



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

216 399

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 26 09 80
(21) PV 6501-80

(51) Int. Cl.³ C 07 C 69/16
(C 07 C 69/16, 43/11)
// G 03 C 7/00

(40) Zveřejněno 31 12 81
(45) Vydáno 01 07 84

(75)

Autor vynálezu ARIENT JOSEF dr. ing. DrSc., PARDUBICE
HRDLÍČKA JAROSLAV, HRADEC KRÁLOVÉ

(54) Způsob přípravy diethylen glykolmonomethyletheracetátu a diethylen glykolmonobutyl-etheracetátu

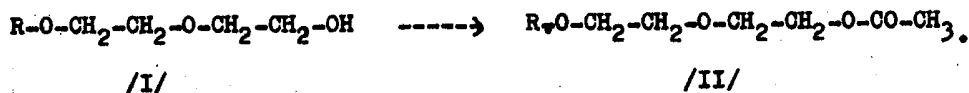
Vynález popisuje přípravu diethylen-glykolmonomethyl- a butyletheracetátů působením acetylchloridu nebo anhydridu kyseliny octové na odpovídající karbityly.

Připravené látky jsou použitelné jako rozpouštědla různých organických sloučenin, zejména fotochemických přísad při výrobě barevného fotomateriálu.

Vynález se týká způsobu přípravy diethylenglykolmonomethyl- a diethylenglykolmonobutyletheracetátů acetylací odpovídajících karbitolů.

Příprava acetátů monoalkyletheru ethylenglykelu se provádí různým způsobem. Např. ethylenglykolmonomethyletheracetát se připravuje etherifikací ethylenglykolmonoacetátu diazomethanem /Nierenstein: B.60,1821/, ethylenglykolmonoehtyletheracetát se připravuje řadou různých postupů /Th.H.Durrahns: Solvents str. 161, 230, 4. vyd., Londýn 1938/, monothioethylenglykol-S-butylether-O-acetát se připravuje acetylací beta-butylmerkaptethyl -alkoholu acetylchloridem /Whitner, Reid: Am.Soc. 43,637/, monothioethylenglykol-S-ethyl-ether-O-acetát se připravuje acetylací acetanhydridem v přítomnosti kyseliny sírové /Scherlin, Wasilevski: J.Prakt.Chem./2/121,176/ apod.

Příprava acetylderivátů vzorce II z řady diethylenglykolmonoalkyletheru, tzv. karbitolů vzorce I, není popsána:



Nyní autoři vynálezu našli, že tyto látky je možno snadno připravit acetylací odpovídajícího karbitolu vzorce I acetylchloridem, event. acetanhydridem v přítomnosti koncentrované kyseliny sírové, pokud je výsledný acetát nerozpustný ve vodě. Tak např. pouhým smíšením diethylenglykolmonomethyletheru III /vzorec I, kde R = CH₃/ s acetylchloridem při 15 až 20 °C vzniká diethylenglykolmonomethyletheracetát V /vzorec II, kde R = CH₃/ o teplotě varu 210 až 215 °C. Stejným způsobem se připraví diethylenglykolmonobutyletheracetát VI /vzorec II, kde R = C₄H₉/ o teplotě varu 238 až 242 °C a diethylenglykolmonobutyletheru IV /vzorec I, kde R = C₄H₉/. Diethylenglykolmonomethyletheracetát V je lehce rozpustný ve vodě v jakémkoliv poměru a proto se jeho izolace provádí přímou destilací reakční směsi. Diethylenglykolmonobutyletheracetát VI je ve vodě nerozpustná kapalina a proto je možno provádět její přípravu i pomocí anhydridu kyseliny octové v přítomnosti koncentrované kyseliny sírové za varu. Izolace se v tomto případě provádí postupným promytím reakční směsi vodným roztokem uhličitanu sodného a vodou, vysušením butyletherové vrstvy a destilací.

Acetylované karbitoly jsou vhodná rozpouštědla pro vpravování různých organicko-chemických přísad do fotografické želatiny.

Příklad 1

Do 700 ml diethylenglykolmonomethyletheru, předloženého v dvoulitrové baňce, opatřené zpětným chladičem, se za míchání a zevního chlazení vodou přilije pomalu 360 ml acetylchloridu tak, aby teplota nepřestoupila 20 °C. Po smíšení se ponechá roztok stát 24 hodin a potom se za atmosférického tlaku předestiluje. Získá se bezbarvá kapalina o teplotě varu 210 až 215 °C ve výtěžku 700 g, tj. 79 % teorie.

Příklad 2

Do 30 g diethylenglykolmonobutyletheru, předloženého ve 300 ml baňce, opatřené

zpětným chladičem, bylo pomalu za občasného protřepání přilito 65 g acetylchloridu. Po proběhnutí prudké exotermní reakce byl roztok ponechán 24 hodin stát při 20 °C a potom zdestilován za atmosférického tlaku. Bylo získáno 146 g /89,5 % teorie/ čiré kapaliny o teplotě varu 238 až 242 °C.

Příklad 3

Do 500 ml banky, opatřené zpětným chladičem, bylo předloženo 162 g diethylenglykolmonobutyletheru a 102 g anhydridu kyseliny octové. Do roztoku bylo pomalu přilito 40 g 96% kyseliny sírové a směs byla zahřáta k varu 5 hodin. Po ukončení reakce směs promyta nasyceným roztokem uhličitanu sodného a vodou do neutrální reakce a vysušena bezvodým chloridem vápenatým. Destilací za atmosférického tlaku bylo získáno 182 g /89 % teorie/ bezbarvé kapaliny o teplotě varu 238 až 242 °C.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy diethylenglykolmonomethyletheracetátu a diethylenglykolmonobutyletheracetátu vzorce V a vzorce VI,



vyznačený tím, že se diethylenglykolmonomethylether vzorce III



a diethylenglykolmonobutylether vzorce IV



acetyluje acetylchloridem při 15 až 20 °C nebo anhydridem kyseliny octové za varu v přítomnosti kyseliny sírové a konečný produkt se izoluje destilací za atmosférického tlaku.