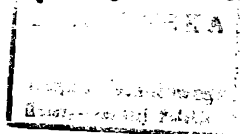


Opublikowano dnia 15 maja 1954 r.



C07d 33/38



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 35983

Kl. 12 p, 1/10

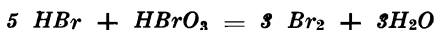
Instytut Chemii Nieorganicznej *)

(Gliwice, Polska)

Sposób bromowania związków organicznych, a w szczególności otrzymywania bromopochodnych oksychinoliny

Udzielono patentu z mocą od dnia 31 lipca 1952 r.

Znane sposoby bromowania związków organicznych polegają przeważnie na stosowaniu bromu molekularnego. Znane jest również i znacznie wygodniejsze stosowanie mieszaniny stechiometrycznej bromku i bromianu, która w środowisku kwaśnym na skutek reakcji między wolnym bromowodorem a kwasem bromowym wydziela brom molekularny według równania



Niezależnie od tego, czy stosuje się do bromowania związków organicznych brom molekularny czy mieszaninę stechiometryczną bromku z bromianem, w reakcji bromowania połowa użytego bromu ulega podstawieniu na miejsce wodoru, druga połowa zaś wiąże wydzielony wodor i tworzy bromowodór, który stanowi produkt odpadowy. Wobec tego wydajność bromowania, przeliczona na brom, może wynosić najwyżej 50%.

Przedmiotem wynalazku jest sposób bromowania związków organicznych przy użyciu mieszaniny bromku i bromianów w środowisku

kwaśnym, pozwalający na wykorzystanie prawie całej ilości wprowadzonego bromu, z wydajnością bliską 100% w przeliczeniu na brom.

Sposób według wynalazku polega na tym, że stosuje się do bromowania mieszaninę bromku z bromianem, w której na 5 moli bromku przypada 2,5 mola bromianu, czyli na 1 mol bromku 0,5 mola bromianu.

Stosunek ten został wyliczony według następującego rozumowania. Jeśli z ilości stechiometrycznej według wyżej podanego równania po dokonaniu bromowania pozostają 3 mole bromowodoru, na ich utlenienie do bromu molekularnego należy dostarczyć $\frac{2}{3}$ mola bromianu. Stąd otrzymany brom przejdzie również w połowie na bromowodór, który można utlenić dalszą ilością bromianu. Tą drogą dochodzi się do ilości bromianu, która jest sumą wyrazów postępu geometrycznego nieskończonego:

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest Józef Wąsik w Gliwicach.

1, $\frac{3}{5}$, $(\frac{3}{5})^2$, $(\frac{3}{5})^3$

Suma tego postępu wynosi 2,5 i jest to ilość moli bromianu, którą stosuje się według wynalazku na 5 moli bromku.

Sposób według wynalazku został wypróbowany w zastosowaniu do bromowania oksychinoliny i dał szczególnie dobre wyniki.

Przykład. 119,01 g bromku potasu oraz 83,50 g bromianu potasu rozpuszczono w 2,5 litrach wody. Do uzyskanego roztworu wprowadzono, mieszając, roztwór 108,75 g 8-oksychinoliny w kwasie siarkowym, otrzymanym przez rozcieńczenie 116 g stężonego 98% chemicznie czystego kwasu w 0,5 litra wody. Temperatura obu cieczy przed zmieszaniem wynosiła 15° C. Po dwóch godzinach odsączono wydzielony osad, przemyto i wysuszono. Osad stanowiła dwubromooksychinolina w ilości 224 g, co stanowi wydajność 98,5% w przeliczeniu na brom. W celu otrzymania z tego produktu chemicznie czystej 5,7-dwubromo-8-oksychinoliny rozpuszczono go

w stężonym kwasie solnym, otrzymany roztwór wlane do obfitej ilości wody destylowanej, wydzielony na skutek hydrolizy osad odsączono, przemyto do zaniku reakcji na jony Cl^- i przekrystalizowano z zasad pikolinowych.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób bromowania związków organicznych przy użyciu mieszaniny bromku i bromianu w środowisku kwaśnym, znamienny tym, że stosuje się na 1 mol bromku 0,5 mol bromianu.
2. Sposób według zastrz. 1 w zastosowaniu do bromowania 8-oksychinoliny, znamienny tym, że na około 108 części wagowych 8-oksychinoliny stosuje się około 119 części wagowych bromku potasu oraz około 83,5 części wagowych bromianu potasu.

Instytut Chemii Nieorganicznej
Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych