

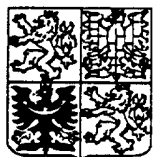
PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

281 464

ČESKÁ
REPUBLIKA

(19)



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2259-93**

(22) Přihlášeno: 31. 01. 92

(30) Právo přednosti:
26. 03. 91 US 91/675384

(40) Zveřejněno: 13. 04. 94

(47) Uděleno: 15. 08. 96

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: 16. 10. 96

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.⁶:

C 07 C 45/46

C 07 C 49/835

C 07 C 45/81

(73) Majitel patentu:

THE PROCTER AND GAMBLE COMPANY,
Cincinnati, OH, US;

(72) Původce vynálezu:

Gibson Thomas William, Cincinnati, OH, US;
Echler Richard Stanley, Fairfield, OH, US;

(54) Název vynálezu:

Způsob přípravy

**2-alkyl-4-acyl-6-terc.butylfenolových
sloučenin**

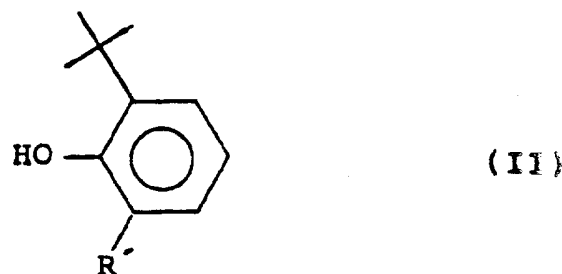
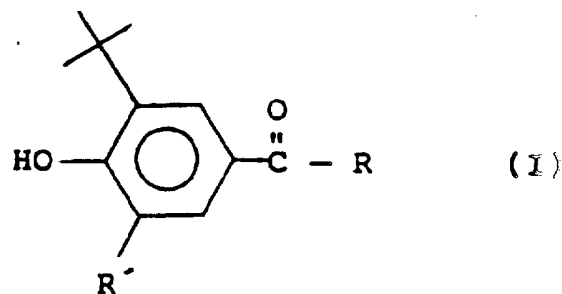
(57) Anotace:

Předmětné sloučeniny mají obecný vzorec I, v němž Y je $-C\equiv CH$ nebo $-CH=C=CH_2$, B je nasycený přímý nebo rozvětvený C_{1-12} alkylen, R' je nasycený přímý nebo rozvětvený C_{1-10} alkyl nebo C_{3-10} cykloalkyl a značka + znamená terc.butyl.

Při způsobu jejich přípravy se v reakční směsi nechají na sebe působit 2-alkyl-6-terc.butyl-fenolová sloučenina obecného vzorce II s karboxylovou kyselinou obecného vzorce III

$Y-B-COOH$ (III),

v níž substituenty mají shora uvedené významy, s trifluoracetanhydridem.



CZ 281 464 B6

Způsob přípravy 2-alkyl-4-acyl-6-terc.butylfenolových sloučenin

Oblast techniky

Vynález se týká způsobu přípravy 2-alkyl-4-acyl-6-terc.-butylfenolových sloučenin, u nichž acylový substituent má labilní zbytek, za použití upravené Friedel-Craftsovy reakce.

Dosavadní stav techniky

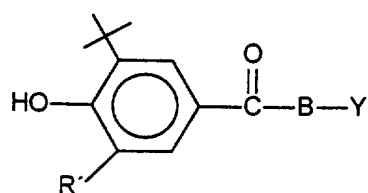
Sloučeniny vhodné jako protizánětlivé prostředky, mezi něž patří 2-alkyl-4-acyl-6-terc.butylfenolové sloučeniny, zejména 4-acyl-2,6-di-terc.butylfenolové sloučeniny a z nich odvozené deriváty, u nichž 4-acylový substituent má koncový nenasycený zbytek, jsou popisované v U.S. pat. č. 4 708 966, Loomans, Matthews a Miller, vyšlém 24. listopadu 1987; U.S. pat. č. 4 847 303, Loomans, Matthews a Miller, vyšlém 11. července 1989 a U.S. pat. č. 4 949 428, Dobson, Loomans, Matthews a Miller, vyšlém 18. července 1989. Způsob výroby takových sloučenin je uveden v U.S. pat. č. 4 982 006, Hudec, vyšlém 1. ledna 1991.

