



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

232342

(11) (B1)

(22) Přihlášeno 06 06 83
(21) (PV 4067-83)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 161/02,
G 03 C 1/08

(40) Zveřejněno 15 03 84

(45) Vydáno 15 07 86

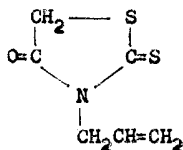
(75)

Autor vynálezu

PIRKL JAROMÍR ing., PODSTATÁ JIŘÍ, PARDUBICE

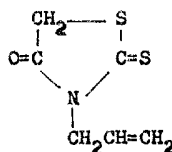
(54) Způsob přípravy 3-allyrhodaninu

Způsob přípravy allyrhodaninu vzorce



tak, že se vaří směs allylbromidu či allylchloridu s ekvivalentním či až o 10 % sníženým množstvím thiokyanatynu draselného, sodného či amonného v prostředí vodného etanolu až do ukončení reakce, přilije se ekvivalentní nebo až o 50 % zvýšené množství thioglykolové kyseliny, směs se vaří do ukončení reakce, produkt se izoluje zkušební reakční směsí, vyloučením produktu ochlazením do krystalizace, odsátím, promytím ledovou vodou, směsí benzínu s etanolem a nakonec benzinem.

Vynález se týká způsobu přípravy 3-allylrhodaninu vzorce



používaného jako důležitý polotovar při výrobě fotografických senzibilizátorů. Látka se připravuje dlouhodobým varem allylthiokyanátu s thioglykolovou kyselinou ve vodně alkoholickém prostředí a nakonec se destiluje ve vakuu (např. ANDREASCH, ZIPSER: Monatsh. 24, 504; BUTSCHER: Monatsh. 32, 12). Nejvýznamnějším problémem při této preparaci je příprava a izolace allylthiokyanátu, který je silně toxický a pronikavě páchne. I konečná izolace produktu vytřepáním z reakční směsi rozpustidly, převážně diethyleterem a následná destilace ve vakuu není pro přípravu větších množství příliš vhodná a většinou je dosti ztrátová.

Nyní bylo nalezeno, že shora jmenovaný 3-allylrhodanin lze připravovat bez velkých problémů za omezení zápachu a toxických účinků na minimum tak, že se do ukončení reakce vaří směs allylchloridu či allylbromidu s ekvivalentním či až o 10 % sníženým množstvím thiokyanatanu draselného, sodného či amonného ve vodně alkoholickém prostředí. V reakční směsi vzniklý allylthiokyanát se neizoluje, nýbrž po přidávku ekvivalentního či až o 50 % zvýšeného množství kyseliny thioglykolové se reakční směs dále vaří až do ukončení tvorby 3-allylrhodaninu. Po zahuštění reakční směsi oddestilováním části kapalin se zbytek ochladí do vykřystalování produktu. Po jeho odsátí a promytí ledovou vodou se nakonec promyje směsí stejných dílů benzínu a etanolu a nakonec ještě benzinem. Odstraní se tak zbytky výchozích a vedlejších látek. Po vysušení na vzduchu se získá čistý produkt o teplotě tání 45 až 46 °C v poměrně vysokém výtěžku.

Při postupu podle vynálezu odpadá izolace allylthiokyanátu, pracuje se v jedné a málo objemné aparatuře a získá se čistý produkt bez jinak nutné vakuové destilace.

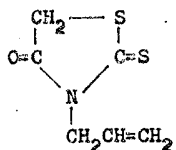
Příklady

Směs 100 hmotnostních dílů thiokyanatanu draselného, 200 objemových dílů allylbromidu se vaří pod zpětným chladičem až do vymizení thiokyanatanu. Pak se připustí 120 hmotnostních dílů 80% kyseliny thioglykolové a 50 objemových dílů vody a směs se dále vaří pod zpětným chladičem po dobu 30 až 50 hodin do ukončení reakce. Nakonec se vydestiluje 110 objemových dílů kapalin. Zbytek v baňce se ochladí v ledové lázni až zprvu olejovitý produkt ztuhne na krystalickou hmotu. Odsaje se a důkladně udušá. Koláč se promyje ledovou vodou a pak po částech se 100 objemovými díly směsi stejných dílů etanolu a benzínu. Nakonec se koláč promyje ještě benzinem a vysuší se na vzduchu. Získá se 112 hmotnostních dílů čistého produktu o teplotě tání 45 až 46 °C, tj. 64,6 % teorie.

Stejných výsledků se dosáhne za použití ekvivalentních množství allylchloridu, thiokyanatanu sodného či amonného.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy 3-allylrhodaninu vzorce



vyznačený tím, že se vaří směs allylbromidu či allylchloridu s ekvivalentním či až o 10 % sníženým množstvím thiokyanatenu draselného, sodného či amonného v prostředí vodného etanolu až do ukončení reakce, přilije se ekvivalentní nebo až o 50 % zvýšené množství thioglykolové kyseliny, směs se vaří do ukončení reakce, produkt se izoluje zahuštěním reakční směsi, vyloučením produktu ochlazením do krystalizace, odsátím, promytím ledovou vodou, směsí benzinu a etanolem a nakonec benzinem.