



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

244686

(11) (B2)

(22) Přihlášeno 13 02 84
(21) PV 1012-84
(32) (31) (33) Právo přednosti od 14 02 83
(465943) Spojené státy americké

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 15/107
C 07 C 15/44
A 01 N 49/00

(40) Zveřejněno 17 09 85

(45) Vydáno 15 04 88

(72) Autor vynálezu

JAVDANI KAMBIZ ; WALNUT CREEK; WELCH WILLIAM JOSEPH, BENICIA,
CALIFORNIA (Sp. st. a.)

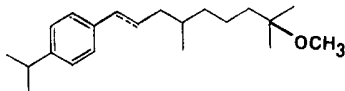
(73) Majitel patentu

STAUFFER CHEMICAL COMPANY, WESTPORT, CONNECTICUT (Sp. st. a.)

(54) Způsob přípravy derivátů nonanu nebo nonenu

Způsob přípravy derivátů nonanu
nebo nonenu obecného vzorce I

(I)



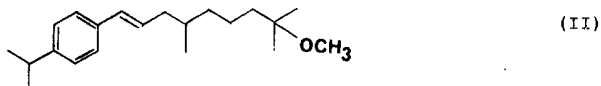
ve kterém přerušovaná čára znamená pří-
padnou dvojnou vazbu, při kterém v první
fázi reaguje p-isopropylbenzylchlorid
s trifenylfosfinem v přítomnosti metanolu
jako rozpouštědla za vzniku roztoku
p-isopropylbenzyltrifenylfosfoniumchloridu
v metanolu, přičemž tento roztok reaguje
ve druhé fázi s metoxidem sodným a poté
s metoxycitronelalem za vzniku 8-metoxy-
-4,8-dimetyl-1-/4-isopropylfenyl/-1-nonenu,
který se potom případně hydrogenuje.

Vynález se týká způsobu přípravy derivátů nonanu nebo nonenu, konkrétně 8-metoxy-4,8-dimetyl-1-/4-isopropylfenyl/nonanu nebo 8-metoxy-4,8-dimetyl-1-/4-isopropylfenyl/nonenu. Uvedených sloučenin se používá jako insekticidních prostředků za účelem kontrolování zvláštěního druhu mravenců.

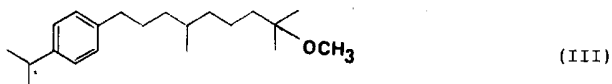
Mravenci, kteří způsobují štípnutím zapálení bodnutého místa /ohniví mravenci/, představují pro farmáře značnou obtíž, zvláště v oblastech severních států, neboť budují na polích, kde se pěstují kulturní plodiny, násypy, které značně znesnadňují obdělávání půdy a těchto plodin. Kromě toho, stroje a zařízení, přeježdějící přes tyto násypy riskují poškození a zničení. Tito mravenci rovněž napadají lidská obydlí a lidi na polích, který se s těmito mravenci dostávají do styku. Ohniví mravenci se tak nazývají proto, že při štípnutí se vytvoří bolestivé zapálené místo na místě tohoto bodnutí.

Uvedená sloučenina, to znamená 8-metoxy-4,8-dimetyl-1-/4-isopropylfenyl/nonan, je chráněná patentem Spojených států amerických č. 4 002 769, přičemž se v tomto patentu uvádí, že tato sloučenina je vhodná ke kontrolování much a komárů. Jak je rovněž uvedeno v tomto patentu, připravuje se tato sloučenina reakcí para-isopropylbenzylchloridu s trifenyfosfinem v přítomnosti acetonitrilu jako rozpouštědla, přičemž se získá para-isopropylbenzyl trifenyfosfoniumchlorid. Tato uvedená sloučenina dále reaguje s metoxidem sodným a potom dále s metoxycitronelalem za vzniku meziprodktu, to znamená cis- a trans-8-metoxy-4,8-dimetyl-1-/4-isopropylfenyl/-l-nonenu, který se potom hydrogenuje na konečný produkt.

Sloučenina, která je meziproduktem v tomto postupu, se označuje v tomto textu jako MV-678, přičemž tato sloučenina má obecný vzorec II



Konečný produkt tohoto shora uvedeného postupu, který se někdy označuje jako MV 678, má následující obecný vzorec III

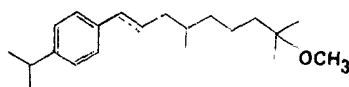


V postupu přípravy meziprodktu byl rovněž použit toluen jako rozpouštědlo.

