



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

205936

(11)

(B1)

(22) Prihlášené 11 05 79

(21) (PV 3218-79)

(40) Zverejnené 29 08 80

(45) Vydané 02 05 84

(51) Int. Cl.³

C 07 C 49/16

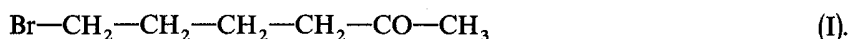
(75)

Autor vynálezu

JENDRICHOVSKÝ JÁN ing., HLOHOVEC,
RYBÁR ALFONZ ing. CSc., BRATISLAVA
a KREJČÍ FRANTIŠEK RNDr., HLOHOVEC

(54) Spôsob prípravy 1-bróm-5-hexanónu

Predmetom vynálezu je spôsob prípravy 1-bróm-5-hexanónu vzorca I



Predmetná zlúčenina sa pripravovala podľa USA patentu č. 3 422 107 reakciou 2-metyl-3-karboxy-5,6-dihydropyránu s najmenej dvoma mólami HBr vo forme najmenej 60% vodnej kyseliny bromovodíkovej v teplotnom rozmedzí 0 až 30 °C a 81 % výťažku. Nevýhodou postupu sú dlhé reakčné časy (24 až 48 h) a odpadná kyselina bromovodíková po zriedení sa na pôvodnú koncentráciu musí sýtiť plynným brómovodíkom.

Spôsobom podľa vynálezu sa predmetná zlúčenina vyrába pôsobením prebytku 50 až 54% vodnej kyseliny brómovodíkovej na 2-metyl-3-karboxy-5,6-dihydropyrán pri teplotách 31 až 70 °C. Reakčný čas sa zníži na 3 až 4 hodiny a odpadná kyselina bromovodíková (20 až 40 %) sa dá regenerovať na pôvodnú koncentráciu vákuovou rektifikáciou pri 1 až 5 kPa. Výťažky brómhexanónu sa pohybujú v rozmedzí 80 až 85 %.

1-Bróm-5-hexanón je medziproduktom pre prípravu vazodilatancia pentoxifylínu.

V ďalšom je predmet vynálezu objasnený na príklade prevedenia bez toho, aby sa na tento výlučne obmedzoval:

K 72 g 51,3 % kyseliny bromovodíkovej (0,456 mólu) sa za miešania pri 60 °C prikvapká v priebehu 0,5 hodiny 20 g (0,115 mólu) 2-metyl-3-karboxy-5,6-dihydropyránu. Zmes sa mieša pri tejto teplote ešte 3 hodiny. Po schladení sa k zmesi pridá 70 ml vody. Spodná fáza produktu sa oddelí a horná fáza sa vyextrahuje 3 x 50 ml dichlórmetánu. Extrakt sa spojí s brómhexanónom a spojené organické fázy sa extrahujú 100 ml nasýteného roztoku NaHCO₃ a potom 100 ml vody. Dichlórmetánová vrstva sa vysuší bezvodým Na₂SO₄, prefiltruje, pridá sa 1 g 1-fenoxi-2,3-epoxipropánu a dichlórmetán sa odparí. Zvyšok sa destiluje vákuovo. Získa sa 17 g (84,3 % výťažok) brómhexanónu, t. v. 96 až 98 °C (1,6 kPa) v 99% čistote (stanovené titračne a plynovou chromatografiou).

PREDMET VYNÁLEZU

205 936

Spôsob prípravy 1-bróm-5-hexanónu pôsobením prebytku vodnej kyseliny bromovodíkovej na 2-metyl-3-karboxi-5,6-dihydropyrán, vyznačujúci sa tým, že sa reakcia prevádza s 50 až 54% vodnou kyselinou bromovodikovou pri teplotách 31 až 70 °C.