



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita  
(22) Přihlášeno 22 01 81  
(21) FV 469-81  
(89) 801502, SU

(40) Zveřejněno 29 07 83  
(45) Vydáno 01 08 84

(11) **226 361**  
**B1**

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 07 D 215/10

(75)  
Autor vynálezu

CHLYBOV VJAČESLAV IVANovič, OVČINNIKOV ALEXANDR ALEXANDROVIČ,  
FAŠČILINA LUDMILA KONSTANTINOVNA, TARCHOVA TAMARA GRIGORJEVNA,  
GAVRIKOVA MARGARITA ALEXANDROVNA, KOMISSAROV NIKOLAJ PETROVIČ,  
ARISTOV BORIS MICHAJLOVIČ, TAMBOV, (SU)

(54)

Způsob výroby síranu 6-etoxy-2,2,4-trimetyl-1,2-dihydrochinolinu

Vynález se týká zdokonaleného způsobu výroby síranu 6-etoxy-2,2,4-trimetyl-1,2-dihydrochinolinu, který se používá jako stabilizátor karoténu v travní moučce, stimulant růstu zvířat a jako léčivo.

Cílem vynálezu je zjednodušení procesu a zvýšení výtěžku konečného produktu.

Stanoveného cíle se dosahuje tím, že se řeší způsob výroby síranem 6-etoxy-2,2,4-trimetyl-1,2-dihydrochinolinu s kyselinou sírovou, přitom se podle vynálezu proces provádí za přítomnosti 1 až 5 % změkčovadla a používá se kyselina sírová o koncentraci 85 až 98 %.

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

Заявлено: 05.06.79

Заявка : № 2775251/23-04

МКИ<sup>2</sup> CO 7D 215/10, A61K 31/47

Авторы : Г.Б. Звегинцева, В.И. Хлыбов, А.А. Овчинников,  
Л.К. Фащилина, Т.Г. Тархова, М.А. Гаврикова,  
Н.П. Комиссаров, В.М. Аристов

Заявитель : авторы

НАЗВАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ получения сернокислой соли 6-этокси-2,2,4-триметил-1,  
2,-дигидрохинолина

Изобретение относится к усовершенствованному способу получения сернокислой соли 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолина, применяющейся в качестве стабилизатора каротина в травяной муке, стимулятора роста животных и лекарственного средства.

Известен способ получения сернокислой соли 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолина взаимодействием 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолина с серной кислотой в среде органического растворителя, например ацетона, при температуре 50-55° С /1/

Недостатком известного способа является сложность технологического процесса, а именно: использование органического растворителя, его регенерация и утилизация кубового остатка. Известен также способ получения сернокислой соли 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолина, заключающийся в том, что 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолин добавляют к водному раствору, содержащему 28-33% серной кислоты и 17-20% сульфата аммония, перемешивают 4 часа, отделяют сернокислую соль 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолина от раствора и высушивают ее при 50°С и вакууме 20 мм рт. ст./2/.

Процесс солеобразования проводят при температуре 3-7° С и мольном соотношении исходных реагентов: 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолин: серная кислота: сульфат аммония, равном 1:1, 75:0,75. Маточник после добавления недостающих до первоначального соотношения компонентов используют в следующем цикле. Выход продукта составляет 94-96%.

К недостаткам указанного способа относится длительность процесса и сложность выделения готового продукта, а именно необходимость фильтрования суспензии с отжимом осадка до влажности не более 15% и сушки пасты под вакуумом при температуре не более 50°С.

Целью настоящего изобретения является упрощение процесса и повышение выхода целевого продукта.

Поставленная цель достигается тем, что 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолин подвергают взаимодействию с серной кислотой концентрации 85-98% в присутствии 1-5% мягчителя, такого, как жирная кислота, глицерин, этиленгликоль, масло или жир.

Отличие предлагаемого способа от известного заключается в исполнении концентрированной /85-98%-ной/ серной кислоты и в применении 1-5% мягчителя.

Серную кислоту с концентрацией 85-98%, охлажденную до 0-5°С, загружают в смеситель с мощными мешалками, например в смеситель типа СКГ или СРШ, добавляют охлажденную до 5-10°С смесь 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолина с мягчителем и перемешивают 30-60 минут, предпочтительно 45 минут.

Для отвода тепла, выделяющегося при взаимодействии 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолина с серной кислотой, смеситель охлаждают через рубашку. Интенсивность охлаждения реализуется так, чтобы температура реакционной массы не превышала 60°С, предпочтительно 30°С.

В начальный период взаимодействия 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолина с серной кислотой образуется густая клейкая масса, из которой через 3-5 минут после начала

перемешивания начинает выделяться кристаллический продукт. Изменение агрегатного состояния реакционной массы сопровождается резким увеличением крутящего момента на валу смесителя, значительным выделением тепла за счет повышения коэффициентов внутреннего и внешнего трения продукта, комкованием и ухудшением перемешивания реакционной массы.

Для предотвращения указанных явлений солеобразование проводят в присутствии 1-5% мягчителей, в качестве которых используют жирные кислоты, например олеиновую, стеариновую и другие, глицерин, этиленгликоль, технические масла, например рыбий и костный жир. Наиболее предпочтительным является использование костного жира. Указанные добавки хорошо совмещаются с 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолином, поэтому их вводят предпочтительно в 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолин перед его охлаждением до 5-10°C.

Использование мягчителей обеспечивает также дополнительный положительный эффект: снижает пыление продукта при его получении и применении и позволяет гранулировать его методом сухого прессования без применения воды и дополнительной сушки гранул.

