

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 118 992

PATENTU TYMCZASOWEGO

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 08.04.80 (P. 223315)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 27.03.81

Opis patentowy opublikowano: 30.11.1982

Int. Cl³.

C07D 211/74

Twórcy wynalazku: Romuald Skowroński, Wiesław Strzyżewski, Zofia Cebulka

Uprawniony z patentu tymczasowego: Uniwersytet Łódzki, Instytut Chemii,
Łódź (Polska)

Sposób otrzymywania 2,2,6,6-tetrametylo-4-piperydonu

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania 2,2,6,6-tetrametylo-4-piperydonu o wzorze przedstawionym na rysunku. Związek ten służy do otrzymywania rodników nitroksylowych stosowanych w badaniach naukowych w medycynie, biochemii i biofizyce oraz w przemyśle tworzyw sztucznych jako stabilizatory tych tworzyw na światło i temperaturę.

Znanym sposobem otrzymuje się 2,2,6,6-tetrametylo-4-piperydon z wydajnością zaledwie 15% drogą trwającą 96 godzin uciążliwej do prowadzenia reakcji suchego acetonu z ciekłym amoniakiem w obecności chlorku wapniowego w temperaturze pokojowej (E.G.Rozancew, „Swobodnyje iminoksilnyje radikaly”, Izd. Chimia, Moskwa 1970, str. 182).

Sposobem według wynalazku otrzymuje się 2,2,6,6-tetrametylo-4-piperydon z wydajnością 42–48%, podając aceton w temperaturze około 50°C reakcji z chlorkiem amonu w obecności tlenku wapnia oraz około 10% objętościowych wody w stosunku do użytego acetonu.

Wynalazek ilustrują następujące przykłady, w których procenty oznaczają procenty wagowe, a stopnie temperatury podano w stopniach Celsjusza:

Przykład I. W kolbie trój szyjnej o pojemności 500 cm³, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną i mieszadło mechaniczne, umieszcza się 110 cm³ acetonu (1,5 mola), 50,1 g chlorku amonu (0,75 mola) i 21 g tlenku wapnia (0,375 mola). Kolbę umieszcza się na łaźni wodnej ogrzanej do temperatury 50° i podczas mieszania wkrapla 10 cm³ wody. Po 8 godzinach ogrzewania w temperaturze 50° oddestylowuje się nieprzereagowany aceton, a pozostałość w kolbie ochładza do temperatury pokojowej, dodaje 100 cm³ wody i po rozpuszczeniu osadu oddziela olejastą warstwę organiczną. Roztwór wodny ekstrahuje się trzykrotnie porcjami po 50 cm³ benzenu i suszy połączone wyciągi bezwodnym węglanem potasu. Następnie odparowuje się benzen, a pozostałość destyluje pod zmniejszonym ciśnieniem, zbierając frakcję wrzącą w temperaturze 79–80° pod ciśnieniem 1596 Pa. Otrzymuje się 20,5 g 2,2,6,6-tetrametylo-4-piperydonu o temperaturze topnienia 34–36°.

Przykład II. Postępuje się sposobem opisanym w przykładzie I, stosując zamiast podanej w przykładzie I ilości chlorku amonu 53,5 g tego związku (1 mol), a zamiast podanej w przykładzie I ilości tlenku wapnia 14 g tego związku (0,25 mola). Otrzymuje się 23 g 2,2,6,6-tetrametylo-4-piperydonu o temperaturze topnienia 36°.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania 2,2,6,6-tetrametylo-4-piperydonu o wzorze przedstawionym na rysunku, na drodze reakcji acetonu ze związkiem azotowym wprowadzającym grupę —NH— zamykającą pierścień, w obecności związku wapniowego, z n a m i e n n y t y m, że jako związek wprowadzający grupę —NH— stosuje się chlorek amonu, a jako związek wapniowy stosuje się tlenek wapnia i prowadzi reakcję w temperaturze około 50°C w obecności około 10% objętościowych wody w stosunku do użytego acetonu.

