



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 07 02 83
(21) PV 825-83

(51) Int. Cl.
C 07 C 143/68

(40) Zveřejněno 15 09 83
(45) Vydáno 01 11 85

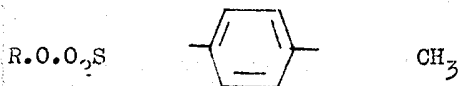
(75)
Autor vynálezu

PIRKL JAROMÍR ing.,
PODSTATÁ JIŘÍ, PARDUBICE

(54)

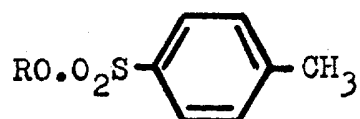
Způsob přípravy p-toluensulfonátů složitých
alkoholů

Způsob přípravy p-toluensulfonátů
složitých alkoholů vzorce



kde R značí 2-fenoxyetyl, 2(p-terc. butylfenoxy)etyl či 2-benzyl-oxyetylskupinu reakcí 2-fenoxyetanolu, 2(p-terc.-butyl)etanolu či 2-benzyl-oxyetanolu s p-toluensulfochloridem za udržování alkalické reakce vodným roztokem alkalických hydroxidů až do ukončení kondenzace tak, že se reakce provádí v prostředí při teplotě 0 až 60 °C s výhodou kolem 25 °C a vzniklý produkt se izoluje. Získají se látky používané jako kvarternizační činidla při přípravě fotografických sensibilizátorů, ve vysokém výtěžku a čistotě.

Vynález se týká způsobu přípravy p-toluensulfonátů obecného vzorce



kde R značí 2-fenoxyetyl-, 2(p-terc.butylfenoxy)etyl- a 2-benzylóxyetyl skupinu, používaných jako důležitá kvarternizační činidla při přípravě fotografických sensibilizátorů. p-Toluensulfoestery jednoduchých alkoholů jsou připravovány např. připouštěním vodného roztoku alkalických hydroxidů k suspenzi p-toluensulfochloridu v přebytku esterifikovaného alkoholu (např. Organic. Synth. Coll. Vol. I, 145), nebo u složitějších alkoholů, kde první způsob většinou selhává, přidáváním p-toluensulfochloridu k roztoku alkoholu v přebytku pyridinu (US pat. 2496842, CA 68, 5742/1950/). Izolace čistých látek jsou v obou případech poměrně složité a odpadá přitom či je nutné pracně regenerovat velká množství výchozího alkoholu nebo použitého pyridinu. Vyrobené látky je nutné čistit destilací ve vakuu či překrystalizací z organických rozpustidel.

Nyní bylo zjištěno, že p-toluensulfonáty shora uvedeného složení lze připravovat ve vysokém výtěžku jednoduchým způsobem a vyrobené látky není nutné již dále čistit. Postupuje se tak, že se k suspenzi nebo roztoku alkoholu a p-toluensulfochloridu v acetonu přikapává vodný roztok alkalického hydroxidu, s výhodou hydroxidu sodného až do trvalé reakce na fenolftaleinový papírek a vymizení volného p-toluensulfochloridu. Pro získání čistého produktu není poměr reagujících složek důležitý a nejvyššího výtěžku se dá dosáhnout při asi 10% přebytku

p-toluensulfochloridu. Jiný poměr než optimální má za následek pouze snížený výtěžek nebo odchod nezreagované složky do odpadních vod. Zásadní podmínkou je použití acetonu jako reakčního prostředí. Jeho množství není rozhodující a může se pohybovat v širokých mezích. Při nízkém množství však není reakční směs dobře míchatelná a při velkém množství produkt je těžce izolovatelný a dochází ke ztrátám. Reakční teplota může být od 0 °C až do teploty varu acetonu, ovšem optimální leží při 25 °, kdy je reakce dostatečně rychlá a dochází k minimálnímu rozkladu p-toluensulfochlorid^u či vzniklého esteru.

Níže uvedené příklady ilustrují provedení podle vynálezu.

Příklad 1

Do suspenze 138 dílů hm. fenoxyetanolu a 210 dílů hm. p-toluensulfochloridu ve 200 objemových dílech acetonu se za rychlého míchání přikape 130 objemových dílů vodného roztoku hydroxidu sodného c (NaOH) = 10 mol/l za udržování teploty 25 °C a pak se ještě 1 hodinu míchá za případného dodání roztoku hydroxidu sodného tak, že reakce je stále alkalická na fenolftaleinový indikátor. K vytvořené krystalické suspenzi se nyní přilije 170 objemových dílů 50% etanolu, směs se ochladí na 5 °, odsaje, promyje 170 objemovými díly 50% etanolu a nakonec přebytkem vody. Po vysušení na vzduchu se získá 274 dílů hm. čistého krystalického fenoxetyl-p-toluensulfonátu o teplotě tání 75 °C.

Příklad 2

Postupem stejným jako v příkladu 1., kdy se však namísto fenoxyetanolu použije 194 dílů hm. 4-terc.butylfenoxyetanolu se získá 322 dílů hm. 4-terc.butylfenoxetyl-p-toluensulfonátu o teplotě tání 82 až 84 °C.

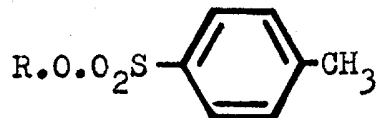
Příklad 3

Stejným postupem jako v příkladu 1., avšak za použití 153 dílů hm. benzyloxyetanolu namísto fenoxyetanolu se získá 190 dílů hm. benzyloxyetyl-p-toluensulfonátu o teplotě tání 44 až 46 °C.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

227 782

Způsob přípravy p-toluensulfonátů složitých alkoholů
vzorce



kde R značí 2-fenoxyetyl, 2(p-terc.butylfenoxy)etyl či 2-benzyloxyetyl skupinu reakcí 2-fenoxyetanolu, 2(p-terc.-butyl)etanolu či 2-benzyloxyetanolu s p-toluensulfochloridem za udržování alkalické reakce vodným roztokem alkalických hydroxidů až do ukončení kondenzace vyznačený tím, že se reakce provádí v prostředí ^{acetonu} při teplotě 0 až 60 °C s výhodou kolem 25 °C a vzniklý produkt se izoluje.