Specifický problém, který se vyskytuje v tomto postupu přípravy 8-metoxy-4,8-dimetyl-1-/4-isopropylfenyl/nonanu, spočívá v tom, že na konci stupně odpovídající reakci para-isopropylbenzylchloridu s trifenyfosfinem se vytváří v roztoku pevná látka, přičemž touto pevnou látkou je para-isopropylbenzyl trifenyfosfoniumchlorid, a tuto pevnou látku je obtížné a nákladné zpracovat, neboť musí být izolována a vyčištěna od ostatních reakčních složek před následujícím stupněm postupu.

Uvedený význam má tedy za cíl navrhnout nový a ekonomičtější postup přípravy derivátů nonanu nebo nonenu, tzn. 8-metoxy-4,8-dimetyl-1-/4-isopropylfenyl/nonanu nebo 8-metoxy-4,8-dimetyl-1-/4-isopropylfenyl/nonenu, při kterém by pevný meziprodukt zůstal v roztoku, nebo by zůstal v kašovitě formě, aniž by bylo nutno tento meziprodukt izolovat a čistit, přičemž celá reakce by byla provedena v kapalném prostředí až do vzniku konečného produktu.

Podstata způsobu přípravy derivátů nonanu nebo nonenu obecného vzorce I



(I)

ve které přerušovaná čára znamená případnou dvojnou vazbu, podle uvedeného vynálezu spočívá v tom, že se nechá v první fázi reagovat p-isopropylbenzylchlorid s trifenylfosfinem v přítomnosti metanolu jako rozpouštědla po dobu v rozmezí od 4 do 5 hodin a při teplotě v rozmezí od 60 do 70 °C za atmosférického tlaku, za vzniku roztoku p-isopropylbenzyltrifenylfosfoniumchloridu v metanolu, přičemž se tento roztok uvede ve druhé fázi do reakce s metoxidem sodným a poté s metoxycitronelalem za vzniku 8-metoxy-4,8-dimetyl-1-/4-isopropylfenyl-/1-nonenu, který se potom ve třetí fázi oddělí od zbytkových reakčních složek, přičemž potom případně následuje hydrogenace tohoto produktu v přítomnosti etanolu nebo hexanu a katalyzátoru, kterým je paladium na aktivním uhlí.

V případě postupu podle vynálezu, kdy se výhodně použije metanolu jako rozpouštědla, produkt nejenom zůstává v roztoku, ale reakce jako taková je přibližně desetkrát rychlejší než postup podle dosavadního stavu techniky, ve kterých se používá toluenu jako rozpouštědla. Jinými vhodnými rozpouštědly, kterých je možno použít v tomto postupu jsou další alkoholy a polární rozpouštědla, jako je například etanol, propanol a podobně.

Ve výhodném provedení postupu podle vynálezu se postupuje tak, že se první stupeň uvedeného postupu provádí při teplotě v rozmezí od 65 do 67 °C za atmosférického tlaku.

Při provádění tohoto postupu se výhodně použije 200 mililitrů metanolu na každých 0,25 grammů p-isopropylbenzylchloridu a trifenylfosfinu.

Uvedený 8-metoxy-4,8-dimetyl-1-/4-isopropylfenyl-/1-nonen, získaný ve druhé fázi postupu se oddělí od uvedených zbytkových reakčních složek ve výhodném provedení přidavkem peroxidu vodíku k reakční směsi a hexanu.

Ve výhodném provedení podle vynálezu, jak již bylo uvedeno, se na každých 0,25 grammů účinné látky, tzn. p-isopropylbenzylchloridu a trifenylfosfinu, přidává 200 mililitrů metanolu jako rozpouštědla. Množství metanolu, které je možno použít v tomto postupu je obecně různé. Ovšem je samozřejmé, že spodní hranice množství metanolu odpovídá takovému množství, ve kterém je produkt, to znamená para-isopropylbenzyltrifenylfosfoniumchlorid, nasycený v tomto metanolu a počíná krystalovat.

