



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

206 827

(11) (B.1)

(51) Int. Cl.³ C 07 C 50/04

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 08 08 79
(21) FV 5438-79

(40) Zveřejněno 15 09 80
(45) Vydáno 15 02 84

(75)

Autor vynálezu SPOUSTA EDUARD ing. CSc., BARTÁŠKOVÁ PAVLA ing. a ELEFANTOVÁ DAGMAR, BRNO

(54)

Způsob výroby 2,3,6-trimetyl-p-benzochinonu

Vynález se týká výroby 2,3,6 trimetyl-p-benzochinonu. Tato sloučenina s vysokou čistotou se získá ve vysokém výtěžku oxidací poly 2,3,6 trimetylfenylenu oxidu peroxidy, kysličníky kovů nebo kyslíkem v přítomnosti katalyzátorů.

Vynález se týká způsobu výroby 2,3,6-trimetyl-p-benzochinonu; p-benzochinony lze považovat za nenasyčené cykloalifatické diketony, chovající se podobně jako alifatické α,β -nenasyčené ketony, jejich reaktivita je však vyšší. Benzochinony jsou většinou silná oxidační činidla, snadno reagují i s látkami slabě redukční povahy.

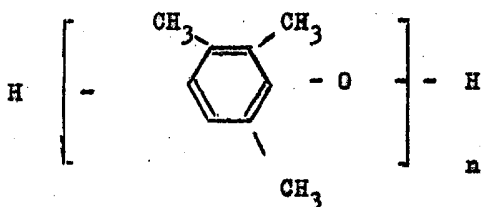
Uvedené vlastnosti mají zásluhu na tom, že se p-benzochinony staly v mnoha případech výchozí surovinou pro řadu složitých organických látek především v barvářské chemii, farmakologii a makromolekulární chemii.

2,3,6-trimetyl-p-benzochinon lze připravit několika způsoby. Nejvýznamnější postupy vycházejí z pseudokumenu nebo 2,3,6-trimetylfenolu jako základní suroviny, které jsou oxidovány kysličníky kovů, peroxidy nebo perkyselinami. Často jsou používány různé komplexy přechodových kovů jako katalyzátory těchto oxidačních procesů.

Uvedené způsoby mají řadu nevýhod. Ty, které nepracují s aktivními katalyzátory mají většinou nízké výtěžky, nepřesahující 40 až 50 %. Katalyzované procesy mají sice výtěžky vyšší, avšak z technologického hlediska jsou doprovázeny řadou problémů, především vysoké ceny aktivního katalyzátoru, většinou na bázi kobaltu, složitosti jeho regenerace, vše znásobené nutnou vysokou koncentrací katalytické složky, která se musí udržovat v reakčním systému, nehledě ke složitým regeneračním okruhům, vyvolaným náročnými reakčními podmínkami. Navíc při tomto typu reakcí, protože probíhají za účasti přebytku volného fenolu, dochází k různým kondenzačním reakcím na látky nežádoucího charakteru, od kterých se hlavní produkt, tj. chinon, velmi obtížně a nákladně separuje.

Tyto nedostatky jsou odstraněny, jestliže se při výrobě 2,3,6-trimetyl-p-benzochinonu vychází z poly-(2,3,6-trimetylfenyleneoxidu), jehož výroba byla popsána v popise vynálezu k autorskému osvědčení č. 206 826.

Předmětem vynálezu je způsob výroby 2,3,6-trimetyl-p-benzochinonu oxidací peroxidy, kysličníky kovů nebo kyslíkem v přítomnosti katalyzátorů, při kterém se oxiduje uvedenými oxidačními činidly poly(2,3,6-trimetylfenyleneoxid) obecného vzorce,



kde n je 3 až 250.

Polymer lze oxidovat na p-benzochinon za velmi jednoduchých reakčních podmínek na vysoké výtěžky podle použitého oxidačního činidla, molekulové hmotnosti polymeru a reakčních podmínek.

Oxidace lze provádět s výhodou peroxidem vodíku, perkyselinami, ale také kysličníky kovů, kyslíkem za přítomnosti katalyzátorů a podobně.

Hlavní výhodou tohoto způsobu spočívá v tom, že ve výsledné reakční směsi nejsou kondenzační produkty ztěžující izolaci hlavního produktu. To je pozitivní důsledek specifického reakčního mechanismu, při kterém odštěpený fenoxylradikál z makromolekuly poly(2,3,6-trimetylfenylenuoxidu) nemůže reagovat s molekulami volného fenolu a tak vytvářet nevhodné a těžko odstranitelné polykondenzáty.

Vynález osvětlí následující příklady, % v příkladech uváděná jsou hmotnostní.

Příklad 1

3 g poly(2,3,6-trimetylfenylenuoxidu) o viskozitní hodnotě $6,9 \text{ g.l}^{-1}$ bylo oxidováno 9 g kysličníku olovičitého za varu v prostředí 90 ml ledové kyseliny octové. Kysličník olovičitý byl přidáván postupně po 0,2 g dávkách během 120 minut.

Po této době byl reakční roztok zředěn 200 ml vody, zfiltrován a chinon byl z filtrátu vyextrahován n-hexanem. Po odpaření hexanu byl vážením zjištěn 92 % výtěžek chinonu. Spektrální analýza byla prokázána 98 % čistota získaného chinonu.

Příklad 2

3 g poly(2,3,6-trimetylfenylenuoxidu) o viskozitní hodnotě $8,6 \text{ g.l}^{-1}$ bylo oxidováno v 90 ml ledové kyseliny octové, za přítomnosti 0,35 g kyseliny chloristé peroxidem vodíku. Množství 15 ml 30 % peroxidu vodíku bylo postupně rovnoměrně přidáno během 60 minut do reakční směsi zahřáté na 70°C .

Chinon byl z reakční směsi vyextrahován stejným postupem jako v příkladu 1. Po odpaření hexanu byl vážením zjištěn výtěžek 58 % chinonu. Spektrální analýza byla prokázána 96,2 % čistota produktu.

Příklad 3

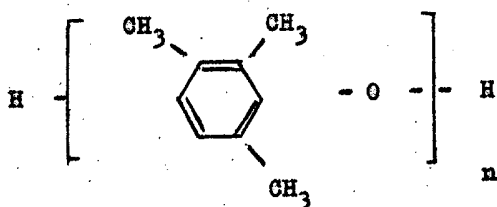
3 g poly(2,3,6-trimetylfenylenuoxidu) o viskozitní hodnotě $6,8 \text{ g.l}^{-1}$ bylo oxidováno ve směsi 9 ml benzenu a 90 ml alkoholu kyslíkem při 38°C za přítomnosti 0,3 g salsolaminu I,

tj. chelátového komplexu bis-(salicylaldehyd)etylendiiminkobaltu. Chinon byl získán z reakční směsi extrakcí jako v příkladu 1. Po odpaření hexanu byl vážením zjištěn 16 % výtěžek chinonu.

Spektrální analýzou byla prokázána 100 % čistota izolovaného chinonu.

P ř e d m ě t v y n á l e z u

Způsob výroby 2,3,6-trimetyl-p.benzochinonu oxidací fenolických sloučenin peroxidy, kyslíčnými kovy nebo kyslíkem v přítomnosti katalyzátorů, vyznačený tím, že se uvedenými oxidačními činidly oxiduje poly(2,3,6-trimetyl-fenylenoxid) obecného vzorce,



kde n je 3 až 250.