



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

203362

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 D 311/06

/22/ Přihlášeno 28 03 79
/21/ /PV 2023-79/

(40) Zveřejněno 30 05 80

(45) Vydáno 15 10 82

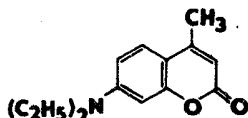
(75)

Autor vynálezu

PIRKL JAROMÍR ing., PARDUBICE

(54) Způsob přípravy 7-diethylamino-4-metylkumarinu

Vynález se týká způsobu přípravy 7-diethylamino-4-metylkumarinu vzorce



používaného k optickému zjasňování polyamidových, acetátových či triacetátových materiálů, vlny, srsti a přírodního hedvábí. 7-Diethylamino-4-metylkumarin se vyrábí kondenzací N,N-diethyl-m-aminofenolu s acetocetanem etylnatým a bezvodým chloridem zinečnatým, s výhodou za přidání práškového zinku, naředěním taveniny etanolem, vyloučením kyselého sulfátu produktu přidáním kyseliny sírové, izolací kyselého sulfátu a vyloučením volné báze z vodného roztoku přidáním amoniaku /čs. autorské osvědčení 180 246/. Namísto chloridu zinečnatého byl v poslední době použit i chlorid titaničitý /něm. pat. 2 659 698/.

Nyní bylo nalezeno, že dosud používané katalyzátory lze bez snížení výtěžku nebo zhoršení jakosti produktu s úspěchem nahradit chloridem amonným v kombinaci s malým množstvím práškového zinku a případným přidáním malého množství acetanhydridu čistoty a vzhled produktu ještě dále zvýšit.

Způsob přípravy 7-diethylamino-4-metylkumarinu kondenzací N,N-diethyl-m-aminofenolu s acetocetanem etylnatým, v molárním poměru nebo za použití až o 50 % zvýšeného množství acetocetanu etylnatého, izolací kyselého sulfátu produktu z alkoholického roztoku kondenzační směsi kyselinou sírovou s vysražením volné báze produktu z vodného roztoku jejího sulfátu amoniakem spočívá podle tohoto vynálezu v tom, že se uvedená kondenzace obou složek provádí při teplotě 110 až 150 °C, s výhodou při 120 až 125 °C za současného vydestilování vznikajících těkavých podílů a za přidání 5 až 10 % molárních práškového zinku, 5 až 20 % molárních chloridu amonného a popřípadě až 10 % molárních acetanhydridu na nasazený diethyl-m-aminofenol, až do ukončení reakce a produkt se z reakční směsi izoluje.

Reakční tavenina se pak obvyklým postupem naředí etanolem, přidavkem koncentrované kyseliny sírové se vyloučí kyselý sulfát 7-diethylamino-4-methyl-kumarinu a ten se izoluje odsátím a promytím etanolem. Pasta sulfátu se pak po rozpuštění a vyčeření roztoku za přidavku aktivního uhlí sráží při teplotě 0 až 10 °C amoniakem za přidání oxyetylovaného alkylpolyglykoléteri a vyloučený produkt se po promytí vodou vysouší při nízké teplotě.

Postupem podle podaného vynálezu se zlepšuje ekonomická stránka výroby, odpadní vody nejsou znečišťovány zinečnatými solemi a je možno vycházet i z méně kvalitního dietyl-m-aminofenolu bez podstatného snížení jakosti konečného produktu.

P ř í k l a d 1

Směs 82,4 hmot. dílů N,N-dietyl-m-aminofenolu, 98 hmot. dílů acetoctanu etylnatého, 3 hmot. dílů zinkového prachu a 5 hmot. dílů chloridu amonného se zahřívá po dobu 4 hodin na teplotu 120 až 123 °C za vydestilování asi 43 obj. dílů těkavých podílů.

Po částečném ochlazení se do taveniny připustí 150 obj. dílů etanolu a za chlazení tak, aby teplota nepřestoupila 70 °C, se připustí 30 obj. dílů koncentrované kyseliny sírové. Směs se ochladí na 10 °C a vyloučený kyselý sulfát 7-diethylamino-4-metylkumarinu se odsaje a po částech promyje s celkem 150 obj. díly etanolu do čistého koláče a bezbarvého výtoku. Koláč sulfátu se potom rozpustí v 350 obj. dílech vody okyselené 10 obj. díly koncentrované kyseliny sírové, přidá se 2 hmot. díly aktivního uhlí a filtruje se. Filtrát se za míchání a přidání 1 hmot. dílu oxyetylovaného alkylpolyglykoléteri a 400 hmot. dílů ledu zneutralizuje přikapáním asi 90 obj. dílů konc. amoniaku do zmizení kyselé reakce na kongo papírek. Vyloučený produkt se odsaje a promyje 100 obj. díly vody.

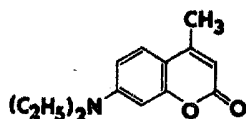
Po vysušení na vzduchu se získá 75 hmot. dílů 7-diethylamino-4-metylkumarinu. Hodnota absorbance jeho 10 % roztoku v 2,5 N HCl při 460 nm a síle kyvety 1 cm je 0,175.

P ř í k l a d 2

Kondenzace složek podle příkladu 1 se provádí s tím rozdílem, že se navíc přidá před započítím reakce 5 hmot. dílů acetanhydridu a množství 5 hmot. dílů chloridu amonného se zvýší na 10 hmot. dílů. Další postup je shodný s příkladem 1. Získá se 82 hmot. dílů 7-diethylamino-4-metylkumarinu s absorbancí měřenou jako v příkladu 1 rovnou 0,095.

P Ř E D M Ě T V Ý N Á L E Z U

Způsob přípravy 7-diethylamino-4-metylkumarinu vzorce



kondenzací N,N-dietyl-m-aminofenolu s acetoctanem etylnatým, v molárním poměru nebo za použití až o 50 % zvýšeného množství acetoctanu etylnatého, izolací kyselého sulfátu produktu z alkoholického roztoku kondenzační směsí kyselinou sírovou a vysrážením volné báze produktu z vodného roztoku jejího sulfátu amoniakem, vyznačený tím, že se uvedená kondenzace obou složek provádí při teplotě 110 až 150 °C, s výhodou při 120 až 125 °C za současného vydestilování vznikajících těkavých podílů a za přidání 5 až 10 % molárních práškového zinku, 5 až 20 % molárních chloridu amonného a popřípadě až 10 % molárních acetanhydridu na nasazený dietyl-m-aminofenol, až do ukončení reakce a produkt se z reakční směsi izoluje.