V případě, že para-isopropylbenzylchlorid se uvádí do reakce s trifenylfosfinem v n-oktanu jako rozpouštědle, dokončí se reakce běžně po 25 až 30 hodinách, přičemž se produkt vysráží ve formě pevné látky a vytváří se kašovitý roztok. Tento kašovitý roztok se potom promývá metanolem za účelem rozpuštění fosfoniumchloridové soli. Po fázovém oddělení se fosfoniumchloridová sůl oddělí od n-oktanu jako rozpouštědla a přidá se do metanolu ve formě rozpouštědla. Z výše uvedeného vyplývá, že rozhodujícím znakem tohoto prvního stupně postupu podle vynálezu, ve kterém je použito jiné rozpouštědlo než metanol, je to, že druhé použité rozpouštědlo, jako například metanol, musí být dostatečně nemísitelné v tomto uvedeném prvním použitém rozpouštědle za účelem dosažení fázového oddělení, ale současně musí být toto rozpouštědlo schopné rozpouštět vzniklý produkt.

První stupeň postupu podle vynálezu, který je popsán výše, se běžně dokončí v intervalu asi 4 až 5 hodin, v případě, že se jako rozpouštědla použije metanolu, a v intervalu od 25 do 30 hodin v případě, kdy se jako rozpouštědla použije n-oktanu, i když doba k provedení reakce je proměnlivá v závislosti na ostatních podmínkách postupu a v závislosti na požadavcích na výtěžek.

Reakce podle vynálezu se ve výhodném provedení provádí za atmosférického tlaku, přičemž jestliže se postup provádí za tohoto atmosférického tlaku, potom se reakční složky v prvním stupni vhodně zahřejí na bod varu uvedeného rozpouštědla, což je v případě metanolu přibližně 65 až 67 °C.

Reakci podle uvedeného vynálezu je možno rovněž provést za tlaku, přičemž v tomto případě se použije poněkud vyšší teploty. Ve výhodném provedení postupu podle uvedeného vynálezu se ovšem reakce provádí za atmosférického tlaku.

Meziprodukt získaný ve druhém stupni se oddělí od zbývajících reakčních složek přidáním peroxidu vodíku, který převede zbývající trifenyfosfin na trifenyfosfinoxid. Potom se k dehydrogenovanému meziproductu přidá hexan nebo jiné vhodné rozpouštědlo. Po promytí extraktu metanolem a vodou za účelem odstranění trifenyfosfinoxidu se hexan odstraní vypuzováním.

Po provedení vypuzování se případně cis- a trans-8-metoxy-4,8-dimetyl-1-/4-isopropylfenyl/-1-nonen převede na specifický insekticidní prostředek pro ohnivě mravence hydrogenací v přítomnosti vhodného rozpouštědla, jako je například etanol, metanol, isopropanol nebo hexan, v přítomnosti vhodného katalyzátoru, obvykle 5% paladia na uhlí. Po dokončení této reakce se zpětně regeneruje katalyzátor a roztok se podrobí stripování za účelem odstranění rozpouštědla, přičemž se získá konečný 8-metoxy-4,8-dimetyl-1-/4-isopropylfenyl/nonan.

Postup podle uvedeného vynálezu bude v dalším podrobně ilustrován pomocí konkrétních příkladů provedení, které jsou zde připojeny pouze z ilustrativních důvodů, aniž by rozsah vynálezu jakýmkoliv způsobem omezovaly.

P ř í k l a d 1

Podle tohoto příkladu provedení se použije nádoby s kulatým dnem a do této nádoby se vloží 65,6 gramu trifenyfosfinu /což odpovídá 0,25 molům/, dále 42,3 gramu para-isopropylbenzylchloridu /což odpovídá 0,25 molům/, a 210 mililitrů metylalkoholu. Vzniklá reakční směs se potom zahřeje na teplotu varu pod zpětným chladičem a při této teplotě varu pod zpětným chladičem se udržuje po dobu přibližně 5 hodin. Na konci tohoto intervalu se přívod tepla přeruší a produkt se oddělí, přičemž výsledkem je 252,1 gramu roztoku para-isopropylbenzyl trifenyfosfoniumchloridu v metanolu.

249,1 gramů této sloučeniny /0,231 molu para-isopropyl trifenyfosfoniumchloridu/ se potom vloží do druhé reakční nádoby společně se 49,68 gramu /což odpovídá 0,23 molu metoxidu sodného/ 25% roztoku metoxidu sodného v metanolu při teplotě 10 °C a s 34,22 gramu /což odpovídá 0,184 molu/ metoxycitronelalu. Potom se reakční nádoba zcela obklopí ledovou lázní a tato ledová lázeň se potom v následující fázi odstraní a reakční složky se potom ponechají ohřát na teplotu místnosti. Po třech hodinách se reakční směs postupně zahřívá na teplotu varu pod zpětným chladičem a při této teplotě varu pod zpětným chladičem se ponechá po dobu přibližně jedné hodiny.

