



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

227493

(11) (B1)

(22) Prihlásené 01 07 82
(21) (PV 4968-82)

(51) Int. Cl.³
C 07 D 311/70

(40) Zverejnené 26 08 83
(45) Vydané 15 04 86

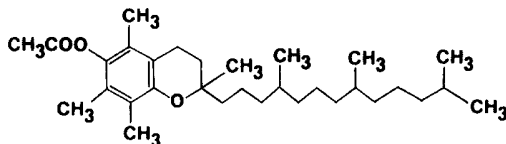
(75)
Autor vynálezu

ŠKODA ALOJZ ing., GABLECH MILOSLAV ing., PROKSA BOHUMIL ing. CSc.,
HLOHOVEC, FRIMM RICHARD doc. ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob výroby 6-acetoxy-2,5,7,8-tetrametyl-2-(4,8,12-trimetyltridecyl)-chromanu

1

Vynález sa týka spôsobu výroby 6-acetoxy-2,5,7,8-tetrametyl-2-(4,8,12-trimetyltridecyl)-chromanu vzorca



6-acetoxy-2,5,7,8-tetrametyl-2-(4,8,12-trimetyltridecyl)-chroman sa pripravuje z 6-hydroxy-2,5,7,8-tetrametyl-2-(4,8,12-trimetyltridecyl)-chromanu acetyláciou anhydridom kyseliny octovej. Pri acetylácii sa využívajú katalyzátory na báze dusíkových zásad ako pyridín (US patent 3 444 213) a gama-pikolín (japonský patent 79 98 768). Nevýhodou pri týchto postupoch je izolácia acetylačného katalyzátora v procese izolácie produktu.

Iní autori (sovietský patent 696 020) v postupe acetylácie 6-hydroxy-2,5,7,8-tetrametyl-2-(4,8,12-trimetyltridecyl)-chromanu s použitím kyslých katalyzátorov chloridu zinočnatého a kyseliny sírovej dosahujú výťažok 92 % produktu. Postup je nevhodný pre vznik živičnatých produktov v priebehu reakcie.

Nevýhody doterajších spôsobov sa dajú odstrániť spôsobom podľa vynálezu. Pri spôsobe výroby podľa vynálezu sa postupuje tak, že 6-hydroxy-2,5,7,8-tetrametyl-2-(4,8,12-trimetyltridecyl)-chroman, ktorý sa pripraví reakciou 1,4-dihydroxy-2,3,5-trimetylbenzénu s 3,7,11,15-tetrametyl-1-hexadecén-3-olom v prostredí n-butylacetátu za katalýzy chloridu zinočnatého a silnej minerálnej kyseliny alebo halogénu s výhodou bromu, s molárnym pomerom zúčastne-

ných zložiek 1,4-dihydroxy-2,3,5-trimetylbenzén : 3,7,11,15-tetrametyl-1-hexadecén-3-ol : n-butylacetát : chlorid zinočnatý : bróm 1 : 1,0 až 1,1 : 1 až 2 : 0,01 až 1,00 : 0,01 až 0,10 pri teplote 120 až 170 °C, pri oddelení reakčnej vody z reakčného prostredia azeotropickou destiláciou s n-butylacetátom, je v reakčnom prostredí v prítomnosti n-butylacetátu a chloridu zinočnatého acetylovaný anhydridom kyseliny octovej na 6-acetoxy-2,5,7,8-tetrametyl-2-/4,8,12-trimetyltridecyl/-chroman.

Výhodný je molárny pomer zúčastnených zložiek 6-hydroxy-2,5,7,8-tetrametyl-2-/4,8,12-trimetyltridecyl/-chroman : chlorid zinočnatý : n-butylacetát : anhydrid kyseliny octovej 1 : 0,01 až 1,00 : 1,0 až 2,0 : 1,05 až 1,20. Acetyláciu je výhodné previesť pri teplote reakčnej zmesi 120 až 140 °C s postupne pridávaným anhydridom kyseliny octovej po dobu 20 až 60 minút a s dobou doreagovania 5 až 120 minút.

Z reakčného prostredia sa izoluje 6-acetoxy-2,5,7,8-tetrametyl-2-/4,8,12-trimetyltridecyl/-chroman vo výťažku vyše 96 % o čistote 93 až 97 % obsahu stanoveného plynovou chromatografiou.