Friedel-Craftsovy reakce aromatických uhlovodíků s acylhalogenidy v přítomnosti katalyzátoru, jako je bezvodý chlorid hliníkový, jimiž se vyrábějí aromatické sloučeniny, mající acylový substituent, jsou dobře známy. Avšak má-li acylový zbytek labilní část, jako je koncová nenasycenost zde v úvahu přicházejících sloučenin, nastávají často vedlejší reakce, čímž se zmenšuje výtěžek a snižuje čistota požadovaného produktu.

Použití trifluoracetanhydridu, aby se napomohlo reakci aromatické sloučeniny a karboxylové kyseliny, je známo, viz např. Tedder J. M.: "The Use of Trifluoroacetic Anhydride and Related Compounds in Organic Synthese", Chemical Reviews, sv. 55 (1955), str. 787-827; Galli C.: "Acylation of Arenes and Heteroarenes with in situ Generated Acyl Trifluoroacetates", Synthesis, duben 1979, str. 303-304; Nishinaga A., T. Shimizu, Y. Toyoda a T. Matsuura: "Oxygenation of 2,6-Di-terc.butylfenol Bearing an Electron-Withdrawing Group in the 4-Position", Journal of Organic Chemistry, sv. 47 (1982), str. 2278-2285. Má-li však karboxyloxy-selinová reakční složka (reaktant) labilní část, jako je koncově nenasycený zbytek, mohou nastávat nežádoucí vedlejší reakce, viz např. Tedder, str. 800. Možnost takového reakčního schématu pro přípravu 2-alkyl-4-acyl-terc.butylfenolových sloučenin, v nichž 4-acylový substituent má koncově nenasycený zbytek, nebyla tudíž doposud známa a předvídatelná před zde popisovaným vynálezem.

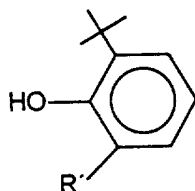
Podstata vynálezu

Předmětem vynálezu je způsob přípravy 2-alkyl-4-acyl-6-terc.butylfenolových sloučenin obecného vzorce I



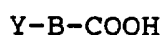
(I),

ve kterém Y je $\text{C}\equiv\text{CH}$ nebo $-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2$, B je nasycený rovný nebo rozvětvený C_{1-12} alkylen, R' je nasycený rovný nebo rozvětvený C_{1-10} alkyl nebo C_{3-10} cykloalkyl a značka + znamená terc. butyl, vyznačující se tím, že se v reakční směsi nechají na sebe působit 2-alkyl-6-terc.butylfenolová sloučenina obecného vzorce II



(II),

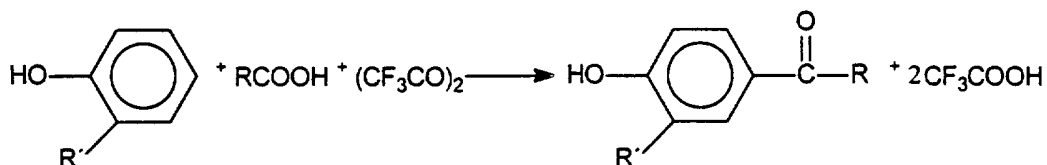
s karboxylovou kyselinou obecného vzorce III



(III),

v nichž substituenty mají shora uvedené významy, a s trifluoracetanhydridem.

