otrzymywany nityl za pomocą hydrolizy w środowisku alkalicznym przeprowadzano w 1,8-naftalid o wzorze 4, który wyodrębniano z mieszaniny reakcyjnej na drodze ekstrakcji chloroformem. Wydajność otrzymywanego tym sposobem 1,8-naftalidu była bardzo mała i wynosiła w stosunku do oksymu acenaftenonu zaledwie 1,5%.

Jak wynika z powyższego podany trójetapowy sposób wytwarzania 1,8-naftalidu był uciążliwy.

2

Do wyodrębniania produktów pośrednich stosowano metodę chromatografii kolumnowej, a niekiedy dodatkowo stosowano oczyszczanie tych substancji przez krystalizację z różnych rozpuszczalników. W związku z tym wydajność tego procesu była bardzo niska.

Stwierdzono, że można skrócić sposób otrzymywania 1,8-naftalidu i otrzymać go ze znacznie większą wydajnością, eliminując etap tworzenia się nitylu kwasu 8-chlorometylo-1-naftoesowego.

W sposobie według wynalazku w etapie pierwszym na stężony roztwór oksymu acenaftenonu w benzenie działa się zawiesiną pięciochloru fosforowego w temperaturze wrzenia układu. Po zakończeniu reakcji odparowuje się rozpuszczalnik i z surowego produktu ekstrahuje się benzyną, eterem lub innym rozpuszczalnikiem czystą N-chloro-1-acenaftenoiminę. W etapie drugim N-chloro-1-acenaftenoiminę poddaje się hydrolizie w środowisku silnie kwaśnym lub alkalicznym w temperaturze podwyższonej i uzyskuje się bezpośrednio 1,8-naftalid.

Przykład I. Na stężony roztwór zawierający 5 g oksymu acenaftenonu w 300 ml benzenu działa się zawiesiną 30 g PCl_5 w 50 ml benzenu. Po odparowaniu rozpuszczalnika otrzymuje się surowy produkt, z którego przez ekstrakcję benzyną apteczną uzyskuje 1,2 g czystej N-chloro-1-acenaftenoiminy. Otrzymaną w ten sposób chloroiminę o temperaturze topnienia 95–96,2°C pod-

daje się bezpośrednio hydrolizie. W tym celu do uzyskanej ilości chloroiminy dodaje się 180 ml 15% wodnego roztworu wodorotlenku sodowego i ogrzewa się w ciągu 2 godzin, utrzymując w stanie wrzenia. Po ostudzeniu i rozcieńczeniu wodą wytrąca się 0,6 g 1,8-naftalidu o temperaturze topnienia 155—156°C. Wydajność 1,8-naftalidu w stosunku do chloroiminy wynosi 55,6%, a w stosunku do oksymu acenaftenonu 11,9%.

Przykład II. Reakcję prowadzi się jak w przykładzie I, przy czym z surowego produktu ekstrahuje się czystą N-chloro-1-acenaftenoiminę za pomocą eteru. Następnie do 1—2 g czystej N-chloro-1-acenaftenoiminy dodaje się 50 ml 50% kwasu siarkowego i ogrzewa się przez 2 godziny pod chłodnicą zwrotną w temperaturze 100°C. Po zakończeniu reakcji i oziębieniu roztworu, wykrystalizowuje surowy 1,8-naftalid w ilości

0,6 g, co stanowi 55,6% wydajności w stosunku do N-chloro-1-acenaftenoiminy, a w stosunku do oksymu acenaftenonu 11,9%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania 1,8-naftalidu z oksymu acenaftenonu **znamienny tym**, że stężony roztwór oksymu acenaftenonu w benzenie traktuje się w znany sposób w temperaturze wrzenia układu, zawieszają pięciochlorku fosforu w benzenie, a po zakończeniu reakcji odparowuje się rozpuszczalnik i z produktu surowego ekstrahuje benzyną, eterem lub innym rozpuszczalnikiem czystą N-chloro-1-acenaftenoiminą, którą bezpośrednio poddaje się hydrolizie w środowisku silnie kwaśnym lub alkalicznym w temperaturze podwyższonej.

