



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

213 011

(11) (B1)

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>

C 07 C 49/825

(61)

(23) Výstavní priorita  
(22) Přihlášeno 11 08 80  
(21) PV 5524-80

(40) Zveřejněno 31 08 81  
(45) Vydáno 01 01 84

(75)

Autor vynálezu

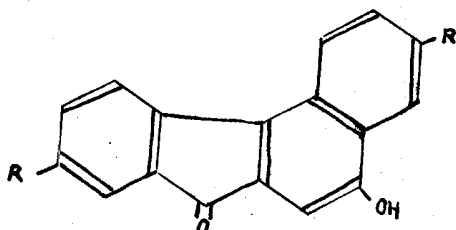
KŘEPELKA JIŘÍ, ing. CSc., VANČUROVÁ IVA *prem.chem.*, PRAHA

(54)

Způsob výroby derivátů benzo/c/fluorenu

Nový způsob výroby 5-hydroxy-7-oxo-7H-  
-benzo/c/fluorenu a jeho 3,9-dimethylanalogu,  
spečívající v reakci 4-fenyl-2,3-dikyano-1-  
-naftolu, resp. 7-methyl-4-(4-methylfenyl)  
-2,3-dikyano-1-naftolu, se zředěnou kyselí-  
nou sírovou v prostředí kyseliny octové při  
zvýšené teplotě, v rozmezí od 100 °C až do  
bodu varu reakční směsi.

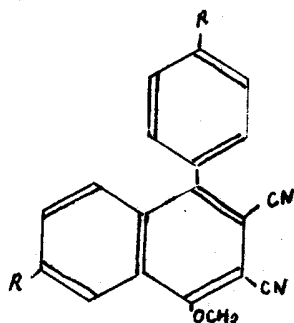
Vynález se týká způsobu výroby derivátů benzo/c/fluorenu obecného vzorce I



/I/,

ve kterém R značí atom vodíku nebo methylskupinu.

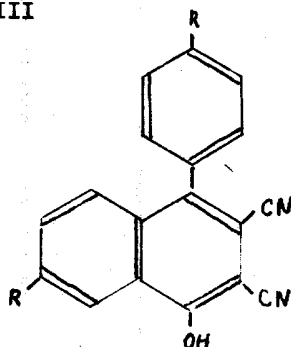
Látky obecného vzorce I, s výše uvedeným významu R, jsou látky známé a lze je připravit např. podle autorských osvědčení č. 200 094 a s.e. 204211. Způsob výroby podle desavědného postupu spočíval v reakci látky obecného vzorce II



/II/,

ve kterém R má stejný význam jak výše uvedeno, se zředěnou kyselinou sírovou v prostředí kyseliny octové. V tomto prostředí probíhá řada reakcí, včetně demethylace, hydrolysy a cyklisace intermediárně vzniklého karboxylového derivátu, vedoucí ke vzniku směsi produktů, v níž zastoupení látek obecného vzorce I, s výše uvedeným významu R, je závislé na reakčních podmínkách, tj. teplotě, reakční době a poměru komponent v reakčním prostředí (kyselina sírová- voda- kyselina octová). V závislosti na těchto podmínkách vzniká v reakční směsi vedle požadovaných látek, rovněž příslušný anhydrid kyseliny 4-fenyl-1-methoxynaftalen-2,3-dikarboxylové, resp. kyseliny 7-methyl-4-(4-methylfenyl)-1-methoxynaftalen-2,3-dikarboxylové. Současně přítomností kyseliny sírové dochází k sulfenaci látek, vzniku barevných produktů, v závislosti na teplotě a reakční době. Tyto látky je nezbytné z konečného produktu odstranit krystalisací nebo sloupcovou chromatografií, což zvyšuje pracnost způsobu výroby a snižuje výtěžky.

Autoři vynálezu nyní našli, že látky obecného vzorce I, s výše uvedeným významu R, lze výhodně připravit z látek obecného vzorce III



/III/,

ve kterém R má výše uvedený význam, působením kyseliny sírové v koncentraci 30 až 80 %, v prostředí kyseliny octové, při teplotách od 100 °C až do bodu varu reakční směsi.

Reakční směsi po ukončení reakce se nalijí do vody a vyloučený organický podíl se od-saje, promyje vodou a přečistí krystalisací.

Výše uvedený nový způsob užívá na rozdíl od předchozího postupu jako výchozí surovinu demethylevaný dikyanoderivát (látky obecného vzorce III, s výše uvedeným významu R), čímž

213 011

je průběh hydrolýsy a cyklizační reakce, ve srovnání s látkou methylovanou, usnadněn. Látky methylované obecného vzorce II, s výše uvedeným významu R, vyžaduje vzhledem ke značné resistenci vůči intermediárně probíhající demethylaci, jednak větší objemy reakčních prostředků a jednak větší objemy kyseliny sírové, což vede ke zvýšené tvorbě barevných doprovodných produktů, především produktů sulfenace, snižujících kvalitu konečné látky.

Látky obecného vzorce III, s výše uvedeným významu R, jsou látky známé a snadno dostupné např. podle čs. autorského osvědčení 212 636.

Podrobnější údaje o způsobu výroby látek obecného vzorce I, s výše uvedeným významu R, vyplývají z následujícího příkladu provedení, který rozsah vynálezu nikterak nemezuje.

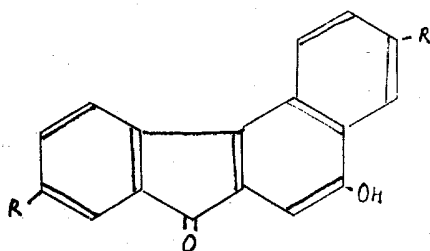
#### 5-Hydroxy-7-oxo-7H-benzo[c]fluoren

K suspenzi 20,0 g (0,07 mol) 4-fenyl-2,3-dikyan-1-naftolu ve 200 ml kyseliny octové a 100 ml vody se přikape za míchání 140 ml kyseliny sírové a reakční směs se refluxuje 6 hodin. Po ochlazení a nalití do 5 l vody se vyloučená sraženina odsaje, promyje vodou a získaný produkt se převede do 500 ml vody a krátce se povaří (cca 10 minut), krystalická sraženina se odsaje a vysuší. Získá se látka s t.t. 255 až 257 °C.

Analýzickým postupem, ze užití 7-methyl-4-(4-methylfenyl)-2,3-dikyan-1-naftolu jako výchozí látky, se získá 4,9-dimethyl-5-hydroxy-7-oxo-7H-benzo[c]fluoren: sublimuje od 260 °C (chloroform-ethanol, 1:1).

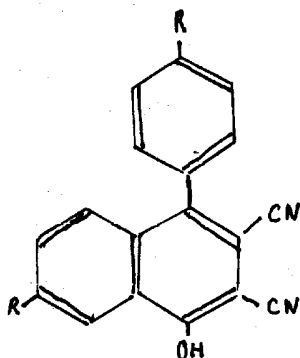
### PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby derivátů benzo[c]fluorenu obecného vzorce I



/I/

ve kterém R značí atom vodíku nebo methylskupinu, vyznačující se tím, že se látky obecného vzorce III



/III/

ve kterém R má výše uvedený význam, nechají reagovat se zředěnou kyselinou sírovou (30 až 80%), v prostředí kyseliny octové, v rozmezí teplot od 100 °C až do bodu varu reakční směsi.