

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

232616
(11) (B1)

(22) Prihlášené 11 11 82
(21) (PV 8026-82)

(40) Zverejnené 18 06 84

(45) Vydané 15 12 86

(51) Int. Cl.³
C 07 C 39/08

(75)
Autor vynálezu

NEVYDAL JOZEF ing., MANDÚCH MILAN ing., HLOHOVEC,
FRIMM RICHARD doc. ing. CSc., BRATISLAVA (ČSSR),
AFANASJEV IGOR BORISOVIČ DrSc.,
SAMOCHVALOV GLEB IVANOVICH DrSc.,
BEREGOVYCH VALERIJ VASILJEVIČ CSc., MOSKVA (SSSR)

(54) Spôsob prípravy 2,3,5-trimetylhydrochinónu

1

2

Spôsob prípravy 2,3,5-trimetylhydrochinónu katalytickou hydrogenáciou 2,3,5-trimetylbenzochinónu v prostredí organického rozpúšťadla a paládia na nosiči ako katalyzátora vyznačujúci sa tým, že sa hydrogenácia prevádza v prostredí chloridu paládmatého za súčasnej tvorby katalyzátora in situ.

Vynález sa týka zlepšeného postupu prípravy 2,3,5-trimetylhydrochinónu katalytickou hydrogenáciou 2,3,5-trimetylbenzochinónu za použitia paládiového katalyzátora a organického rozpúšťadla.

2,3,5-Trimetylhydrochinón je dôležitý antioxidačný prostriedok pre oleje a masti, UV stabilizátor pre kaučuk a syntetické polyméry, ako aj dôležitý medziprodukt syntézy vitamínu E. 2,3,5-Trimetylhydrochinón sa môže pripraviť chemickou redukciou 2,3,5-trimetylbenzochinónu pomocou redukčného činidla, napríklad ditioničitanu sodného, alebo katalytickou hydrogenáciou vodíkom v prítomnosti ušľachtileho kovu ako je paládium alebo platina, v prítomnosti organického rozpúšťadla. Napríklad v nemeckom patentovom spise 2 309 051 je popísaný postup prípravy 2,3,5-trimetylhydrochinónu vo vysokej čistote. Katalytická hydrogenácia sa prevádza v prítomnosti katalyzátora, ktorý bol pripravený vyredukovaním paládia na nosič mimo reakčnej zmesi a vysušený. Takto pripravený katalyzátor pri opakovanom použití rýchle stráca aktivitu, dôsledkom čoho je neúnosné predĺženie reakčnej doby. Napríklad pri použití 0,045 g čistého paládia na mol 2,3,5-trimetylbenzochinónu predĺži sa pri piatom pokuse v acetóne ako rozpúšťadle reakčný čas na 420 min. z pôvodných 120 min. pri prvom pokuse. U ostatných rozpúšťadiel je to ešte horšie, v metylizobutylketóne 480 min., v terciálnom butanole, diizopropylétere, toluéne i etylacetáte nedôjde pri piatom pokuse k dohydrogenovaniu 2,3,5-trimetylbenzochinónu. Z prevádzkového hľadiska je strata aktivity katalyzátora nevýhodná, lebo doba reakcie je nekonštantná, (postupne sa predlžuje).

Uvedené nevýhody odstraňuje spôsob prípravy 2,3,5-trimetylhydrochinónu podľa vynálezu, ktorý spočíva v tom, že katalyzátor sa pripravuje priamo v reakčnej zmesi vyredukovaním paládia vodíkom na nosič (s výhodou aktívne uhlie) z roztoku chloridu paládnateho. Takto pripravený katalyzátor má oveľa vyššiu aktivitu ako katalyzátor, pripravený mimo reakčnej zmesi a vysušený ako je popísané vo vyššie uvedenom nemeckom patentovom spise. Dá sa predpokladať, že príčinou vysokej aktivity katalyzátora je prítomnosť chloridových iónov v reakčnej zmesi. Pri opakovanom použití katalyzátora pridá sa do reakčnej zmesi minimálne množstvo roztoku chloridu paládnateho, čím sa udrží vysoká aktivita katalyzátora. Takýmto spôsobom sa previedlo 20 hydrogenácií (násada 1 mol 2,3,5-trime-

tylbenzochinónu), pričom katalyzátor si neustále udržiaval vysokú aktivitu, čo sa prejavilo prakticky konštantným reakčným časom, pohybujúcim sa v rozmedzí 80 až 120 minút. Katalyzátor se dal ďalej používať. Spotreba čistého paládia bez regenerácie na mol 2,3,5-trimetylbenzochinónu bola 0,006 g, u postupu podľa nemeckého patentu č. 2 309 051 je spotreba paládia na rovnaký počet pokusov s tou istou násadou 2,3,5-trimetylbenzochinónu 0,036 g, t. j. 6-krát vyššia. Tento násobok sa úmerne zvýši s množstvom pokusov s opätovným použitím katalyzátora, pri 50 pokusoch je to už 15-krát.

V ďalšom je predmet vynálezu objasnený na troch príkladoch bez toho, že by sa na ne výlučne obmedzoval.

Príklad 1

Do 2 litrového autoklávu sa dá 1500 ml acetónu, 150 g (1 mol) 2,3,5-trimetylbenzochinónu, obsah 98 %, 0,75 ml 10%-ného hmot. roztoku chloridu paládnateho a 10 g aktívneho uhlia. Hydrogenuje sa za tlaku 0,35 MPa a teploty 75 °C. Reakcia je ukončená za 80 min. Katalyzátor sa sfiltruje, premyje acetónom a je pripravený pre ďalšie použitie. Z reakčnej zmesi sa oddestilujú na kolóne (10 teoretických patier) 2/3 acetónu a pridajú sa 2 litre toluénu. V destilácii acetónu sa pokračuje dovtedy, kým sa na hlave kolóny nedosiahne bod varu toluénu. Potom sa obsah destilačnej banky vychladí ku kryštalizácii. 2,3,5-Trimetylhydrochinón sa odsaje, premyje 3-krát 100 ml toluénu a vysuší. Získa sa 2,3,5-trimetylhydrochinón o obsahu 98,5 % vo výťažku 95 %.

Príklad 2

Postup ako v príklade 1 s tým rozdielom, že na hydrogenáciu sa použije premytý katalyzátor z príkladu 1 a prídavok 0,065 ml 10%-ného hmot. roztoku chloridu paládnateho.

Tento postup sa môže opakovať minimálne 20-krát.

Príklad 3

Postup ako v príklade 1 s tým rozdielom, že na hydrogenáciu sa použije ako rozpúšťadlo miesto acetónu octan etylatý. Podobne ako pri acetóne je možné opätovne použiť ten istý katalyzátor minimálne 20-krát obdobne ako v príklade 2.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob prípravy 2,3,5-trimetylhydrochinónu katalytickou hydrogenáciou 2,3,5-trimetylbenzochinónu v prostredí organického rozpúšťadla a paládia na nosiči ako kataly-

zátora vyznačujúci sa tým, že sa hydrogenácia prevádza v prostredí chloridu paládnateho za súčasnej tvorby katalyzátora in situ.