



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

201 971

(11) (B 1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 06. 04. 78

(21) PV 2343-79

(51) Int. Cl. ³ C 07 C 179/06

(40) Zverejnené 31. 03. 80

(45) Vydané 31. 01. 83

(75)

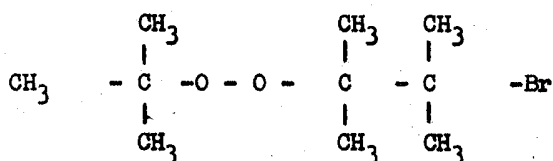
Autor vynálezu LUKÁČ IVAN ing. CSc., BRATISLAVA /ČSSR/ a SCHULZ MANFRED prof. dr., MERSEBURG /NDR/

(54)

Terc.butyl - /2.3-dimetyl-3-bróm/butyl -2-peroxid a spôsob jeho prípravy

1

Vynález sa týka novej zlúčeniny terc.butyl - /2.3-dimetyl-3-bróm/butyl -2-peroxidu vzorca



a spôsobu jeho prípravy.

Doteraz sa podarilo pripraviť metódou peroxymerkurácie brómperoxydy s brómom v β -polohe v peroxyskupine len na sekundárnom uhlíku /A.J. Bloodworth; I.M. Griffin, J. Chem. Soc. Perkin, Transaction I. 1975, 695/.

Predložený vynález využíva spôsob prípravy nesubstituovaných peroxidov, ktorý je založený na peroxidácii hydroperoxidu s terc.butylhydrogénsulfátom /N.A. Milas, D.M. Surgenol, J. Am. Chem. Soc., 68, 1946/ str. 205 a 643/.

Spôsob prípravy novej zlúčeniny je založený na tom, že na 2,3-dimetyl - 3 - brómbutyl - 2 - hydroperoxid sa pôsobí terc. butylhydrogénsulfátom.

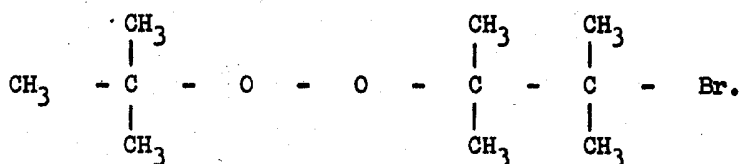
Význam uvedenej zlúčeniny spočíva v jej použití ako iniciátora radikálových reakcií, napr. radikálovej polymerizácie.

Príklad

K 6,1 g 2,3-dimetyl-3-brómbutyl-2-hydroperoxidu sa pri teplote suchého ľadu v metanole za miešania pridal postupne studený roztok terc. butylhydrogénsulfátu pripravený zmiešaním zriedenej kyseliny sírovej /3,2 ml konc. H_2SO_4 + 1,2 ml vody/ s terc. butanolom /4,8 ml./. Po zhomogenizovaní sa zmes miešala pri teplote miestnosti 2 hodiny a nechala stáť do druhého dňa bez miešania. Reakčná zmes sa zriedila dietyléterom a premyla 3-krát vodou. Po vákuovom odparení éteru sa produkt zriedil n-hexánom a prefiltroval cez 4 cm stípec silikagélu. Po odparení n-hexánu sa získalo 6 g kvapalného produktu $n_D^{20} = 1,4498$ /. Produkt je možné čistiť i destiláciou /t.v. 61 °C/133 Pa/, avšak produkt veľmi pení. Pre zamedzenie premenia okrem varnej kapiláry sa použila ďalšia nad hladinou na rozrážanie peny. Kvalita produktu čisteného chromatograficky bola podobná s kvalitou destilovaného. Elementárna analýza pre $\text{C}_{10}\text{H}_{21}\text{O}_2\text{Br}$ vypočítané: C = 47,44; H = 8,36; Br = 31,56 nájdené: C = 47,97; H = 8,99; Br = 34,16. Infračervené spektrum $/\text{CCl}_4/$: $\nu_{\text{max}} = 600, 840, 890, 1110, 1165, 1205, 1250, 1370, 1380, 1465, 2960, 3000\text{ cm}^{-1}$. $^1\text{H NMR } /\text{CCl}_4/$: $\delta = 1,18$ /s, 9H, C/ CH_3 / $_3$ /; 1,40 /s, 6H, Br-C/ CH_3 / $_2$ -/; 1,78 /s, 6H, -O- C/ CH_3 / $_2$ -/. Hmotné spektrum: m/e = 252 / M^+ /; 195, 179, 163, 165, 131, 121, 123, 73, 69, 57.

P R E D M E T V Ý N Á L E Z U

1. Terc.butyl - /2,3 - dimetyl - 3 - bróm/butyl - 2 -peroxid vzorca



2. Spôsob prípravy zlúčeniny podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že na 2,3 - dimetyl - 3 - bróm/butyl - 2 - hydroperoxid sa pôsobí terc.butylhydrogénsulfátom pri teplote suchého ľadu v metanole.