Způsob podle vynálezu představuje upravenou Friedel-Craftsovou reakci mezi 2-alkyl-6-terc.butylfenolem, karboxylovou kyselinou a trifluoracetanhydridem podle následujícího reakčního schématu:



V uvedené reakci R značí -B-Y, kde Y je $-\text{C}\equiv\text{CH}$ nebo $-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2$ a B je nasycený rovný nebo rozvětvený alkylenový zbytek s 1 až 12 atomy uhlíku. Y je s výhodou $-\text{C}\equiv\text{CH}$. B je s výhodou rovnořetězcový C_{1-10} alkylen, výhodněji se 2 až 6 atomy uhlíku, zejména se 3 atomy uhlíku.

Ve shora uvedené reakci R' je nasycený rovný nebo rozvětvený C_{1-10} alkyl nebo C_{3-10} cykloalkyl. R' je s výhodou rovný nebo rozvětvený C_{1-8} alkyl, nejvýhodněji terc.butyl.

Ve shora uvedené reakci má karboxylokyselinový reaktantn pK_a větší než 3,5, s výhodou větší než 4,0.

Uvedenou reakci lze provádět v různých nepolárních kapalných rozpouštědlech, která nereagují s uvedenými reakčními složkami nebo produkty, jako jsou uhlovodíky (např. hexan, heptan), halogenované uhlovodíky (např. dichlorethan), benzen, toluen, acetonitril, ethery, atd. Reakční složky a reakční produkty předmětného způsobu jsou však obvykle mísitelné jako kapaliny při vhodných teplotách, takže zpravidla není zapotřebí žádného rozpouštědla. Výhodným je proto způsob uskutečňování shora uvedené reakce, při němž se nepoužívá rozpouštědlo. U velkých dávek může být rozpouštědlo žádoucí, aby se rozptýlilo reakční teplo. Výhodnými rozpouštědly jsou heptan a toluen.

Pořadí spojení tří reakčních složek není rozhodující. Avšak smíchání trifluoracetanhydridu s karboxylovými kyselinami, připadajícími v úvahu, bývá obyčejně vysoce exotermní a vyžaduje vnější chlazení. Také 2-alkyl-6-terc.butylfenolový reaktant bývá často tuhý při teplotě místnosti a musí se udržovat roztavený během jeho přidávání ke směsi trifluoracetanhydrid/karboxylová kyselina, aby se dosáhlo úplné reakce.

Výhodným způsobem provádění předmětné reakce je rozpuštění fenolové sloučeniny v karboxylové kyselině a potom pomalé přidávání trifluoracetanhydridu. Reakce probíhá samovolně. Jakmile se přidává trifluoracetanhydrid, je výsledná reakce exotermní, takže se musí použít vnějšího chlazení. Trifluoracetanhydrid se přidává výhodně takovou rychlostí, při níž se udržuje požadovaná teplota reakční směsi.

Při jiné metodě uskutečňování uvedené reakce se fenolová sloučenina rozpustí v trifluoracetanhydridu, načež se přidá poznenáhlu karboxylová kyselina. Reakce probíhá samovolně. Když se přidává karboxylová kyselina, je výsledná reakce exotermní a je zapotřebí používat vnějšího chlazení. Karboxylová kyselina se s výhodou přidává rychlostí, při níž lze kontrolovat požadovanou teplotu reakční směsi.

Teplota reakční směsi se s výhodou udržuje na -20 až 100 °C, výhodněji 0 až 60 °C a ještě výhodněji na 20 až 50 °C. Nejvýhodnější je však teplota 40 až 45 °C. Jakmile se přidávání třetí reakční složky ukončí, reakční směs se s výhodou míchá a potom se nechá pomalu vychladnout, jakmile reakce zcela proběhne, s výhodou za méně než 24 hodin, výhodněji za čtvrt hodiny až 4 hodiny a ještě výhodněji za půl hodiny až 2 hodiny.

