



C07c 49/76

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 37288

Kl. 12 o, 10

Instytut Farmaceutyczny*)

Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania pseudokumochinonu

Udzielono patentu z mocą od dnia 26 września 1953 r.

Znany jest sposób wytwarzania pseudokumochinonu przez redukcję kwasu dwunitropseudokumosulfonowego za pomocą cyny i utlanianie otrzymanej pseudokumylenodwuaminy przy czym podczas redukcji grup nitrowych w położeniu 3 i 6 następuje odszczepienie grupy sulfonowej w położeniu 5. Jako środek redukujący Zirm i Pongratz proponowali cynę. Stosowanie tego metalu na skalę techniczną jest jednak bardzo kosztowne.

Stwierdzono, że zamiast cyny do redukcji kwasu dwunitropseudokumosulfonowego można stosować żelazo w postaci np. wiórków żeliwnych lub cynk aktywowany kwasem solnym, po czym utlenia się otrzymaną po redukcji pseudokumylenodwuaminę za pomocą siarczanu żelazowego w kwasie siarkowym otrzymując produkt czysty z wydajnością około 90% obliczonej w stosunku do pseudokumylenodwuaminy.

Przez zastąpienie stosowanej do redukcji kwasu dwunitropseudokumosulfonowego kosztownej

cyny przez wiórki żeliwne osiąga się znaczne obniżenie kosztów produkcji i pseudokumochinonu, zwłaszcza że i kwas dwunitropseudokumosulfonowy otrzymuje się z pseudokumenu, który jest łatwo dostępny i występuje w smołe węglowej.

Przykład. 145 g kwasu dwunitropseudokumosulfonowego dodaje się do wrzącej mieszaniny 750 g wody, 300 g wiórków żeliwnych i 10 g stężonego kwasu solnego. Redukcja trwa 8 godzin. Następnie alkalizuje się mieszaninę i odsącza osad tlenku żelaza. Po zakwaszeniu przesączu wypada połączenie pseudokumylenodwuaminy z żelazem, które odsącza się. Osad miesza się z 640 g 10%-ego kwasu siarkowego i ogrzewa pod chłodnicą zwrotną przez 5 godzin, następnie chłodzi, dodaje 340 g siarczanu żelazowego, ogrzewa na łaźni wodnej pod chłodnicą zwrotną jeszcze przez godzinę i oddestylowuje pseudokumochinon z parą wodną. Destylat ziębi się do około 0°C, a następnie odsącza się produkt. Otrzymuje się 47 g pseudokumochinonu o temperaturze topnienia 26—27°C. Wydajność całko-

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są inż. Romana Jaworska, mgr inż. Wiesław Lewenstein i inż. Barbara Zyczyńska.

wita w stosunku do kwasu dwunitropseudokumosulfonowego wynosi 63%.

.Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania pseudokumochinonu przez redukcję kwasu dwunitropseudokumosulfonowego i utlenianie otrzymanej pseudokumylenodwuaminy, znamienny tym, że redukcje kwasu

dwunitropseudokumosulfonowego przeprowadza się za pomocą wiórków żeliwnych lub cynku, aktywowanych kwasem solnym, a produkt redukcji utlenia za pomocą siarczanu żelazowego w obecności kwasu siarkowego.

Instytut Farmaceutyczny

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych