

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y 98671

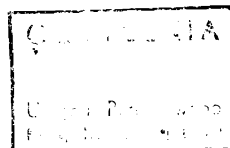
Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 13.04.76 (P. 188752)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 14.02.77

Opis patentowy opublikowano: 29.11.1980



Int. Cl.². C07C 15/24

Twórcy wynalazku: Anna Janecka, Henryk Zając

Uprawniony z patentu : Politechnika Łódzka, Łódź (Polska)

Sposób otrzymywania 6-metoksy-1, 2,3,4-tetrahydronaftalenu

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania 6-metoksy-1,2,3,4- tetrahydronaftalenu, stosowanego jako produkt do syntezy steroidów.

Znany sposób otrzymywania 6-metoksy-1,2,3,4-tetrahydronaftalenu opisany w czasopiśmie „Journal of American Chemical Society” 1947, Nr 576, s. 69, polega na redukcji 2-metoksy-naftalenu wodorem wobec niklu Raney’a w etanolu z dodatkiem kwasu octowego jako rozpuszczalnika w temperaturze 403 K, pod ciśnieniem

23,54 MPa. Produkt otrzymany tym sposobem jest zanieczyszczony domieszkami 1,2,3,4-tetrahydronaftalenu i 2-metoksy-1,2,3,4-tetrahydronaftalenu.

Inny znany z czasopisma „Journal of American Chemical Society”, 1951, Nr 73, s. 2636, sposób otrzymywania 6-metoksy-1,2,3,4- tetrahydronaftalenu jest oparty na redukcji 2-metoksynaftalenu za pomocą katalizatora Adamsa (PtO₂) w obecności kwasu octowego, pod ciśnieniem 0,39 MPa w temperaturze 343–353K z wydajnością 89%. Wadą tego sposobu jest konieczność stosowania kosztownych katalizatorów. Znany jest także z opisu patentowego Niemieckiej Republiki Demokratycznej Nr 60752 sposób otrzymywania 6-metoksy-1,2,3,4-tetrahydronaftalenu z wydajnością 75%, który polega na reakcji redukcji 2-metoksynaftalenu, przy użyciu katalizatora nikiel-miedź-mangan, w obecności tetraliny w temperaturze 423 K, pod ciśnieniem 4,90 MPa.

Sposób otrzymywania 6-metoksy-1,2,3,4-tetrahydronaftalenu według wynalazku polega na tym, że reakcji redukcji wodorem wobec niklu Raney’a poddaje się 2-metoksynaftalen w roztworze benzenowym, w temperaturze pokojowej pod ciśnieniem 140–160 atmosfer, z wydajnością ilościową.

W sposobie według wynalazku, dzięki zastosowaniu benzenu, który jest bardzo dobrym rozpuszczalnikiem 2-metoksynaftalenu, zapewnia się prowadzenie reakcji redukcji w temperaturze pokojowej. Nadto zapewnia się selektywność procesu, czyli wyeliminowanie powstawania produktów ubocznych, zwłaszcza 2-metoksy-1,2,3,4-tetrahydronaftalenu i 1,2,3,4-tetrahydronaftalenu.

Niżej podany przykład ilustruje bliżej sposób według wynalazku.

Przykład. W autoklawie o pojemności 2 l umieszczono 168 g, czyli 1 mol, 2-metoksynaftalenu, 200 ml benzenu, oczyszczonego z tiofenu oraz 33 g świeżo przygotowanego niklu Raney’a, po czym doprowa-

dzono wodór pod ciśnieniem 15,69 MPa i prowadzono reakcję do chwili pochłonięcia 2 moli wodoru. Następnie odsączono katalizator, odpędzono na wyparce benzen, zaś powstałą żółtawą oleistą ciecz przedestylowano w temperaturze 408–410 K pod ciśnieniem 2,67 kPa. Otrzymano 158 g 6-metoksy-1,2,3,4- tetrahydronaftalenu, co stanowi 89% wydajności teoretycznej.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania 6-metoksy-1,2,3,4- tetrahydronaftalenu z 2-metoksynaftalenu przez redukcję wodorem wobec niklu Raney'a, z n a m i e n n y t y m, że reakcję redukcji prowadzi się w roztworze benzenowym w temperaturze pokojowej, pod ciśnieniem 13,73–15,69 MPa.