V dalším postupu se přívod tepla přeruší a reakční roztok se ponechá ochladit na teplotu 30 °C. V následující fázi se k reakčnímu roztoku přidá 8 gramů 30% roztoku peroxidu vodíku a obsah se potom promíchává po dobu 45 minut. Potom se přidá 100 mililitrů vody a 250 mililitrů hexanu a v míchání se pokračuje po dobu dalších 15 minut. Potom se obsah ponechá usadit a počká se, až dojde k fázovému oddělení. Jednotlivé fáze, které se takto rozdělí, jsou vodná fáze a organická fáze. Vzniklá organická fáze se promyje 30 gramy vody a 75 gramy metylalkoholu a fáze se opět ponechají k oddělení. V dalším postupu se organická fáze stripuje při teplotě přibližně 100 °C za úplného vakua a účinkem proudu dusíku, po dobu jedné hodiny. Tímto způsobem se získá přibližně 50 gramů meziproductu, kterým je 8-metoxy-4,8-dimetyl-1-/4-isopropylfenyl/-1-nonen.

V dalším postupu se 12,5 gramu produktu smísí s 1,9 gramu hexanu v přítomnosti 0,6 gramu paladia na uhlí jako katalyzátoru a ponechá reagovat s vodíkem za tlaku 0,34 MPa. Získaný roztok se zfiltruje a promyje se 250 mililitry hexanu a potom se opět podrobí stripování za úplného vakua při teplotě 90 °C proudem dusíku. Získaný produkt je požadovaný konečným produktem, to znamená 8-metoxi-4,8-dimetyl-1-/4-isopropylfenyl/nonan.

P ř í k l a d 2

V tomto příkladu provedení se použije jednolitrového reaktoru a do tohoto reaktoru se vloží 78,6 gramu trifenyfosfinu /což odpovídá 0,3 molu/, 250 mililitrů metylalkoholu a 50,7 gramu para-isopropylbenzylchloridu. Získaný roztok se zahřeje na teplotu varu pod zpětným chladičem a při této teplotě varu pod zpětným chladičem se udržuje po dobu 5 hodin. Tímto způsobem se získá 327,3 gramu 40% roztoku para-isopropylbenzyltrifenyfosfoniumchloridu v metanolu, přičemž k tomuto roztoku se potom přidá 68,4 gramu 25% roztoku metoxidu sodného při teplotě 10 °C a dále 46,5 gramu metoxycitronelalu rovněž při teplotě 10 °C. Reakční složky se potom ponechají míchat při teplotě místnosti po dobu přibližně 3 hodiny a potom se reakční směs zahřeje na teplotu varu pod zpětným chladičem a udržuje se při této teplotě varu pod zpětným chladičem po dobu jedné hodiny. Potom se reakční složky ochladí na teplotu místnosti, a potom se přidá 4,5 gramu 30% roztoku peroxidu vodíku a směs se míchá po dobu 0,5 hodiny.

V dalším postupu se do reakčního roztoku vloží 250 mililitrů hexanu a 100 mililitrů vody a směs se míchá po dobu další 0,5 hodiny. Získaná reakční směs se potom ponechá k fázovému rozdělení, přičemž vodná fáze se oddekantuje. Do organické fáze se potom vloží 70 mililitrů metylalkoholu a 30 mililitrů vody a potom se opět provádí míchání po dobu 0,5 hodiny. Vodná fáze takto vzniklá se potom opět oddekantuje. Organická fáze se podrobí stripování při teplotě 110 °C za úplného vakua a účinkem proudu dusíku po dobu 2 hodin. Tímto způsobem se získá 63,5 gramu meziproductu, to znamená 8-metoxi-4,8-dimetyl-1-/4-isopropylfenyl/-1-nonenu.

