

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

202896

(11)

(B1)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

/22/ Prihlášené 19 01 79
/21/ /PV 432-79/

(40) Zverejnené 30 05 80

(45) Vydané 15 09 82

(51) Int. Cl.³
C 07 C 69/54

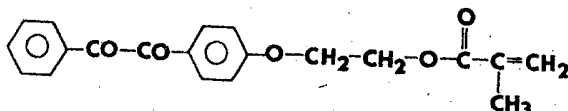
(75)

Autor vynálezu

ZVARA IVAN ing., LUKÁČ IVAN ing. CSc., BRATISLAVA
a HRDLOVIČ PAVOL RNDr. CSc., MALACKY

(54) 1-fenyl-2-[4-(2-metakryloyloxyetoxy)fenyl]-1,2-etándiôn a spôsob jeho prípravy

Vynález sa týka novej zlúčeniny 1-fenyl-2-[4-/2-metakryloyloxyetoxy/fenyl]-1,2-etándiônu vzorca I



/I/

a spôsobu jej prípravy.

Spôsob prípravy novej zlúčeniny, ktorá nie je známa z literatúry, je možný dvomi spôsobmi: buď esterifikáciou 1-fenyl-2-[4-/2-hydroxyetoxy/fenyl]-1,2-etándiônu s kyselinou metakrylovou alebo jej chloridom alebo oxidáciou 1-metakryloyloxy-2-[4-fenylacetyl/fenoxy]-etánu kysličníkom seleničitým v prostredí vodného dioxánu.

Uvedená zlúčenina je monomér na prípravu polyméru so špeciálnym použitím.

P r í k l a d 1

3,4 g /0,01260 mól/ 1-fenyl-2-[4-/2-hydroxyetoxy/fenyl]-1,2-etándiônu sa rozpustilo v benzéne /20 ml/, pridalo sa 1,6 g kyseliny metakrylovej /50% nadbytok/ a 5 kvapiek koncentrovanej kyseliny sírovej. Z reakčnej zmesi sa za refluxu oddestilovalo teoretické množstvo vody. Po vychladnutí sa reakčná zmes naniesla na krátku chromatografickú kolónku /3 x 5 cm/ plnenú silikagélom a eluovala sa s 200 ml benzénom. Benzén sa vákuovo odparil bez zahrievania v tme. Po odparení benzénu k viskóznemu odparku sa pridal metanol, po pretrepaní odparok stuhol. Opatrne sa to zahriatím rozpustilo a nechalo kryštalizovať. Získala sa svetložltá kryštalická látka s t.t. 72,0-73,0 °C a 78,5% výťažkom.

Rovnaký produkt sa získal i esterifikáciou s chloridom kyseliny metakrylovej.

P r í k l a d 2

1 mól 1-metakryloyloxy-2-[4-fenylacetyl/-fenoxy]-etánu sa rozpustil v dioxáne a pridal sa k nemu roztok 1,1 mólu kysličníka seleničitého a 1,1 mólu vody v dioxáne /dioxán sa pridáva v 1 až dvojnásobku hmotnosti SeO_2 / a zmes sa refluxuje 12 hodín. Po tomto čase sa reakčná zmes prefiltruje, dioxán sa vákuovo odparí a produkt sa kryštalizuje z etanolu.

$^1\text{H NMR}$ / CDCl_3 / $\delta = 2,33$ [s, 3H/- CH_3 /]; 4,82 /m, 4H/- $\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{-O}$ /; 5,97 s, 1H/ $\text{CH}_2 = \text{C-}$ /; 6,5/s, 1H/ $\text{CH}_2 = \text{C-}$ /; 7,88/M, 9H arom/.

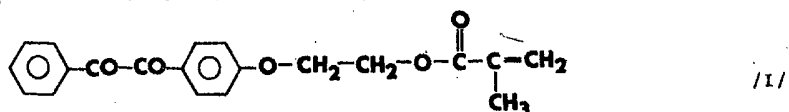
elem. analýza vyp. C = 70,99 % nájdené C = 71,57 %

H = 5,36 %

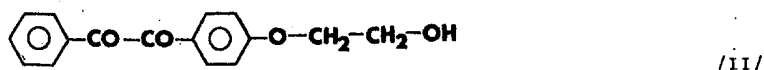
H = 5,54 %

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. 1-fenyl-2-[4/2-metakryloyloxyetoxy/fenyl]-1,2-etándiön vzorca I

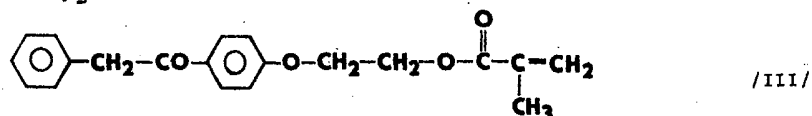


2. Spôsob prípravy novej zlúčeniny podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že 1-fenyl-2-[4-/2-hydroxyetoxy/-fenyl]-1,2-etándiön vzorca II



sa esterifikuje s kyselinou metakrylovou alebo s chloridom kyseliny metakrylovej.

3. Spôsob prípravy novej zlúčeniny podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že 1-metakryloyloxy-2-[4-fenylacetyl/fenoxy]-etán vzorca III



sa oxiduje kysličníkom seleničitým v prostredí vodného dioxánu pri refluxe.