Готовый продукт представляет собой мелкокристаллический порошок или гранулы серого цвета, содержание 92-95% основного вещества, 1-5% мягчителей и 0,5-2,5% воды. Выход количественный.

Предлагаемое изобретение иллюстрируется следующими примерами.

Пример 1.

210 г/2,1 моль/98% серной кислоты, охлажденной до 0-5°C, загружают в смеситель с  $\Sigma$ -образными лопастями емкостью 1,5 л, охлаждаемый через рубашку водой, добавляют охлажденную до 5-10°C смесь из 482,2 г/2,1 моль/94,6% 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолина и 34,5 г технического подсолнечного масла и перемешивают 45 минут. Для удаления выделяющихся паров воды и предотвращения концентрации их на крышке смесителя перемешивание проводят при небольшом разрежении /600-700 мм рт. ст./. Получают 720 г серого порошка, содер-

жащего 91,9% /2,098 моль основного вещества, 4,7% подсолнечного масла и 0,8% воды.

Выход 99,9%, считая на загруженных 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолин.

Пример 2.

В условиях примера 1 из 210 г 98% серной кислоты, 482,2 г /2,1 моль/94,6% 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолина и 14 г глицерина получают 700 г серого порошка, содержащего 94,5% /2,096 моль/ основного вещества, 2% глицерина и 0,7% воды.

Выход 100%-ного продукта -99,8%, считая на загруженный 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолин.

Пример 3.

В условиях примера 1 из 210 г 98% серной кислоты, 482,2 г /2,1 моль/94,6% 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолина и 6,5 г костного жира /ГОСТ 1045-73/ получают 690 г порошка серого цвета, содержащего 95% /2,097 моль/ основного вещества, 1% костного жира и 0,5% воды. Выход 100%-ного продукта -99,0%, считая на загруженный 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолин.

Пример 4.

В условиях примера 1 из 228 г/2,1 моль/ 90% серной кислоты, 482,2 г /2,1 моль/94,6% 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолина и 21,3 г этиленгликоля получают 710 г серого порошка, содержащего 93% /2,094 моль/ основного вещества, 3% этиленгликоля и 1,6% воды. Выход 100%-ного продукта -99,7%, считая на нагруженный 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолин.

Пример 5.

В условиях примера 1 из 210 г 98% серной кислоты, 482,2 г /2,1 моль/94,6% 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолина и 34,5 г олеиновой кислоты получают 720 г серого порошка, содержащего 91,8% основного вещества, 4,7 олеиновой кислоты и 0,6% воды. Выход 100%-ного продукта -99,8%, считая на загрязненный 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолин.

Пример 6.

В условиях примера 1 из 242 г/2,2 моль/89% серной кислоты, 482,2 г /2,1 моль/ 94,6% 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолина и 13,8 г костного жира получают серый порошок, который прессуют в гранулы на лабораторном грануляторе типа ГФР. Масса гранул 690 г, содержит 92,5% основного вещества, 2% костного жира и 2,5% воды. Выход 100%-ного продукта - 96,4%, считая на загруженный 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолин.

Предложенный способ значительно упрощает технологию получения серно кислой соли 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолина, сокращает ее длительность, повышает производительность труда. В предложенном способе отсутствуют стадии фильтрования суспензии, сушка пасты, что приводит к повышению выхода практически до 100%. Проведение процесса солеобразования в присутствии мягчителей позволяет получать продукт в виде малопылящего порошка или совершенно непылящих гранул, что, учитывая сильное раздражающее действие сернокислой соли 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолина, улучшает санитарно-гигиенические условия труда при производстве и применении продукта.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ получения сернокислой соли 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолина взаимодействием 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолина с серной кислотой, отличающийся тем, что, с целью упрощения процесса и повышения выхода целевого продукта, процесс проводят в присутствии 1,5% мягчителя и используют серную кислоту концентрации 85-98%.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве мягчителя используют жирную кислоту, глицерин, этиленгликоль, масло или жир.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе:

1. Патент Великобритании № 1074236, М. Кл. А2В, опублик.

05.07.67.

2. Авторское свидетельство СССР № 631517, М. Кл. С07 *Д*

215/10, 1978 /прототип/.

АННОТАЦИЯ

Изобретение относится к усовершенствованному способу получения сернокислой соли 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолина, применяющейся в качестве стабилизатора каротина в травяной муке, стимулятора роста животных и лекарственного средства.

Целью настоящего изобретения является упрощение процесса и повышение выхода конечного продукта.

Поставленная цель достигается тем, что предлагается способ получения сернокислой соли 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолина взаимодействием 6-этокси-2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолина с серной кислотой, при этом, согласно изобретению, процесс проводят в присутствии 1,5% мягчителя и используют серную кислоту концентрации 85-98%.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby síranu 6-etoxy-2,2,4-trimetyl-1,2-dihydrochinolinu vzájemným působením 6-etoxy-2,2,4-trimetyl-1,2-dihydrochinolinu s kyselinou sírovou, vyznačující se tím, že za účelem zjednodušení procesu a zvýšení výtěžku cílového produktu se proces provádí za přítomnosti 1% až 5 % hmot. změkčovadla a používá se kyselina sírová o koncentraci 85 až 98 %.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se jako změkčovadlo používá mastná kyselina, glycerin, etylenglykol, olej nebo tuk.

Uznáno vynálezem na základě výsledku expertizy, provedené Státním výborem pro vynálezy a objevy SSSR, Moskva, SU