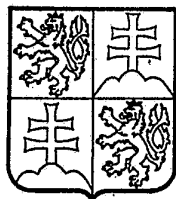


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU 273 290

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(21) PV 3884-88.R
(22) Přihlášeno 06 06 88

(40) Zveřejněno 12 07 90
(45) Vydáno 20 01 92

(11)

(13) B1

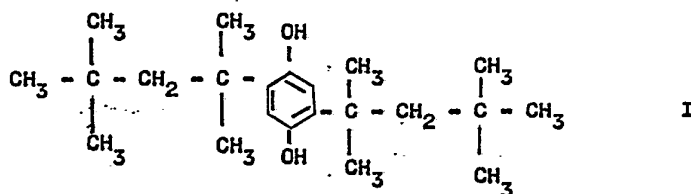
(51) Int. Cl.⁵
C 07 C 50/04

(75) Autor vynálezu PIRKL JAROMÍR ing., PARDUBICE,
SVOBODOVÁ GABRIELA ing.CSc., TRUTNOV,
KROUPA JAROSLAV ing.CSc., PARDUBICE

(54) Způsob přípravy 2,5-bis-(1,1,3,3-tetrametyl-
butyl)-hydrochinonu

(57) Způsob přípravy 2,5-bis-(1,1,3,3-
-tetrametylbutyl)-hydrochinonu alkylací
hydrochinonu diizobutylenem za katylýzy ky-
selinou sírovou tak, že alkylace je prováděna při teplotě 40 až 55 °C ve směsi meta-
nolu a alifatických uhlovodíků o počtu uhlí-
ků C₅ až C₁₀ s výhodou benzinu, o vzájemném
hmotnostním poměru 1:2 až 1:6.

Vynález se týká způsobu přípravy 2,5-bis-(1,1,3,3-tetrametylbutyl)-hydrochinonu vzorce I



reakcí diizobutylenu s hydrochinonem.

Uvedená sloučenina patří do řady hydrochinonových derivátů, obsahujících v molekule objemové alkylové substituenty. Tyto látky, vzhledem k jejich specifickým schopnostem přerušovat nebo zpomalovat radikálové reakce, se používají jako významné stabilizátory a antioxidanty. Nalézají použití při stabilizacích rostlinných i živočišných tuků, nenasycených uhlovodíků, olejů, mazadel, ke stabilizaci některých monomerů, jsou užívány i jako antioxidanty u chemických látek různého charakteru jako jsou například nenasycené alkoholy, aldehydy, mastné kyseliny, organické polymery jako polyolefiny, polyestery, syntetické kaučuky. Významné použití mají i ve fotografické chemii ke stabilizaci barevných fotografických materiálů, kde zabraňují vzniku barevného závoje při vyvolávání.

Tyto látky se obecně připravují kondensací hydrochinonu s příslušným olefinem za katalýzy kyselinou sírovou, chloridem zinečnatým nebo jinými látkami typu Lewisových kyselin nebo potom jinými vhodnými alkylačními činidly. Reakce probíhají v závislosti na typu alkylačního činidla a katalyzátoru s různými výtěžky a není vždy jednoduché je v požadované čisté formě vyrobit.

2,5-bis-(1,1,3,3-tetrametylbutyl)-hydrochinon, jako jedna z důležitých látek této skupiny, byl až dosud připravován alkylací hydrochinonu diizobutylenem za katalýzy koncentrovanou kyselinou sírovou při teplotách 0 až 40 °C buď v přítomnosti inertního rozpouštědla, s výhodou chloroformu, nebo v prostředí ledové kyseliny octové. Nevýhoda těchto postupů spočívá jednak v dlouhé reakční době (3 až 6 dní), jednak v poměrně nízkém výtěžku (15 až 35 % teorie). Produkt se izoluje vytěpáním do benzenu a destilací ve vakuu. Frakce 140 až 180 °C/0,5 mmHg se nakonec krystaluje z petroléteru a získá se produkt ve výtěžku 36 % teorie. Zlepšení přípravy uvádí potom až firma Fuji Photo Film Co., která ke kondensaci používá směs kyseliny sírové s metanolem při teplotě 40 až 45 °C a dosahuje v závislosti na přebytku diizobutylenu výtěžku 25 až 33 % teorie. Oproti předchozím postupům je tento postup již průmyslově využitelný, i když má několik nedostatků. Reakční směs dle patentovaného postupu je gelovitá, velmi špatně se promíchává, produkt se získá ve špatně filtrovatelné formě, která působí potíže při izolaci a izolovaný produkt se obtížně zbavuje vedlejších látek.

Výše uvedené nedostatky známých postupů jsou odstraněny postupem, který je předmětem tohoto vynálezu. Reakce není prováděna jako v dosavadních postupech, ve směsi kyseliny sírové s metanolem, ale způsob přípravy spočívá v tom, že alkylace hydrochinonu diizobutylenem za katalýzy kyselinou sírovou se provádí při teplotě 40 až 55 °C ve směsi metanolu a alifatických uhlovodíků o počtu C 1 až 10, s výhodou benzinu, o vzájemném hmotnostním poměru 1:2 až 1:6. Použitím tohoto reakčního prostředí se dosáhne překvapivě dobrých výsledků jak v průběhu reakce, tak i v čistotě získaného produktu.

Praktické provedení ukazuje následující příklad.

Příklad 1

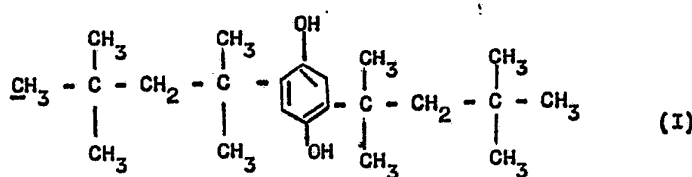
Do reaktoru se předloží 50 objemových dílů metanolu a 200 objemových dílů lehkého benzínu 60/80. Do této směsi se za mírného přichlazování přidá 50 objemových dílů koncentrované kyseliny sírové a dále 55 hot. dílů hydrochinonu. Ihned nato se přilije 300 objemových dílů diizobutylenu a reakční směs se za rychlého míchání vyhřívá na 45 °C po dobu 6 hodin. Již asi po 20 minutách se z reakční směsi postupně začne vylučovat produkt v krystalické formě, kterého s dobou reakce postupně přibývá. Po skončení reakce se směs zevně ochladí ledovou lázní za míchání na 10 °C a vyloučený produkt se odfiltruje, promyje na filtru lehkým benzinem, roztokem uhličitanu sodného s přidavkem dithioničitanu a vodou. Je-li třeba, provádí se další přečištění. Výtěžek produktu je 107 dílů, což odpovídá ca 65 % teorie.

Příklad 2

Stejného výsledku se dosáhne s použitím hexanu, n-heptanu a cyklohexanu. Získaná látka má po vysušení teplotu tání 124 °C, po rekrystalizaci 128,5 až 130 °C. Při syntéze lze provést záměnu pořadí přidávání prvních tří složek bez vlivu na kvalitu a výtěžek produktu.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy 2,5-bis-(1,1,3,3-tetrametylbutyl)-hydrochinonu vzorce I



alkylací hydrochinonu diizobutylenem za katalýzy kyselinou sírovou, vyznačující se tím, že alkylace je prováděna při teplotě 40 až 55 °C ve směsi metanolu a alifatických uhlovodíků o počtu uhlíků C₅ až C₁₀ s výhodou benzínu, o vzájemném hmotnostním poměru 1:2 až 1:6.