



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

253344

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 16 06 86
(21) PV 4404-86

(40) Zveřejněno 12 03 87
(45) Vydáno 15 06 88

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 147/10

(75)

Autor vynálezu

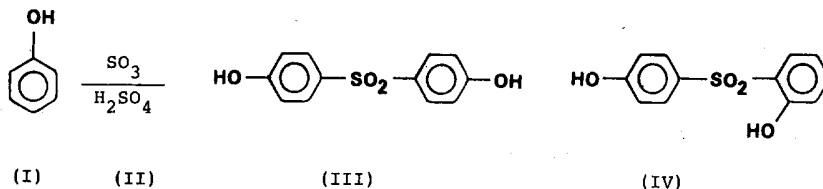
ARIENT JOSEF dr. ing. DrSc., PARDUBICE

(54) Způsob dělení surové směsi 4-benzyloxy-4'-hydroxydifenylsulfonu
a 4-benzyloxy-2'-hydroxydifenylsulfonu

Řešení se týká způsobu dělení surové směsi 4-benzyloxy-4'-hydroxydifenylsulfonu a 4-benzyloxy-2'-hydroxydifenylsulfonu vyznačený tím, že se na surovou směs působí vodou o teplotě 70-100 °C a čistý 4-benzyl-oxy-4'-hydroxydifenylsulfon se odfiltruje.

Vynález popisuje způsob dělení surové směsi 4-benzyloxy-4'-hydroxydifenylsulfonu a 4-benzyloxy-2'-hydroxydifenylsulfonu na základě jejich různé rozpustnosti v horké vodě.

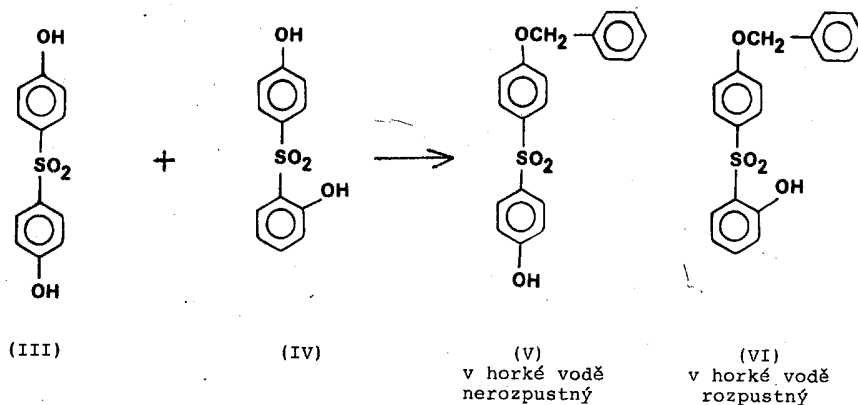
Průmyslově významný 4-benzyloxy-4'-hydroxydifenylsulfon se připravuje benzylací 4,4'-dihydroxydifenylsulfonu (Organic Synthesis 25, 9, 1945; CS AO 235 420). Výroba čistého 4,4'-dihydroxydifenylsulfonu vzorce III je však značně složitá. V řadě starších prací je jeho příprava prováděna tak, že se fenol vzorce I vyhřívá několik hodin na 160-180 °C s dýmavou kyselinou sírovou za současného oddestilování vody a po ukončení reakce se nalije reakční směs do vody. Překrystalovaný produkt byl považován za jednotný 4,4'-dihydroxydifenylsulfon vzorce III. (Glutz: Liebigs Annalen der Chemie 147, 2; Annaheim: item 172, 36).



Později se však ukázalo (po zpřesnění analytických metod), že takto připravený produkt obsahuje vedle 4,4'-izomeru vzorce III ještě 4,2'-dihydroxydifenylsulfon vzorce IV, jehož oddělování se provádí velmi složitou krystalizací z acetonu a benzeny (Hinkel L. E., Seummers G. H. R.: Journal of Chemical Society 1949, 2 855). Průmyslově je tento způsob dělení těžko schůdný.

