

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

245189

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³

C 07 C 49/175

/22/ Prihlášené 29 10 84
/21/ PV 8176-84

(40) Zverejnené 16 12 85

(45) Vydané 15 10 87

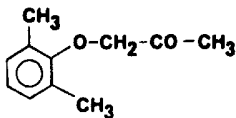
(75)
Autor vynálezu

NEVYDAL JOZEF ing.; MANDŮCH MILAN ing.; ŠIŠKA KAROL ing., HLOHOVEC,
FRIMM RICHARD doc. ing. CSc.; GATTNAR ONDREJ ing. CSc., BRATISLAVA,
HESEK DUŠAN ing., MODRA, RYBÁR ALFONZ ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy 1-(2,6-dimetylfenoxy)-2-propanónu

Spôsob prípravy 1-/2,6-dimetylfenoxy/-
-2-propanónu z 2,6-dimetylfenolu, chlór-
acetonu a jódu za prítomnosti slabej anor-
ganickej alebo organickej kyseliny, ktorý
sa používa ako medziprodukt pri výrobe lie-
čiv vo farmaceutickom priemysle.

Vynález sa týka spôsobu prípravy 1-/2,6-dimetylfenoxy/-2-propanónu vzorca I



ktorý sa používa ako medziprodukt pri výrobe liečiv.

Doposiaľ sa táto zlúčenina vyrábala z 2,6-dimetylfenolu a brómacetónu za prítomnosti uhličitanu draselného v prostredí acetónu s výťažkom 27 až 37 % /D. S. Tarbell: J. Org. Chem. 7. 251 /1942//. Druhou popísanou metódou prípravy zlúčeniny I je oxidácia 1-/2,6-dimetylfenoxy/-2-propanolu rôznymi oxidačnými činidlami /D. Hesek a spol.: Čsl. AO 223436 /1983//.

Spôsob prípravy zlúčeniny I je založený na reakcii 1 mol. dielu 2,6-dimetylfenolu s 1,0 až 1,5 mol. dielom chloracetónu a 0,005 až 0,1 mol. dielom jódu za prítomnosti 0,5 až 1,5 mol. dielu alkalickéj soli slabej anorganickej alebo organickej kyseliny v prostredí organického rozpúšťadla pri teplote 40 °C až teplote varu použitého rozpúšťadla.

Ako alkalickú soľ slabej anorganickej alebo organickej kyseliny možno použiť uhličitan /hydrogénuhličitan sodný, uhličitan sodný alebo draselný/, prípadne octany /octan sodný alebo draselný/.

Ako organické rozpúšťadlo možno použiť alifatické alkoholy s počtom uhlíkov 1 až 4, napr. metanol, etanol, 2-propanol, n.butanol, 2-metylpropanol, alebo alifatické ketóny s počtom uhlíkov 3 až 6, napr. aceton, metyl-etyl-keton, metyl-terc. butylketon. Je výhodné použiť bezvodé rozpúšťadlá s maximálnym obsahom 0,1 % vody.

Postup podľa vynálezu sa uskutočňuje tak, že k zmesi 2,6-dimetylfenolu, jódu a alkalickéj soli slabej anorganickej alebo organickej kyseliny v organickom rozpúšťadle vyhriatej minimálne na teplotu 40 °C až teplotu varu organického rozpúšťadla sa za miešania pridáva po častiach chloraceton a na doreagovanie sa ohrieva na teplotu spätného varu po dobu 5 až 20 hod. Pri väčších návažkách je vhodné pridávať chloraceton zriedený použitým organickým rozpúšťadlom.

Izolácia zlúčeniny I sa uskutočňuje tak, že sa k reakčnej zmesi najprv odseparujú anorganické soli odsátím alebo odfiltrovaním na tlakovom filtri a získaný filtrát sa vákuovo destiluje.

Hlavnou výhodou postupu podľa vynálezu oproti prvej z popísaných metód prípravy zlúčeniny I je dosiahnutie podstatne vyšších výťažkov. Oproti druhej z popísaných metód prípravy zlúčeniny I má postup podľa vynálezu výhodu v 1-stupňovej, oproti doteraz 2-stupňovej syntéze.

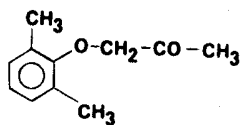
V ďalšom je predmet vynálezu popísaný v príklade prevedenia bez toho, že by sa na tento obmedzoval.

P r í k l a d 1

K zmesi 50 g 2,6-dimetylfenolu, 57 g bezvodého uhličitanu draselného a 3 g jódu v 200 ml acetónu, vyhriatej k varu sa za miešania v priebehu 5 min. pridá po malých dávkach 50 g chloracetónu v 50 ml acetónu. Zmes sa zahrieva k varu za neustáleho miešania počas 12 hod. Potom sa reakčná zmes ochladí na cca 25 °C, anorganické soli odfiltrujú a premyjú acetonom. Filtrát sa zahustí na rotačnej vákuovej odparke a získaný surový produkt sa vákuovo predestiluje /88 až 82 °C pri 93 až 135 Pa/. Získa sa cca 69 g 1-/2,6-dimetylfenoxy/-2-propanónu o obsahu cca 94 %, čo predstavuje výťažok cca 88 %.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Spôsob prípravy 1-/2,6-dimetylfenoxy/-2-propanónu vzorca I



vyznačený tým, že sa nechá zreagovať 1 mol. diel 2,6-dimetylfenolu s 1,0 až 1,5 mol. dielom chlóracetónu a 0,005 až 0,1 mol, dielom jódu za prítomnosti 0,5 až 1,5 mol, dielu alkalickéj soli slabej anorganickéj alebo organickej kyseliny v prostredí organického rozpúšťadla pri teplote 40 °C až teplote varu použitého rozpúšťadla.

2. Spôsob podľa bodu 1, vyznačený tým, že sa ako alkalický soľ slabej anorganickéj alebo organickej kyseliny použije hydrogenuhličitan sodný, uhličitan sodný, octan sodný, octan draselný, s výhodou bezvodý uhličitan draselný.

3. Spôsob podľa bodu 1, vyznačený tým, že sa ako organické rozpúšťadlo použijú alifatické alkoholy s počtom uhlíkov 1 až 4, alebo alifatické kotóny s počtom uhlíkov 3 až 6.

4. Spôsob podľa bodu 1 a 3, vyznačený tým, že sa použije alifatický alkohol alebo alifatický ketón s maximálnym obsahom 0,1 % hm. vody.