V dalším postupu se 50,8 gramu tohoto produktu podrobí hydrogenaci reakcí s 1,2 gramu 5% paladia na uhlí o vlhkosti 50 % vody jako katalyzátoru v přítomnosti 10 gramů etylalkoholu. Takto získaný roztok se zfiltruje a promyje se etylalkoholem a potom se podrobí stripování při teplotě 100 °C za úplného vakua proudem dusíku po dobu jedné hodiny. Výsledný produkt se zanalyzuje vhodnými metodami, přičemž nalezeným produktem podle tohoto postupu provedení je požadovaný 8-metoxi-4,8-dimetyl-1-/isopropylfenyl/nonan.

P ř í k l a d 3

V tomto postupu byl použit 5litrový reaktor, přičemž do tohoto reaktoru bylo vloženo 655 gramů trifenyfosfinu, 1 050 mililitrů metylalkoholu a 422,5 gramu para-isopropylbenzylchloridu. V dalším postupu se reakční složky zahřejí na teplotu varu zpětného chladiče, což je teplota přibližně v rozmezí od 65 do 67 °C, a potom se zahřívá při této teplotě varu pod zpětným chladičem po dobu 5 hodin. Podle tohoto postupu se získá 1 856,9 gramu 50% roztoku para-isopropylbenzyl trifenyfosfoniumchloridu v metylalkoholu.

V dalším postupu se do reakční nádoby přidá 1 852 gramů 50% para-isopropylbenzyl trifenyfosfoniumchloridu v metylalkoholu společně se 464,4 gramy 25% roztoku metoxidu sodného v metanolu a 332,9 gramu metoxycitronelalu. Reakční složky se vloží při teplotě asi 10 °C, což se dosáhne udržováním na ledové lázni. Po dokončení přidávání se ledová lázeň odstraní.

Uvedené reakční složky se ponechají reagovat při teplotě okolí po dobu asi 3 hodin, přičemž v následujícím se směs zahřeje na teplotu varu zpětného chladiče, což je teplota asi 65 °C, a při této teplotě varu zpětného chladiče se potom v zahřívání pokračuje po dobu přibližně jedné hodiny.

V dalším postupu se přívod tepla zastaví a do reakčního roztoku se přidá 45 gramů 30% roztoku peroxidu vodíku a směs se potom míchá po dobu 30 minut. V dalším postupu se přidá 1 000 mililitrů vody a 1 500 hexanu a tyto reakční složky se potom míchají po dobu 30 minut.

Takto zpracovaná směs se potom ponechá rozdělit po dobu přibližně jedné poloviny hodiny. Vodná fáze obsahuje přibližně 3 110 mililitrů materiálu a organická fáze 2 110 mililitrů materiálu. Organická fáze se potom promyje 960 mililitry metylalkoholu a 300 mililitry vody a tato směs se potom míchá po dobu přibližně poloviny hodiny.

Fáze se potom v dalším ponechají rozdělit, přičemž se získá 1 532,6 gramu organické fáze /což odpovídá 1 480 mililitrům/. Organická fáze se potom podrobí stripování při teplotě 100 °C za úplného vakua proudem dusíku po dobu jedné hodiny. Tímto způsobem se získá 555,4 gramu dehydro- MV-678. Tento materiál se potom podrobí dalšímu stripování při teplotě 100 °C a za úplného vakua proudem dusíku po dobu další jedné hodiny. V dalším postupu se přidá 250 mililitrů hexanu a 250 mililitrů dehydro-MV-678 a takto získaný obsah se podrobí stripování při teplotě 100 °C za úplného vakua proudem dusíku po dobu dvou hodin. Takto získaným produktem je 8-metoxy-4,8-dimetyl-1-/4-isopropylfenyl-/1-nonen.

P ř í k l a d 4

V tomto příkladu provedení byla použita nádoba s kulatým dnem, přičemž do této nádoby bylo vloženo 150 mililitrů n-oktanu /což odpovídá 102,4 gramu/ o čistotě 99 %, dále 84,6 gramu para-isopropylbenzylchloridu a 111,5 gramu trifenyfosfinu. Tento reakční roztok byl zahřát na teplotu v rozmezí od 95 do 100 °C a při této teplotě byl udržován po dobu přibližně 29 hodin. Po tomto časovém intervalu byl přívod tepla zastaven a reakční roztok byl ochlazen, přičemž potom bylo přidáno 197,5 metylalkoholu za účelem rozpuštění suspendovaných pevných látek. Metanolový roztok byl potom dvakrát promyt pokaždé stejnou dávkou 50 mililitrů oktanu. Tento oktan byl potom oddekantován, přičemž bylo získáno 383,7 gramu metylalkoholového roztoku 45% para-isopropylbenzyl trifenyfosfoniumchloridu v metanolu.