Nyní bylo nalezeno, že 4-benzyloxy-4'-hydroxydifenylsulfon vzorce V a 4-benzyloxy-2'-hydroxydifenylsulfon vzorce VI se rozpouštějí selektivním způsobem v horké vodě. Zatímco 4-benzyloxy-4'-hydroxydifenylsulfon vzorce V je v horké vodě prakticky nerozpustný, rozpouští se 4-benzyloxy-2'-hydroxydifenylsulfon vzorce VI lehce v horké vodě.

Podle tohoto vynálezu se na surovou směs 4-benzyloxy-4'-hydroxydifenylsulfonu vzorce V a 4-benzyloxy-2'-hydroxydifenylsulfonu vzorce VI působí vodou při teplotě 70-100 °C a v horké vodě nerozpustný, čistý 4-benzyloxy-4'-hydroxydifenylsulfon vzorce V se odsaje.



Vlastní benzylace se provádí tak, že surová směs obou izomerů se rozpustí ve zředěném louhu draselném a za chladu se přidá odpovídající množství benzylochloridu. Po šestihodinovém míchání za normální teploty se reakce ukončí jednohodinovým varem. Po ochlazení se roztok vykyslí konc. kyselinou chlorovodíkovou na kongo. Vyloučený produkt se po odsátí rozmíchá s vodou a směs se vyhřeje k varu. Suspenze se za horka odsaje a zbytek na filtru, představující čistý 4-benzyloxy-4'-hydroxydifenylsulfon se promyje horkou vodou.

Analytické stanovení jednotlivých derivátů sulfonu se provádí chromatografickou analýzou

analýzou na silikagelové vrstvě upevněné na hliníkové podložce (Silufol) za pomoci roztoku benzen-ethylacetát v poměru 5:1. Detekce se provádí postřikem alkalického roztoku diazoniové soli.

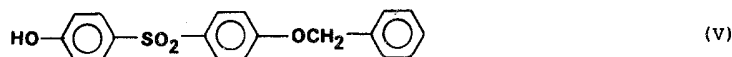
Předností výše uvedeného vynálezu je jednoduchost, s jakou je možno oba izomery oddělit a tím připravit čistý 4-benzyloxy-4'-hydroxydifenylsulfon, který se používá při přípravě barvotvorných složek používaných v barevné fotografii.

P ř í k l a d

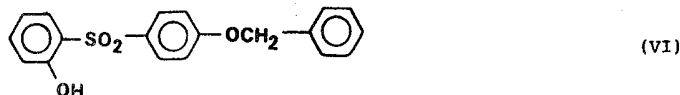
Do 6 000ml sulfonační baňky, opatřené míchadlem a sestupným chladičem se předloží 613 mililitrů dýmavé kyseliny sírové (monohydrát) s 2 000 g fenolu a směs se rychle vyhřeje na 180-190 °C. Po oddestilování vody se reakční směs nalije do horké vody. Nerozpuštěná pryskyřičnatá látka se odfiltruje, z filtrátu vykristaluje surová směs 4,4'- a 4,2'-dihydroxydifenylsulfonu. Po odsátí krystalické směsi se surová směs znovu rozpustí v horké vodě, přidá se karborafin, přefiltruje se a filtrát se nechá vykristalovat. Po odsátí a usušení se získá produkt o t.t. 187 °C. 67,5 g surového sulfonu se rozpustí ve 4 500 ml vody a 21,6 g hydroxidu draselného při 35-40 °C. Po rozpuštění se připustí 60,6 ml benzylchloridu a směs se míchá 6 hodin při 20 °C. Potom se teplota zvedne k varu a roztok se udržuje při této teplotě 1 hodinu. Po ochlazení se suspenze okyselí na kongo. Vyloučený produkt byl rozmíchán s horkou vodou, nerozpuštěný podíl byl odsát a promyt na filtru horkou vodou. Byl získán chromatograficky čistý 4-benzyloxy-4'-hydroxydifenylsulfon ve výtěžku 16,5 g, tj. 94 % teorie o teplotě tání 166-168 °C.

B. Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob dělení surové směsi 4-benzyloxy-4'-hydroxydifenylsulfonu vzorce V



a 4-benzyloxy-2'-hydroxydifenylsulfonu vzorce VI



vyznačený tím, že se na surovou směs sloučenin vzorce V a VI působí vodou při teplotě 70 až 100 °C, čistý 4-benzyloxy-4'-hydroxydifenylsulfon se odfiltruje.