



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

231025

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 23 09 82
(21) (PV 6797-82)

(40) Zveřejněno 26 08 83

(45) Vydáno 15 06 86

(51) Int. Cl.³
C 07 D 311/16

(75)

Autor vynálezu

PAŠTÁLKA KAREL ing., CHRUDIM

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

Vynález se týká přípravy 7-dietylamino-4-metylkumarinu reakcí 3-dietylamino-4-metylfenolu a octoctanu etylnatého za přítomnosti katalyzátoru typu Lewisových kyselin. Podstatou vynálezu je vedení reakce tak, aby probíhala ve dvou teplotních hladinách. Produkt se používá jako poletovar pro výrobu opticky zjasňujících prostředků.

Vynález se týká způsobu přípravy 7-diethylamino-4-metylkumarinu z 3-diethylaminofenolu a acetoctanu etylnatého za přítomnosti katalyzátorů typu Lewisových kyselin. Tato látka se používá jako optické zjasňovač pro přírodní hedvábí, vlnu, polyamid, acetátový a triacetátový materiál.

Příprava probíhá velmi snadno za nejvýhodnějších poměrů reagujících komponent, v rozpuštěné nebo bez rozpouštědla, ale vždy za přebytku acetoctanu etylnatého. Ekonomicky nejvýhodnější je zatím postup dle AO 203 362, kde byl dosud používán katalyzátor chlorid zinečnatý nahrazen chloridem amonným v kombinaci s malým množstvím práškového zinku a případným přidáním malého množství acetanhydridu při teplotách 110 až 150 °C. Nevýhodou dosavadního postupu je používání přebytek acetoctanu etylnatého, který může být v případě velkotonážní výroby jedním z limitujících faktorů.

Tato nevýhoda je odstraněna způsobem přípravy 7-diethylamino-4-metylkumarinu reakcí 3-diethylaminofenolu a acetoctanu etylnatého za přítomnosti katalyzátoru typu Lewisových kyselin podle tohoto vynálezu jehož podstata spočívá v tom, že reakce probíhá ve dvou teplotních hladinách tak, že v první fázi je reakce vedena při teplotě 50 až 100 °C a v druhé fázi je vedena při teplotě 100 až 140 °C.

Výhodou postupu dle vynálezu je použití menšího přebytku acetoctanu etylnatého, z dosud používaných 150 % na 130 % teorie, přičemž kvalita a výtěžek produktu zůstanou stejné.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení.

P ř í k l a d 1

Smísí se 165 g (1 mol) 3-diethylaminofenolu, 195 g (1,5 mol) acetoctanu etylnatého, 6 g práškového zinku, 10 g acetanhydridu, 10 g chloridu amonného a zahřívá se vše za míchání po dobu tří hodin na teplotu 120 až 125 °C. Výsledná reakční směs se rozpustí ve směsi 300 ml etanolu, 300 ml vody, 60 ml kyseliny sírové a po přidavku emulgátoru se zneutralizuje do Kongo neutrální reakce hydroxidem amonným. Výsledná suspenze se odfiltruje, promyje nejprve středěným etanolem a nakonec vodou. Získá se 200 g bílého produktu o síle 87,8 : 100 (stanoveno spektrofotometricky).

P ř í k l a d 2

Smísí se 165 g (1 mol) 3-diethylaminofenolu, 169 g (1,3 mol) acetoctanu etylnatého, 6 g práškového zinku, 10 g acetanhydridu, 10 g chloridu amonného a zahřívá se vše za míchání po dobu dvou hodin na teplotu 80 až 90 °C. Potom se teplota zvýší na 120 až 125 °C a nechá se probíhat další tři hodiny při této teplotě. Reakční směs se dále zpracuje postupem popsáním v předchozím příkladu. Výtěžek činí 200 až 205 g bílých krystalů o síle 88,4 : 100.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy 7-diethylamino-4-metylkumarinu reakcí 3-diethylaminofenolu a acetoctanu etylnatého za přítomnosti katalyzátoru typu Lewisových kyselin, vyznačující se tím, že reakce probíhá ve dvou teplotních hladinách tak, že v první fázi je reakce vedena při teplotě 50 až 100 °C a ve druhé fázi je vedena při teplotě 100 až 140 °C.