

REPUBLIKA ČESKOSLOVENSKÁ

STÁTNÍ ÚRAD PRO VYNÁLEZY A NORMALISACI



Trída 12 o, 1/01

Vydáno 15. ledna 1959

Vyloženo 15. března 1958

PATENTNÍ SPIS č. 88321

Právo k využití vynálezu přísluší státu podle § 20 zák. č. 6/1952 Sb.

ING. Dr. MILOŠ SUCHÝ, ING. Dr. VLASTIMIL HEROUT a akademik
FRANTIŠEK ŠORM, všichni PRAHA

Způsob výroby guajazulenu

Přihlášeno 23. července 1956 (PV 2174-56)

Platnost patentu od 23. července 1956

Z alkylovaných azulenů nacházejí v poslední době použití zejména chama-
zulen, guajazulen a některé syntetické, výše alkylované preparáty, jako látky
s protizánětlivým účinkem. K výrobě chamazulenu, případně směsi methyl a
ethylchamazulenu, byly vypracovány postupy k využití chamazulenogenních lá-
tek, obsažených v pelyňku pravém, resp. jiných družích složnokvětých rostlin.
Tyto domácí suroviny jsou na obsah azulenových látek poměrně chudé na roz-
díl od některých surovin zahraničních, např. některých druhů silice. Tak silice
z guajakového dřeva obsahuje až 80% guajolu, silice z *Geranium macrorrhizum*
asi 50% germacrolu, tj. látek, vhodných k přípravě guajazulenu. Dosavadní po-
psané způsoby výroby guajazulenu (Se-guajazulenu) sestávají z dehydrogenace
guajenu pomocí síry či selenu (Se-guajazulen), případně chloranilem nebo po-
mocí rozličně připravených kovových katalysátorů na nosičích. Výtěžky těchto
metod nepřesahují 5% teorie.

Způsobem podle vynálezu se připraví S a Se-guajazulen, vhodný k farma-
ceutickému použití, přímo z guajakové silice. Tento postup lze aplikovat i na vý-
robu z guajolu atd. Spočívá v dehydrataci přítomného guajolu na guajen, např.
katalyticky na vhodném dehydratačním katalysátoru (Al_2O_3 , fosfáty žíravých
zemín, kyselina sírová nebo kyselina fosforečná na koksu), a následující kataly-
tické dehydrogenaci, resp. disproportionaci guajenu v guajazulen, např. na pala-
diovém katalysátoru, při čemž se dehydratace i dehydrogenace spojí v jediný
postup; s výhodou se pracuje v prostředí snadno dehydrovatelného alkoholu

(např. cyklohexanol, terc. butanol, isopropylalkohol). Obě operace se provádějí v plynné fázi za vakua 200 mm Hg a případně v atmosféře nereaktivního plynu (CO_2 , N_2). Z produktů dehydrogenace lze získat směs obou guajazulenů běžnými způsoby, např. vytřepáváním z petroletherického roztoku do minerální kyseliny, zředěním kyselá fáze vodou a extrakcí přečištěné směsi azulenů do organického rozpouštědla. Surový azulen lze pak čistit chromatografií či frakční destilací.

Příklad

Použitá aparatura (viz schéma) sestávala:

30

- a) z dávkovacího zařízení, umožňujícího regulování přívodu směsi suroviny a alkoholu, zkapalněné zvýšenou teplotou za vakua v proudu inertního plynu;
- b) z katalytické trubice, obsahující v horní části dehydratační katalysátor, v dolní části pak dehydrogenační katalysátor. Oba katalytické prostory je možno vyhřívat samostatnými pískami;
- c) z jímadla, složeného ze dvou vymrazovacích kapes.

Katalysátory

40

Z běžných dehydratačních katalysátorů bylo použito kysličníku hlinitého při teplotě 250-300°, jako dehydrogenačního katalysátoru bylo použito na příklad paladia na akt. uhlí při teplotách 400-450°.

Pracovní postup

Směs 1,5 g silice z kvajakového dřeva a 0,5 g terc. butanolu byla při vakuu 10 mm Hg a v atmosféře kysličníku uhličitého přehnána během 1 hodiny přes dehydratační a dehydrogenační katalysátor. Zjištěný výtěžek vzniklé směsi azulenů byl 16% (váž.).

Předmět patentu

50

1. Způsob výroby guajazulenu z guajolu dehydratací na alkalických nebo kyselých katalysátorech s následnou dehydrogenací, vyznačený tím, že se oba pochody provádějí v jedné trubici bez izolace produktů dehydratace za tlaku nižšího než 200 mm Hg, při čemž dehydrogenace probíhá za teploty 350-500° C.
2. Způsob podle bodu 1 vyznačený tím, že se pracuje v přítomnosti snadno dehydrovatelného alkoholu a v prostředí nereaktivního plynu.
3. Způsob podle bodů 1 a 2 vyznačený tím, že se způsobu použije při zpracování silic, obsahujících prekursory guajazulenu.