Požadovaná reakce probíhá v širokém rozsahu molárních poměrů tří reakčních složek. Jejich výhodný molární poměr je 1,0:1,0:1,0. Je výhodné, není-li molární poměr trifluoracetanhydridu ke karboxylové kyselině výrazněji větší, než 1,0, protože nadbytek trifluoracetanhydridu reaguje s požadovaným reakčním produktem a takto se zmenšuje výtěžek. Nadbytek karboxylové kyseliny způsobuje vznik vedlejších reakcí, avšak malý její nadbytek napomáhá požadovanému dokončení reakce. Nadbytek fenolové reakční složky se často nesnadno odděluje od produktu během následného čištění. Je výhodné, není-li žádné ze tří reakčních složek, obsažená v reakční směsi, ve větším molárním nadbytku než 30 %, vzta-

ženo na celkové množství každé z ostatních dvou reakčních složek, obsažených v reakční směsi. Výhodnější je, není-li žádná z nich obsažená v reakční směsi ve větším molárním nadbytku než 10 %.

Za uvedených podmínek činí množství požadovaného produktu, získávaného z uvedené reakce, obvykle více než 70 %, povětšinou více než 85 % a často více než 95 %, vztaženo na množství limitní reakční složky. Konečně získaný výtěžek produktu závisí samozřejmě na čistícím stupni, který následuje po uvedeném reakčním stupni.

Aby se dosáhlo vysoké čistoty výrobku při velikém výtěžku, zahrnuje způsob podle vynálezu s výhodou čistící stupně, které následují uvedený reakční stupeň. Patří sem krystalizace ze směsi methanol/voda. S výhodou krystalizace z methanolu/vody následuje krystalizací z hexanu.

Velmi výhodný postup čištění zahrnuje tyto stupně: (a) rozpuštění uvedené dokončené reakční směsi v hexanu za zvýšené teploty, s výhodou odstranění ve vodě rozpustných a kyselých nečistot extrakcí zásaditým vodným roztokem a s výhodou uvedení výsledného roztoku ve styku s aktivním dřevěným uhlím, aby se odstranilo zabarvení, a odstranění dřevěného uhlí, (b) krystalizaci produktu z hexanového roztoku při nízké teplotě a vysušení krystalického produktu, (c) rozpuštění krystalického produktu v methanolu za zvýšené teploty a s výhodou uvedení methanolového roztoku s aktivovaným dřevěným uhlím, aby se odstranilo zabarvení, a oddělení dřevěného uhlí a (d) krystalizaci produktu z methanolového roztoku přidáním vody a snížením teploty, oddělením a vysušením krystalického produktu.

V uvedeném stupni (a) se zreagovaná reakční směs rozpustí v hexanu, s výhodou při teplotě 50 až 69 °C, výhodněji 65 až 69 °C. Hmotnostní poměr hexan:reakční směs je s výhodou 20:1 až 5:1, výhodněji 10:1 až 5:1. Není-li výsledný roztok bezbarvý, lze jej odbarvit přidáním aktivního uhlí a mícháním a potom odfiltrováním uhlí.

Před krystalizací produktu z hexanového roztoku v uvedeném stupni (b) se hexanový roztok s výhodou zahustí odpařením části hexanu. Výsledný koncentrát má s výhodou poměr hexan/reakční produkt 10:1 až 3:1, výhodněji 8:1 až 4:1. Výhodná teplota pro krystalizaci produktu z hexanového roztoku je 25 až 0 °C, výhodněji 10 až 0 °C. Krystaly se odstraní ze vznášející se kapaliny s výhodou filtrací, vysuší, výhodně pod vakuem při teplotě pod 30 °C.

Ve stupni (c) uvedeného postupu se krystaly ze stupně (b) rozpustí v methanolu, s výhodou při teplotě 45 až 65 °C, výhodněji 60 až 65 °C. Hmotnostní poměr methanolu k tuhé látce je 20:1 až 3:1, s výhodou 10:1 až 4:1. Není-li výsledný roztok bezbarvý, odbarví se přidáním aktivního uhlí a mícháním, načež se uhlí odfiltruje.

