



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

196 471

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavná priorita
(22) Prihlášené 28 11 77
(21) PV 7843-77

(51) Int. Cl.³

C 07 C 43/205

(40) Zverejnené 29 06 79
(45) Vydané 01 3 82

(75)

Autor vynálezu

LUKÁČ IVAN ing.CSc.

ZVARA IVAN ing., BRATISLAVA

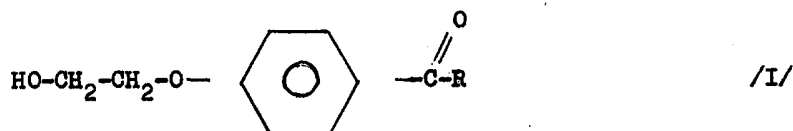
HRDLOVIČ PAVOL RNDr.CSc., MALACKY

(54)

Nové p-acylované fenoxyetanoly

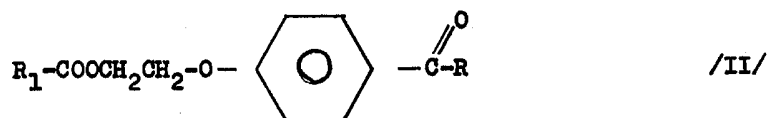
1

Vynález sa týka nových para-acylovaných 2-fenoxxy etanolov obecného vzorca



kde R je alkyl s 1 až 9 uhlíkovými atómami, fenyl alebo benzyl. Vynález popisuje tiež spôsob prípravy týchto látok, ktoré nie sú známe z literatúry. Zlúčeniny, ktoré sú predmetom tohto vynálezu, by bolo možné získať i oxidáciou metylénovej skupiny v susedstve benzénového jadra z alkyl, alebo z alkyl aryl derivátov. Tento vynález naväzuje na vynález, ktorý rieši prípravu esterov p-acylovaných 2-fenoxxyetanolov.

Spôsob prípravy nových p-acylovaných 2-fenoxxy-etanolov sa vyznačuje tým, že sa na ester obecného vzorca



kde R má rovnaký význam ako vo vzorci I a R_1 je metyl. V rozpúšťadle výhodne etylalkohole pôsobí alkalickým lúhom pri teplote varu reakčnej zmesi.

Uvedený postup umožňuje pripraviť látky, pre ktoré nie je známy spôsob prípravy. Výhodou postupu je tiež špecifickosť reakcie a dobré výťažky. Pripravené látky sa dajú použiť ako produkty ďalších syntéz. Alkoholická skupina umožňuje viazanie uvedených štruktúr do polymérneho reťazca najmä prostredníctvom akrylových, alebo metakrylových esterov. Zavedenie karboxylových skupín môže nájsť uplatnenie pri príprave fotopolymérov, fotosenzibilizátorov, alebo svetlom degradovateľných polymérov.

Príklad 1

Príprava 2-/-4-propionyl-fenoxy/etanolu

144 g acetyl esteru 2-/-4-propionylfenoxy etanolu sa rozpustilo za tepla v 400 ml technického etanolu. K pripravenému roztoku sa pridal roztok 90 g hydroxidu sodného v 400 ml vody. Reakčná zmes sa refluxovala 20 minút, po tejto dobe už neobsahovala východiskovú látku. Etanol sa odparil za vákua a zvyšok sa extrahoval chloroformom. Chloroform sa vákuove odparil a zvyšok sa kryštalizoval zo 400 ml chloridu uhličitého po ochlazení suchým ľadom. Kryštalická látka sa oddelila a po vysušení kryštalizovala zo 400 ml éteru. Výťažok bol 89,5 %, teplota topenia produktu 38 až 39 °C.

IR $/\text{CCl}_4/$ $\nu_{\text{max}} = 740, 850, 920, 960, 1045, 1080, 1180, 1230, 1260, 1310, 1350, 1420, 1460, 1510, 1610, 1690, 2340, 2940, 3500, 3640 \text{ cm}^{-1}$.

^1H - NMR/ $\text{CDCl}_3/$ $\delta = 1,12/\text{t}, 3\text{H}, -\text{CH}_3/; 2,65/\text{s}, 1\text{H}, -\text{CH}/; 2,83/\text{q}, 2\text{H}, -\text{CO}-\text{CH}_2-/; 3,98/\text{m}, 4\text{H}, -\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}/; 6,88/\text{d}, 2\text{H}, \text{aromatické}/; 7,90/\text{d}, 2\text{H}, \text{aromatické}/$

Hmotnostné spektrum $m/e = 194/\text{M}^+, 165, 121, 93$

Príklad 2

Príprava 2-/-4-fenylacetyl-fenoxy/etanolu. Použil sa rovnaký postup ako v príklade 1. Vychádzalo sa z acetylésteru 2-/-4-fenylacetyl fenoxy/etanolu. Produkt po odparení chloroformu sa kryštalizoval z N-heptánu. Výťažok bielej kryštalickej látky s teplotou topenia 97 až 98 °C je 82,6 %.