Čistota produktu vyrobeného spôsobom podľa vynálezu vyhovuje požiadavkám československého liekopisu.

Novosť popísaného riešenia spočíva v tom, že acetylácia je prevedená v rozpúšťadle - v n-butylacetáte za katalýzy chloridu zinočnatého, použitých pri kondenzácii 6-hydroxy-2,5,7,8-tetrametyl-2-/4,8,12-trimetyltridecyl/-chromanu v reakčnej zmesi a využíva sa teplo reakčného prostredia, podstatné je aj využitie medziproduktu obsiahnutého v reakčnej zmesi k acetylácii bez jeho izolácie, ako to vyplýva z príkladu konkrétneho prevedenia.

P r í k l a d

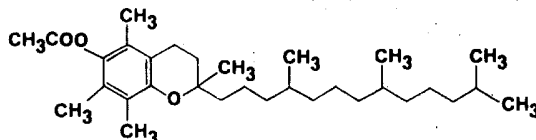
K zmesi pozostávajúcej z 100 g (0,655 molu) 99% 1,4-dihydroxy-2,3,5-trimetylbenzenu, 10 g (0,074 molu) chloridu zinočnatého a 140 cm³ n-butylacetátu vyhriatej na teplotu 135 °C sa postupne pridá 201 g (0,655 molu) 98% 3,7,11,15-tetrametyl-1-hexadecén-3-olu s 0,4 ml (0,016 molu) bromu po dobu 20 minút, pričom je z reakčnej zmesi oddeľovaná reakčná voda azeotropickou destiláciou s n-butylacetátom,

Potom sa mieša reakčná zmes 60 minút pri teplote 160 °C. Teplota reakčného prostredia sa upraví na 130 °C a k reakčnej zmesi v priebehu 30 minút sa postupne pridá 74 cm³ (0,74 molu) anhydridu kyseliny octovej. Potom sa teplota 60 minút udržiava pri 140 °C, ďalej sa reakčná zmes ochladí a produkt sa izoluje.

Získa sa 320 g 6-acetoxy-2,5,7,8-tetrametyl-2-/4,8,12-trimetyltridecyl/-chromanu o čistote obsahu 94 % stanoveného plynovou chromatografiou, čo činí 97 % teórie.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob výroby 6-acetoxy-2,5,7,8-tetrametyl-2-/4,8,12-trimetyltridecyl/-chromanu vzorca



z 6-hydroxy-2,5,7,8-tetrametyl-2-/4,8,12-trimetyltridecyl/-chromanu acetyláciou anhydridom kyseliny octovej, pričom 6-hydroxy-2,5,7,8-tetrametyl-2-/4,8,12-trimetyltridecyl/-chroman sa pripravuje reakciou 3,7,11,15-tetrametyl-1-hexadecén-3-olu a 1,4-dihydroxy-2,3,5-trimetylbenzenu v prítomnosti kyslého kondenzačného katalyzátora v organickom rozpúšťadle,

vyznačený tým, že sa 3,7,11,15-tetrametyl-1-hexadecen-3-ol spolu so silnou minerálnou kyselinou alebo halogenom s výhodou brómou zmieša so zmesou 1,4-dihydroxy-2,3,5-trimetylbenzénu, chloridu zinočnatého a n-butylacetátu v molárnom pomere zložiek 3,7,11,15-tetrametyl-1-hexadecen-3-ol : bróm : 1,4-dihydroxy-2,3,5-trimetylbenzén : chlorid zinočnatý : n-butylacetát 1,0 až 1,1 : 0,01 až 0,10 : 1 : 0,01 až 1,00 : 1,0 až 2,0, pri teplote reakčnej zmesi 120 až 170 °C, z reakčnej zmesi sa azeotropickou destiláciou s n-butylacetátom odstráni reakčná voda a k zvyšku sa postupne pridáva anhydrid kyseliny octovej v množstve odpovedajúce- mu molárnemu pomeru anhydrid kyseliny octovej : 1,4-dihydroxy-2,3,5-trimetylbenzén 1,05 : 1 až 1,20 : 1 pri teplote 120 až 145 °C po dobu 20 až 60 minút a po doreagovaní v čase 5 až 120 minút po pridaní anhydridu kyseliny octovej sa produkt izoluje.