Ve stupni (d) se k methanolovému roztoku ze stupně (c) přidá voda a výsledná směs se ochladí, s výhodou na teplotu 20 až 0 °C, výhodněji 10 až 0 °C. Hmotnostní poměr methanol:voda je s výhodou 20:1 až 3:1, lépe 10:1 až 4:1. Krystaly produktu se

odstraní od kapaliny filtrací. Krystaly se vysuší s výhodou ve vakuové sušárně při teplotě pod 45 °C.

Následující příklady blíže popisují a objasňují výhodná provedení v rozsahu tohoto vynálezu, aniž by vynález nějakým způsobem omezovaly, protože jsou možné jeho obměny, pokud se jedná o základní myšlenku a rozsah vynálezu.

Příklady provedení vynálezu

Příklady 1 až 20

V následující tabulce je shrnuta výroba v laboratorním měřítku po dávkách (30 g produktu z jedné dávky) 4-(5'-hexinoyl)-2,6-di-terc. butylfenolu, získávaného reakcí 2,6-di-terc.butylfenolu, 5-hexinové kyseliny a trifluoracetanhydridu za různých reakčních podmínek.

Číslo metody v tabulce 1 se týká těchto postupů:

- Metoda 1: 5-Hexinová kyselina a trifluoracetanhydrid se spolu smíchají za chlazení ledem. 2,5-Di-terc.butylfenol se potom přidá všechn najednou a reakční směs se míchá po uvedené dobu.
- Metoda 2: 2,6-Di-terc.butylfenol a trifluoracetanhydrid se smíchají spolu při teplotě místnosti a 5-hexinová kyselina se přidá rychle. Reakční směs se míchá po udanou dobu.
- Metoda 3: 2,6-Di-terc.butylfenol a 5-hexinová kyselina se smíchají při teplotě místnosti a trifluoracetanhydrid se přidá kontrolovanou rychlostí. Po ukončení jeho přidávání se reakční směs míchá po udanou dobu.
- Metoda 4: 2,6-Di-terc.butylfenol a 5-hexinová kyselina se rozpustí v rozpouštědle. Písmena v závorkách za číslem 4 udávají použitá rozpouštědla: (a) hexan, (b) toluen, (c) acetonitril s kyselinou fosforečnou a (d) acetonitril. Trifluoracetanhydrid se přidává kontrolovatelnou rychlostí.

Poměr, udávaný pro každý příklad v tabulce 1, je molární poměr celkových množství 5-hexinové kyseliny: 2,6-di-terc.-butylfenolu:trifluoracetanhydridu, přidávaných ke směsi.

Teplota, udávaná pro každý příklad v tabulce 1, je maximální teplota, dosahovaná reakční směsí během reakce. U příkladů, v nichž třetí reakční složka se přidává všechna najednou nebo rychle, dosahuje reakční teplota udaný teplotní vrchol a potom pomalu klesá během reakční doby. U příkladů metod 3 a 4, v nichž se trifluoracetanhydrid přidává kontrolovanou rychlostí se teplota blíží teplotě udané a udržuje se během přidávání, načež se reakční směs nechá pomalu ochladnout. Příklad 19 se liší v tom, že se teplota 50 °C udržuje po dobu 5 hodin za zahřívání a míchání.

Po ukončení reakce se obsah reakční směsi analyzuje, aby se stanovilo (1) množství zbylého 2,6-di-terc.butylfenolu, (2) množství vyrobeného 4-(5'-hexinoyl)-2,6-di-terc.butylfenolu a (3) jiných zplodin reakce. Procento konverze, uvedené v tabulce 1, je 100 minus procento nezreagovaného 2,6-di-terc.butylfenolu (vztaheno na výchozí množství této reakční složky). Procento selektivity, uváděné v tabulce 1, udává procento požadovaného produktu k celkovým produktům v dokončené reakční směsi.