IR $\text{CCl}_4 : \text{CHCl}_3$ $/1:1/$ $\nu_{\text{max}} = 740, 910, 980, 1030, 1070, 1170, 1210, 1250, 1305, 1415, 1450, 1505, 1600, 1670, 3010, 3460, 3600 \text{ cm}^{-1}$.

^1H -NMR/ $\text{CDCl}_3/$ $\delta = 2,33/\text{s}, 3\text{H}, -\text{CH}_3/; 3,93/\text{m}, 4\text{H}, -\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}/; 4,13/\text{s}, 2\text{H}, -\text{CH}_2-\text{CO}/; 6,84/\text{d}, 2\text{H}, \text{aromatické}/; 7,24/\text{s}, 5\text{H}, \text{aromatické}/; 7,96/\text{d}, 2\text{H}, \text{aromatické}/$.

Hmotnostné spektrum $m/e = 256/\text{M}^+, 165, 121, 104, 93, 91, 77, 76, 45$

Príklad 3

Príprava 2-/-4-benzoylfenoxy/etanolu.

Použil sa rovnaký postup ako v príklade 1. Vychádzalo sa z acetylésteru 2-/-4-benzoylfenoxy/etanolu. Produkt po odparovaní chloroformu sa kryštalizoval z N-heptánu. Výťažok bielej kryštalickej látky s teplotou topenia 79 až 80 °C bol 91 %.

IČ/ $\text{CCl}_4:\text{CHCl}_3$ /1:1/ $\nu_{\text{max}} = 740, 840, 920, 935, 1030, 1070, 1150, 1170, 1215, 1250,$
 $1280, 1300, 1315, 1415, 1445, 1505, 1600, 1650, 3010, 3460,$
 $3610 \text{ cm}^{-1}.$

$^1\text{H-NMR}/\text{CDCl}_3 \delta = 2,52/\text{s}, 1\text{H}, -\text{OH}/; 3,97/\text{m}, 4\text{H}, -\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}/; 6,90/\text{d}, 2\text{H}, \text{aromatické}/;$
 $7,62/\text{m}, 7\text{H}, \text{aromatické}/$

Hmotnostné spektrum $m/e = 242/\text{M}^+/, 165, 138, 121, 105$

Príklad 4

Príprava 2-/-4-acetylfenoxy/etanolu

Použil sa rovnaký postup ako v príklade 1. Výťažok bielej kryštalickej látky s teplotou topenia 56 až 57 °C bol 87 %. Podobne sa pripravil 2-/-4-oktanoylfenoxy/etanol a 2-/-4-dekanoylfenoxy/etanol. Sú to biele látky s nepresnou teplotou topenia a NMR a IČ spektra potvrdili, že sa jedná o žiadané látky.

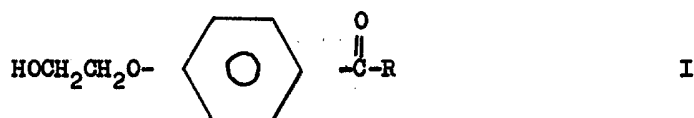
Príklad 5

Príprava 2-/-4-propionylfenoxy/etanolu bez izolácie východiskovej látky.

Do baňky sa vložilo 40 ml kyseliny polyfosforečnej, 0,05 mólu /9g/ fenoxetyl acetátu a 14 ml kyseliny propiónovej. Reakčná zmes sa zhomogenizovala a nechala stáť pri teplote miestnosti niekoľko dní. Po stáťí produkt neobsahoval fenoxetylacetát. Reakčná zmes sa vyliala do vody a extrahovala éterom. Éter sa odparil za vzniku slabozltej kryštalickej látky, acetylésteru 2-/-4-propionylfenoxy/etanolu. Tento sa hydrolyzoval a spracoval ako v príklade 1. Výťažok bol 91 %, teplota topenia produktu bola 38 až 39 °C.

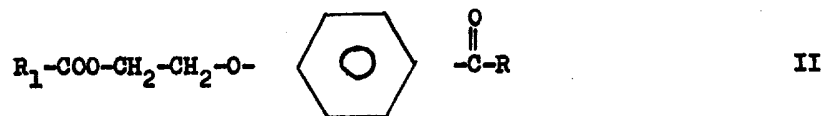
P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Nové p-acylované fenoxyetanoly obecného vzorca



kde R je alkyl s 1 až 9 uhlíkovými atómami, fenyl alebo benzyl.

2. Spôsob prípravy nových zlúčenín podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že sa na ester obecného vzorca



kde R má rovnaký význam ako u vzorca I a R_1 je metyl, v rozpúšťadle výhodne v etylalkohole pôsobí pri teplote varu reakčnej zmesi alkalickým lúhom.