



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 206 798

(11)(B 1)

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlásené 11 04 79

(21) PV 2552-80

(40) Zverejnené 15 09 80

(45) Vydané 15 02 84

(51) Int. CL.

C 07 C 13/20

/C 07 C 13/20, 33/02

C 07 B 1/00

(75)

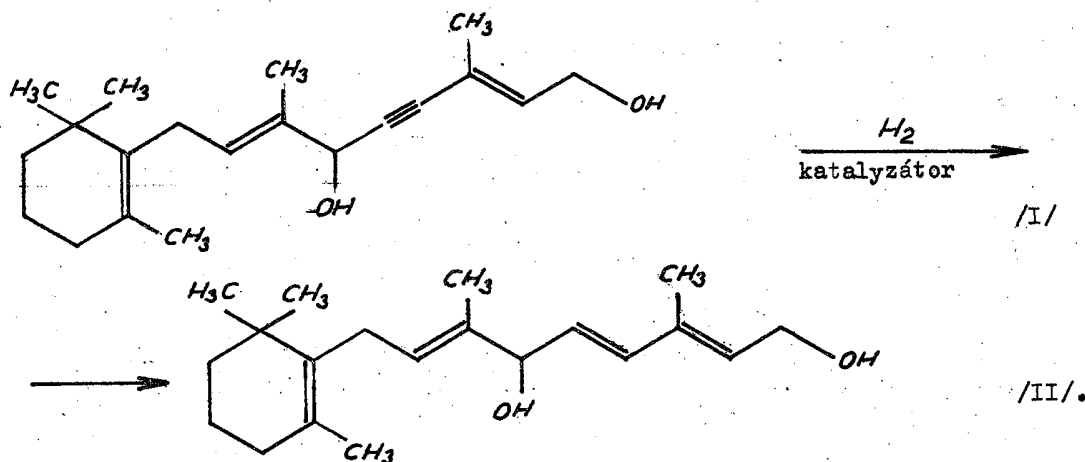
Autor vynálezu NEVYDAL JOZEF ing., GABARÍK MILAN dr., BAŠNÁK IVAN ing. a LOMJANSKÝ JOZEF ing., HLOHOVEC

(54)

Spôsob selektívnej hydrogenácie 3,7-dimetyl-9-/2',6',6'-trimetyl-1'-cyklohexén-1'-yl/-2,7-nonadién-4-ín-1,6-diolu na 3,7-dimetyl-9-/2',6',6'-trimetyl-1'-cyklohexén-1'-yl/-2,4,7-nonatrién-1,6-diol

1

Vynález sa týka spôsobu selektívnej hydrogenácie 3,7-dimetyl-9-/2',6',6'-trimetyl-1'-cyklohexén-1'-yl/-2,7-nonadién-4-ín-1,6-diolu vzorca I na 3,7-dimetyl-9-/2',6',6'-trimetyl-1'-cyklohexén-1'-yl/-2,4,7-nonatrién-1,6-diol vzorca II



Doposiaľ sa táto hydrogenácia priemyselne prevádza použitím katalyzátora paládia na uhličitan vápenatý, otráveného octanom olovnatým a chinolínom. /Lindlar H., Helv.Chim. Acta, 35, 446, 1952/. Použitie tohoto katalyzátora je veľmi nákladné a vyžaduje regeneráciu paládia. Preto boli hľadané nové katalyzátory na báze dostupnejších kovov, ako je železo, zinok, nikel, avšak ani v jednom prípade nebol nájdený katalyzátor, použiteľný pre vyššie

uvedenú selektívnu hydrogenáciu.