Tabulka 1

Př.	Metoda	Poměr	Teplota °C	Doba h	Konverze %	Selektivita %
1	1	1,3:1,0:1,5	23	3	100	93
2	1	1,0:1,0:1,1	0	2,5	77	98
3	1	1,0:1,0:1,1	55	2,5	99	81
4	1	1,1:1,0:1,3	23	1,3	98	92
5	1	1,1:1,0:1,3	23	1,3	99	94
6	2	1,1:1,0:1,3	65	0,75	99	84
7	2	1,2:1,0:1,3	63	0,33	99	89
8	3	1,1:1,0:1,3	75	0,25	99	84
9	3	1,1:1,0:1,1	36	3	99	96
10	3	1,1:1,0:1,0	78	0,25	98	99
11	3	1,0:1,1:1,0	83	3	93	96
12	3	1,0:1,1:1,0	102	1,5	96	80
13	3	1,0:1,0:1,0	80	0,33	98	86
14	3	1,0:1,0:1,0	68	1	99	87
15	4(a)	1,0:1,0:1,0	62	0,5	97	91
16	4(a)	1,0:1,0:1,0	50	1	98	87
17	4(b)	1,0:1,0:1,0	23	22	84	81
18	4(c)	1,0:3,0:3,7	31	2	100	90
19	4(d)	1,1:1,0:1,0	50	5	86	92
20	3	1,0:1,0:0,5	35	22	80	98

Příklad 21

Za použití metody 3 se vyrábí 4-(4'-pentinoyl)-2,6-di-terc.butylfenol reakcí 2,6-di-terc.butylfenolu s 4-pentinovou kyselinou a trifluoracetanhydridem v molárním poměru 1,0:1,0:1,0 při maximální teplotě 36 °C a reakční době 2 hodiny po přidání trifluoracetanhydridu.

Příklad 22

Použitím metody 3 se vyrábí 4-(4',5'-hexadienoyl)-2,6-di-terc.butylfenol reakcí 2,6-di-terc.butylfenolu s 4,5-hexadienovou kyselinou a trifluoracetanhydridem v molárním poměru 1,0:1,0:1,0 při maximální teplotě 56 °C za míchání po 2 hodiny po přidání trifluoracetanhydridu.

Příklad 23

Použitím shora uvedené metody 3 se vyrábí 4-(10'-undecynoyl)-2,6-di-terc.butylfenol reakcí 2,6-di-terc.butylfenolu s 10-unde-

cinovou kyselinou a trifluoracetanhydridem v molárním poměru 1,0:1,0:1,0 při maximální teplotě 45 °C za míchání po dobu 2 hodin po přidání trifluoracetanhydridu.

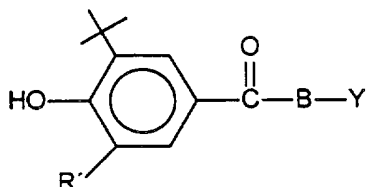
Příklad 24

V tomto příkladu se uvádí syntéza a čištění 4-(5'-hexinoyl)-2,6-di-terc.butylfenolu postupem vynálezu.

2,6-Di-terc.butylfenol (5 496 g, Ethyl Corp.) se roztaví na teplé vodní lázni a vpraví do 50litrové tříhrdlé baňky s kulatým dnem, opatřené míchadlem poháněným stlačeným vzduchem, míchací hřídelí, velkým teflonovým lopatkovým kolem, přidávací nálevkou, teploměrem a zpětným chladičem. Zařízení jse sestaveno v chladicí lázni z nerezové oceli. K mírně míchané kapalině se přidá 5-hexinová kyselina (3 288 g, Farchan Laboratories). Dávkovací nálevkou se přidá trifluoracetanhydrid (5 872 g, Halocarbon Inc.) takovou rychlostí, aby se během přidávání udržovala stále reakční teplota na 40 až 45 °C. Po ukončení přidávání, které vyžaduje asi 1 hodinu, se získaný roztok míchá další hodinu při 30 až 40 °C. Reakční směs se potom zředí 52 litry hexanu, extrahuje dvakrát 20 litry 5% uhličitanu draselného, jednou 20 litry vody a potom se na ni působí 400 g aktivovaného uhlí Darco G-60 při refluxu po dobu 15 minut. Horká směs se zfiltruje Celitem, promyje 800 ml hexanu a zahustí na konečný objem 36 litrů na rotační odparce. Krystalizací za mírného míchání při 0 až 3 °C a následnou filtrací a vysušením ve vakuové sušárně při 40 až 45 °C se získá 5,960 g surového produktu. Surový produkt (5 935 g) se rozpustí ve 29,6 litrech methanolu a působí se na něj při refluxu po dobu 15 minut 550 g aktivního uhlí. Horká směs se zfiltruje Celitem a potom se přidá voda (5 830 ml). Krystalizace se uskuteční za mírného míchání v ledové lázni. Filtrací se získá 5 140 g vyčištěného produktu, po vysušení ve vakuové sušárně při 40 až 45 °C a 90 až 95 kPa.

