



ÚŘAD PROVYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

196686

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³

C 07 C 39/225

(22) Přihlášeno 28 02 77

(21) (PV 1288-77)

(40) Zveřejněno 31 07 79

(45) Vydáno 15 07 81

(75)

Autor vynálezu

BURYAN PETR ing. CSc., a MACÁK JIŘÍ prof. ing. DrSc., PRAHA

(54) Způsob výroby indanolů a jejich homologů

Vynález se týká způsobu výroby indanolů a jejich homologů. Syntéza hydroxysubstituovaných aromatických systémů mono- nebo polytopicky substituovaných alkyly je prováděna často přes meziprodukty, zahrnující ve své molekule α -karbonylovou skupinu. Jedná se především o aromatické hydroxyketony, ale také o hydroxyaldehydy a aromatické hydroxykarboxylové kyseliny.

Tyto meziprodukty je nutné redukovat selektivně, přičemž je nahrazována karbonylová skupina skupinou methylenovou. Tento stupeň syntézy lze provádět různě výhodnými cestami.

Při přípravě indanolů z odpovídajících indanonů bylo až dosud nutné používat časově náročných a pracných metod klasické preparace například Clemmensenovy redukce, nebo redukční metody Wolf-Kižněrovy.

Proto byla pro tento účel vyzkoušena již dříve popsána metoda katalytické hydrogenace a redukce α -karbonylové skupiny plynným vodíkem v rotačním autoklávu za tlaku. Katalyzátorem byl sirič molybdeničitý.

Podstata způsobu výroby indanolů a jejich homologů spočívá v tom, že se na hydroxyindanony působí plynným vodíkem za teploty 100 až 300 °C a tlaku 5 až 25 MPa a za katalytického působení sirič molybdeničitého, načež se po provedení hydrogenaci indanoly od katalyzátoru odfiltrují.

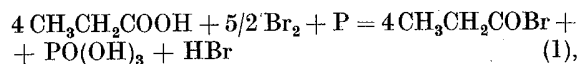
Je výhodné, provádí-li se hydrogenace v prostředí organického rozpouštědla, které usnadňuje zpracování produktu i průběh hydrogenace, zejména při přípravě menšího množství látky.

Použití katalytické hydrogenace na sirič molybdeničitým v porovnání s klasickými způsoby redukce umožňuje podstatné zkrácení reakční doby (z několika hodin na několik minut) při zachování nebo zlepšení reakčních výtěžků a při vyšší individualitě produktu.

Postup přípravy podle vynálezu je v dalším blíže popsán na příkladu provedení.

Příklad

V první fázi se připraví α -brompropionylbromid podle rovnice:



Dále následuje esterifikace o-, m-, a p-kresolu α -brompropionylbromidem. Z připravených esterů se katalytickým účinkem AlCl_3 připraví methylhydroxyindanony.

Redukce karbonylové skupiny hydroxyindanonů se provedou v rotačním autoklávu plynným vodíkem v prostředí cyklohexanu za katalytického působení sirič molybdeničitého. Počáteční tlak

vodíku byl 10,1 MPa. Množství katalyzátoru bylo 15 % hmot., vztaženo na hmotnost redukované látky. Na požadované teplotě byla reakční směs zahřívána 20 min. Její složení po reakci po odstranění katalyzátoru a oddestilování cyklohexanu bylo určeno plynově-chromatograficky na náplňové koloně s 5 % polyfenyletheru z ploch plynově-chromatografických vln bez použití koeficientů plameno-ionizačního detektoru.

Výsledky redukce hydroxyindanonů za vzniku indanolů jsou shrnuty v tabulce 1.

Tabulka 1

Množství hydrogenovaného 5-methyl-7-hydroxyindanonu-1

Čís.	Teplota °C	Získáno 6-methyl-4-indanolu % hmotnost
1	210	35
2	230	46,0
3	250	96,0
4	290	74,4

Po zjištění složení reakčních směsí byla k získání čistých standardních látek použita preparativní plynová chromatografie. Bylo pracováno s kovovými spirálovými kolonami o rozměrech 4,5 × 6 mm s náplní 15 % vysokovroucích parafinických olejů + 0,5 polyfenyletheru.

U preparovaných látek byly stanoveny v Koflerově bloku body tání. Jejich hodnoty jsou shrnuty do tabulky č. 2.

Tabulka 2

Teploty tání syntetizovaných methylindanolů

Čís.	Látka	Teplota tání °C
1	5-Methyl-4-indanol	98,0
2	6-Methyl-4-indanol	80 až 81,0
3	7-Methyl-4-indanol	85 až 86,0

Kontrola syntézního procesu byla prováděna spektrálními analytickými metodami.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby indanolů a jejich homologů, vyznačený tím, že se na hydroxyindanony působí plynným vodíkem za teploty 100 až 300 °C a tlaku 5 až 25 MPa a za katalytického působení sirníku molybdeničitého, načež se po provedené hydrogenaci indanoly od katalyzátoru odfiltrují.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se hydrogenace provádí v prostředí organického rozpouštědla, výhodně cyklohexanu nebo redestilovaného petroletheru.