Selektívnu hydrogenáciu zlúčeniny vzorca I na zlúčeninu vzorca II je možné podľa vynálezu uskutočniť tak, že sa hydrogenácia robí s katalyzátorom, pripraveným z octanu nikelnatého pôsobením natriumbórhydridu v prostredí alkoholu s 1 až 3 atómami uhlíka, vo vode alebo v zmesi vody a alkoholu s 1 až 3 atómami uhlíka, v molárnom pomere natriumbórhydridu k octanu nikelnatému 0,5:1 až 4:1, popřípade v prítomnosti uhličitanu vápenatého, a prídanim roztoku octanu olovnatého vo vode, v molárnom pomere octanu olovnatého k octanu nikelnatému 1:7 až 1:13, v prostredí alkoholov s 1 až 3 atómami uhlíka alebo v benzíne.

Predmet vynálezu objasňujú 3 príklady bez toho, že by sa na ne výlučne obmedzovali.

Príklad 1

Do 2 litrového skleneného autoklávu sa nasaje 3,11 g /12,5 mmol/ octanu nikelnatého rozpusteného v 200 ml 99,8 %-ného etanolu a autokláv sa prepláchne 2-krát dusíkom, 3-krát vodíkom a nakoniec sa vyevakuuje. Za intenzívneho miešania sa nasaje 0,98 g /25mmol/ natriumbórhydridu v 100 ml 99,8 %-ného etanolu. Po piatich minútach sa k roztoku pridá 0,55 g /1,45 mmol/ octanu olovnatého v 20 ml vody. K pripravenému katalyzátoru sa pridá 120 g /400 mmol/ zlúčeniny vzorca I v 130 ml 99,8 %-ného etanolu. Hydrogenácia sa robí pri tlaku vodíka 13,33 kPa. Po spotrebovaní 1 ekvivalentu vodíka poklesne jeho odber na 1/30 počiatočného odberu a hydrogenácia sa ukončí. Po odfiltrovaní katalyzátora sa oddestiluje rozpúšťadlo a získa sa odparok, obsahujúci 85 % zlúčeniny vzorca II.

Príklad 2

Postupuje sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že k roztoku octanu nikelnatého sa pridá 14 g uhličitanu vápenatého. Po skončení hydrogenácie sa autokláv vypláchne dusíkom a katalyzátor sa nechá 1 hodinu sedimentovať. Potom sa vrstva hydrogenátu nad katalyzátorom vytlačí dusíkom, rozpúšťadlo sa oddestiluje a získa sa odparok obsahujúci 83 % zlúčeniny vzorca II. Ku katalyzátoru v autokláve sa pridá ďalší roztok zlúčeniny vzorca I a hydrogenácia sa opakuje.

Príklad 3

Postupuje sa podľa príkladu 1 alebo 2 s tým rozdielom, že pripravený katalyzátor sa dekantuje 3-krát benzínom. Ku katalyzátoru sa pridá 120 g zlúčeniny vzorca I /400 mmol/ v 500 ml benzínu. Získa sa zlúčenina vzorca II vo výťažku 83 až 85 %.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob selektívnej hydrogenácie 3,7-dimetyl-9-/2',6',6'-trimetyl-1'-cyklohexén-1'-yl/-2,7-nonadién-4-in-1,6-diolu na 3,7-dimetyl-9-/2',6',6'-trimetyl-1'-cyklohexén-1'-yl/-2,4,7-nonatrién-1,6-diol, vyznačujúci sa tým, že sa hydrogenácia robí s katalyzátorom,

pripraveným z octanu nikelnatého pôsobením natriumbórhydridu v prostredí alkoholu s 1 až 3 atómami uhlíka, vo vode alebo v zmesi vody a alkoholu s 1 až 3 atómami uhlíka, v molárnom pomere natriumbórhydridu k octanu nikelnatému 0,5:1 až 4:1, poprípade v prítomnosti uhličitanu vápenatého, a pridaním roztoku octanu olovnatého vo vode, v molárnom pomere octanu olovnatého ku octanu nikelnatému 1:7 až 1:13, v prostredí alkoholov s 1 až 3 atómami uhlíka alebo v benzíne.