V dalším postupu podle tohoto příkladu provedení bylo 190 gramů výše uvedeného roztoku metylalkoholu a fosfoniumchloridu vloženo do nádoby a do této nádoby bylo potom dále přidáno 43,2 gramu 25% metoxidu sodného v metanolu jako roztoku při teplotě v rozmezí od 8 do 10 °C, a potom bylo přidáno 31,62 gramu metoxycitronelalu, rovněž při teplotě v rozmezí od 10 do 13 °C. Potom poté co byl roztok ponechán usadit po dobu přibližně 15 minut, byl tento roztok zahřát na teplotu místnosti /to znamená na teplotu přibližně 22 °C/ a potom byl tento roztok zahřát na teplotu varu roztoku pod zpětným chladičem. Tento roztok byl potom zahříván při teplotě varu pod zpětným chladičem po dobu přibližně 4 hodin, přičemž potom byl přívod tepla přerušen a reakční složky byly ochlazeny na teplotu místnosti.

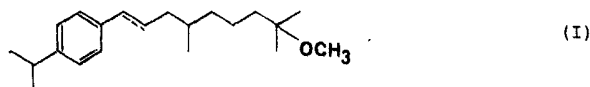
Přibližně po dvou hodinách byly reakční složky podrobeny reakci s 1 gramem peroxidu vodíku a roztok byl přitom promícháván. Po dalších dvou hodinách bylo do reakčního roztoku vloženo 167,9 gramu hexanu a 100 mililitrů vody, přičemž bylo znovu zahájeno míchání. Přibližně po 1,5 hodině bylo míchání zastaveno a jednotlivé složky byly ponechány k rozdělení na jednotlivé fáze.

Tímto způsobem bylo získáno 277,6 gramů vodné fáze a 233,6 gramů organické fáze. Tato organická fáze byla promyta dvakrát 75 gramy metylalkoholu a 30,1 gramu vody. Vzniklá vodná fáze byla dekantována, přičemž výtěžkem bylo 221,4 gramu organického materiálu. Tento materiál byl podroben stripování při teplotě 90 °C za úplného vakua a účinkem proudy dusíku po dobu 1,5 hodiny. Tímto způsobem bylo získáno 47,5 gramu 8-metoxy-4,8-dimetyl-1-/4-isopropylfenyl-/1-nonenu, který je někdy rovněž označován jako dehydro-MV-678.

Pro odborníky v daném oboru je zřejmé, že v provedení podle vynálezu je možno učinit různé změny, pokud se týče poměru použitých látek, teplot a reakčních dob, aniž by se měnila podstata postupu podle vynálezu daná následující definicí předmětu vynálezu.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob přípravy derivátů nonanu nebo nonenu obecného vzorce I



ve kterém přerušovaná čára znamená případnou dvojnou vazbu, vyznačující se tím, že se nechá v první fázi reagovat p-isopropylbenzylchlorid s trifenylofosfinem v přítomnosti metanolu jako rozpouštědla po dobu v rozmezí od 4 do 5 hodin a při teplotě v rozmezí od 60 do 70 °C za atmosférického tlaku za vzniku roztoku p-isopropylbenzyltrifenylofosfoniumchloridu v metanolu, přičemž tento roztok se uvede ve druhé fázi do reakce s metoxidem sodným a poté s metoxycitronelalem za vzniku 8-metoxy-4,8-dimetyl-1-/4-isopropylfenyl/-1-nonenu, který se potom ve třetí fázi oddělí od zbytkových reakčních složek, přičemž potom případně následuje hydrogenace tohoto produktu v přítomnosti etanolu nebo hexanu a katalyzátoru, kterým je paladium na aktivním uhlí.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se první stupeň uvedeného postupu provádí při teplotě v rozmezí od 65 do 67 °C za atmosférického tlaku.

3. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se použije 200 mililitrů metanolu na každých 0,25 gramolu p-isopropylbenzylchloridu a trifenylofosfinu.

4. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že 8-metoxy-4,8-dimetyl-1-/4-isopropylfenyl/-1-nonen, získaný ve druhé fázi postupu se oddělí od uvedených zbytkových reakčních složek přidávkem peroxidu vodíku k reakční směsi a hexanu.