



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 37748

120, 10
Kl. 12a, 10

„Toxa“
Chemiczno-Farmaceutyczne Laboratorium Spółdzielcze
Spółdzielnia Pracy*)

Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania 2, 4-dwumetyloacetofenonu z m-ksylenu

Udzielono patentu z mocą od dnia 29 maja 1954 r.

Znane są sposoby wytwarzania 2,4-dwumetyloacetofenonu z m-ksylenu. I tak np. Claus (Berichte 19,230) opisał sposób wytwarzania 2,4-dwumetyloacetofenonu przez działanie na m-ksylen chlorkiem acetylu i chlorkiem glinowym. Znany jest również sposób polegający na ogrzewaniu m-ksylenu z bezwodnym kwasem octowym i chlorkiem cynkowym przy jednoczesnym wkraplaniu tlenochlorku fosforu (Frey, Horowitz J. pr. [2] 43, 120). Sposoby te jednak wykazują tę niedogodność, iż pierwszy z nich wymaga stosowania trudno dostępnego bezwodnego chlorku glinowego, drugi zaś — stosowania tlenochlorku fosforu.

Stwierdzono, że 2,4-dwumetyloacetofenon można otrzymać, unikając powyższych niedogodności, skoro m-ksylen ogrzewać, mieszając energicznie, z bezwodnikiem kwasu octowego

w obecności chlorku cynkowego. Stwierdzono ponadto, że jako materiał wyjściowy można stosować również surowy m-ksylen (techniczny), który jak wiadomo obok izomeru meta zawiera izomery orto i para. Izomery te tworzą podczas reakcji opisanej powyżej odpowiednie ketony i to w ilościach nieznacznych, nie przekraczających 1% w stosunku do użytego bezwodnika kwasu octowego, przy czym ketony te łatwo jest oddzielić, przez oddestylowanie 2,4-dwumetyloacetofenonu. 2,4-dwumetyloacetofenon jest bardzo cennym środkiem pachnącym, przypominającym zapach mimosy.

Przykład. Mieszaninę składającą się z 45 kg technicznego ksylenu, 29,3 kg chlorku cynkowego oraz 30 kg bezwodnika kwasu octowego ogrzewa się w temperaturze 100 — 130°C silnie mieszając, w ciągu 6—10 godzin. Produkt reakcji wylewa się do wody i w znany sposób poddaje dalszej przeróbce. Surowy 2,4-dwume-

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są dr Janusz Kulesza i mgr Regina Lubańska

tyloacetofenon rektyfikuje się przy użyciu kolumnienki, pod zmniejszonym ciśnieniem. Temperatura wrzenia 125°C przy ciśnieniu 18 mm słupa rtęci. Wydajność wynosi 15 kg. Odpadowy ksylen można wykorzystać jako rozpuszczalnik do celów technicznych.

Zastrzeżenia patentowe

1 Sposób wytwarzania 2,4-dwumetyloacetofenonu z m-ksylenu, w obecności chlorku cynkowego, znamienny tym, że m-ksylen

ogrzewa się, mieszając energicznie z bezwodnikiem kwasu octowego.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że jako produkt wyjściowy stosuje się techniczny m-ksylen, zawierający jako zanieczyszczenia izomery orto i para.

„Toxa“

Chemiczno-Farmaceutyczne
Laboratorium Spółdzielcze
Spółdzielnia Pracy

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych