

URZĄD PATENTOWY



GOlc 3/00

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 26952.

Roman Małachowski
(Lwów, Polska).

Kl. 12 k, 8.

12k, 3/00

Sposób wytwarzania tlenocyjanku węgla.

Zgłoszono 8 kwietnia 1937 r.

Udzielono 14 lipca 1938 r.

Tlenocyjanek węgla o wzorze chemicznym $CO(CN)_2$ był dotąd związkiem nieznanym.

Niniejszy wynalazek polega na wykryciu, że tlenocyjanek węgla można wytwarzać według wynalazku stosując jako materiał wyjściowy dwuizonitrozoaceton o wzorze chemicznym



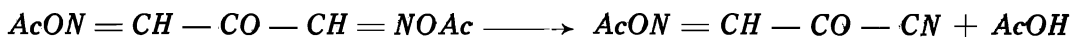
W tym celu dwuizonitrozoaceton przeprowadza się najpierw za pomocą zwykle

stosowanych środków acylujących w pochodną dwuacylową o wzorze ogólnym



którą następnie poddaje się rozkładowi działaniem ciepła w dwóch stopniach.

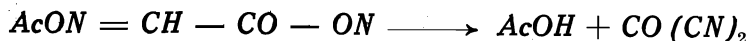
W pierwszym stopniu rozkładu ogrzewa się w odpowiedniej temperaturze i pod ciśnieniem znacznie niższym od atmosferycznego i powoduje się rozpad dwuacylowej pochodnej według równania:



W reakcji tej powstaje więc cyjanek acyloksiminoacetylowy o wzorze ogólnym $AcON = CH - CO - CN$, przy czym wydziela się 1 cząsteczka kwasu $AcOH$.

Otrzymany cyjanek acyloksiminoacetylowy poddaje się dalszemu rozkładowi przez ogrzewanie do wyższej temperatury i pod ciśnieniem wyższym, niż w poprzed-

nim stopniu, ale jednak niższym od atmosferycznego. Następuje odszczepienie dru-



Powstający tlenocyjanek węgla przechodzi do odbieralnika, w którym zostaje skroplony przez silne oziębienie. Przez kilkakrotną destylację otrzymuje się go w stanie czystym.

Jako środki acylujące mogą być zastosowane bezwodniki kwasów tłuszczowych, np. bezwodnik octowy i bezwodnik propionowy.

Można uprościć postępowanie nie wyodrębniając pochodnej dwuacylowej, lecz przeprowadzając reakcję w ten sposób, że po wykonaniu acylowania oddestylowuje się pod niskim ciśnieniem i w możliwie niskiej temperaturze nadmiar środka acylującego i utworzony kwas AcOH , a bezpośrednio po tym przez odpowiednie podwyższenie temperatury powoduje się rozpad pochodnej dwuacylowej.

Dalsze uproszczenie polega na tym, że oba stopnie rozkładu łączy się w ten sam zabieg w ten sposób, że po zakończeniu pierwszej reakcji rozpadowej powoduje się drugą reakcję rozpadową przez odpowiednie podwyższenie temperatury i ciśnienia nie wyodrębniając pośrednio tworzącego się cyjanku acyloksiminoacetylowego.

Przykład. Dwuizonitrozoacetone ogrzewa się na łaźni wodnej z trzykrotną ilości wagową bezwodnika octowego, aż do rozpuszczenia. Z roztworu oddestylowuje się pod ciśnieniem 12 mm w temperaturze do 80° kwas octowy i nadmiar bezwodnika octowego, po czym podwyższa się temperaturę do $100 - 110^\circ$. Po ukończeniu reakcji rozpadowej oddestylowuje się utworzony cyjanek acetoksiminoacetylowy pod ciśnieniem 12 mm w temperaturze $130 - 140^\circ$ do odbieralnika. Jest to krystaliczny bezbarwny związek o temperaturze topnienia 90° . Wydajność wynosi $60 - 65\%$ wydajności

giej cząsteczki kwasu AcOH i utworzenie tlenocyjanku węgla w myśl równania:

teoretycznej w obliczeniu na dwuizonitrozoacetone.

Otrzymany cyjanek ogrzewa się pod ciśnieniem $200 - 220$ mm do temperatury $150 - 170^\circ$ i zbiera destylat w silnie ziębionym odbieralniku. Otrzymuje się w ten sposób mieszaninę tlenocyjanku węgla, kwasu octowego i cyjanowodoru, z której wyodrębnia się czysty tlenocyjanek węgla przez wielokrotną destylację frakcjonowaną, wykonywaną z początku pod ciśnieniem zmniejszonym, a wreszcie pod atmosferycznym. Wydajność czystego tlenocyjanku węgla wynosi $30 - 40\%$ wydajności teoretycznej w obliczeniu na cyjanek acetoksiminoacetylowy.

Tlenocyjanek węgla jest prawie bezbarwną cieczą, wrzącą w temperaturze $65 - 66^\circ$ pod ciśnieniem atmosferycznym i posiadającą ciężar właściwy 1,124. Posiada oszałamiający zapach podobny do zapachu cyjanowodoru. Jest związkiem chemicznym bardzo czynnym, nadającym się do wielu przemian syntetyczno-organicznych, zwłaszcza do wprowadzania grupy — COCN .

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania tlenocyjanku węgla, znamieny tym, że dwuizonitrozoacetone przeprowadza się za pomocą środków acylujących w pochodną dwuacylową, z której przez ogrzewanie odszczepia się jedną cząsteczkę kwasu AcOH , po czym otrzymany cyjanek acyloksiminoacetylowy, ewentualnie wydzielony, ogrzewa się w jeszcze wyższej temperaturze aż do odszczepienia drugiej cząsteczki kwasu AcOH .

Roman Małachowski.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.