

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

260376
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 49/813

(22) Prihlášené 14 05 87
(21) (PV 3480-87.M)

(40) Zverejnené 18 05 88

(45) Vydané 15 05 89

(75)
Autor vynálezu

LUKÁČ IVAN ing. CSc., BRATISLAVA, LÁSLÓ MARIÁN ing.,
ŠTIAVNICKÉ BANE

(54) 1-(4-benzoylfenyl)-3-chlórpropán-1-ól

1

2

Riešenie sa týka novej zlúčeniny 1-(4-benzoylfenyl)-3-chlórpropán-1-ólu. Uvedená zlúčenina sa pripraví tak, že k roztoku 1-(4-benzoylfenyl)-3-chlórpropán-1-ólu v kyselíne octovej pri 30 °C sa pridáva oxid chrómový. Zlúčenina má využitie pri príprave polymérov pre fotorezisty.

Vynález sa týka 1-(4-benzoylfenyl)-3-chlórpropán-1-ónu.

Oxidácia benzylovej CH_2 skupiny na ketón manganistanom draselným v prítomnosti kyseliny dusičnej a oxidu horečnatého vo vodnom prostredí sa využila i na prípravu aromatických 3-chlórpropán-1-ónov (P. Hrdlovič, I. Lukáč „Developements in Polymer Degradation“ 4, 101 [1982], Ed. N. Grassie, Applied Science Publishers Ltd.). Výťažky sú však nízke. V literatúre je známa oxidácia 1-fenyl-1-(4-etylphenyl)etánu s oxidom chrómovým v kyseline octovej na 1-(4-benzoylfenyl)-1-etanón v 85 %-nom výťažku (B. B. Corson, J. Dorsky, J. E. Nickels, W. M. Kutz, H. I. Thaler, J. Org. Chem. 19, 17 [1954]). Preto pri príprave 1-(4-benzoylfenyl)-3-chlórpropán-1-ónu sme postupovali podobne. 1-(4-benzoylfenyl)-3-chlórpropán-1-ón nie je popísaný v literatúre.

Podstatou vynálezu je 1-(4-benzoylfenyl)-3-chlórpropán-1-ón. Spôsob prípravy tejto zlúčeniny spočíva v tom, že k roztoku 1-(4-benzoylfenyl)-3-chlórpropán-1-ónu v kyseline octovej pri 30 °C sa pridáva oxid chrómový.

Výhodou uvedeného vynálezu je dobrý výťažok pripravovanej látky.

Hlavnou výhodou 1-(4-benzoylfenyl)-3-chlórpropán-1-ónu oproti popísaným derivátom je, že dehydrochloráciou umožňuje pripraviť monomér s dvojitou väzbou, ktorý slúži k príprave špeciálnych polymérov využiteľných pri príprave fotorezistov.

Príklad

Do miešaného roztoku 1-(4-benzoylfenyl)-3-chlórpropán-1-ónu (22 g, 0,085 mólu) v

ladovej kyseline octovej (195 ml) sa pomaly a opatrne pridáva oxid chrómový (55 g, 0,55 mólu) tak, aby teplota bola tesne pod 30 °C. Pri 30 °C sa mieša ešte 4 hodiny, vyleje do 1 000 ml destilovanej vody pri 0 °C. Vytvorená zrazenina sa odfiltruje a po vysušení kryštalizuje z metanolu. V ďalších experimentoch sa použili na kryštalizáciu acetón a benzén. Získa sa 19,2 g (82,2 %) bielej kryštalickej látky o t. t. 103 až 105 °C.

Pre $\text{C}_{16}\text{H}_{13}\text{O}_2\text{Cl}$ (272,73)

vypočítané:

70,46 % C, 4,80 % H,

zistené:

70,51 % C, 4,90 % H.

IR (CCl_4 : CHCl_3 2: 0,5):

1 640 ($\text{C}=\text{O}$), 1 580 cm^{-1} ($\text{C}-\text{H}$ aromatické).

UV (CHCl_3):

264 nm ($\log \epsilon = 4,338$),
331 nm (2,474).

^1H NMR (CDCl_3) δ :

3,45 (t, 2H, CH_2Cl),
3,9 (t, 2H, CH_2CO),
7,75 (m, 9H, aromatické).

Mass m/e:

272 (M^+), 237, 236, 209, 197, 105.

Vynález má použitie v chemickom priemysle pri príprave nových polymérov využiteľných pri príprave fotorezistov.

PREDMET VYNÁLEZU

1-(4-benzoylfenyl)-3-chlórpropán-1-ón.