P A T E N T O V É N Á R O K Y

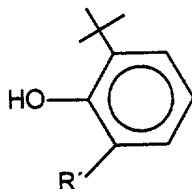
1. Způsob přípravy 2-alkyl-4-acyl-6-terc.butylfenolových sloučenin obecného vzorce I



(I),

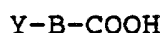
ve kterém Y je $-C\equiv CH$ nebo $-CH=C=CH_2$, B je nasycený rovný nebo rozvětvený C_{1-12} alkylen, R' je nasycený rovný nebo rozvětvený C_{1-10} alkyl nebo C_{3-10} cykloalkyl a značka + znamená

terc.-butyl, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se v reakční směsi nechají na sebe působit 2-alkyl-6-terc.-butyl-fenolová sloučenina obecného vzorce II



(II),

s karboxylovou kyselinou obecného vzorce III



(III),

v nichž substituenty mají shora uvedené významy, a s trifluor-acetanhydridem.

2. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se nechá reagovat sloučenina obecného vzorce II, v němž R' značí přímý C₁₋₃alkyl nebo rozvětvený C₃₋₈alkyl, s karboxylovou kyselinou obecného vzorce III, v němž B značí přímý alkylen.
3. Způsob podle nároku 2, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se nechá reagovat sloučenina obecného vzorce II, v němž R' značí terc.-butyl.
4. Způsob podle nároku 3, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se nechá reagovat karboxylová kyselina obecného vzorce III, v němž Y značí -C≡CH.
5. Způsob podle nároku 4, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se nechá reagovat karboxylová kyselina obecného vzorce III, v němž B značí -CH₂CH₂CH₂-.
6. Způsob podle některého z nároků 1 až 5, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se kterákoliv reakční složka používá v molárním nadbytku do 30 % hmotnostních.
7. Způsob podle některého z nároků 1 až 6, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se kterákoliv reakční složka používá v molárním nadbytku do 10 % hmotnostních.
8. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se výsledná sloučenina krystalizuje z methanolu/vody a získané krystaly se oddělí z matečné kapaliny a vysuší.
9. Způsob podle nároku 8, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se výsledná sloučenina krystalizuje nejprve z hexanu, získané krystaly se oddělí z matečné kapaliny a vysuší se a potom krystalizují z methanolu/vody.
10. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se výsledná reakční směs rozpustí v hexanu za zvýšené teploty, uvede se ve styk s aktivním uhlím, které se potom

odstraní a sloučenina se krystalizuje při nízké teplotě, získané krystaly se oddělí a vysuší a rozpustí v methanolu za zvýšené teploty, k methanolovému roztoku se přidá aktivní uhlí a po jeho odstranění z roztoku se sloučenina krystalizuje přidáním vody do roztoku a snížením jeho teploty, načež se výsledné krystaly oddělí a vysuší.

11. Způsob podle nároku 9, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se krystalizuje terc._butylfenolová sloučenina obecného vzorce I, v němž R' je terc._butyl, Y je $-C\equiv CH$ a B je $-CH_2CH_2CH_2-$.

Konec dokumentu
