

Warszawa, dnia 17 kwietnia 1951 r.

C07c 87/30



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 34106

Kl. 12 q, 5

J. R. Geigy A. G.
(Bazyleja, Szwajcaria)

Sposób wytwarzania czwartorzędowych wysokocząsteczkowych związków benzyloamoniowych

Zgłoszono 24 czerwca 1946 r.

Udzielono 28 kwietnia 1950 r.

Pierwszeństwo: 27 października 1941 r. (Szwajcaria)

W patencie nr 33525 opisano sposób wytwarzania czwartorzędowych, wysokocząsteczkowych soli benzyloamoniowych, polegający na tym, że do trudno rozpuszczalnych lub nierozpuszczalnych w wodzie benzyloamin, podstawionych w położeniu α wysokocząsteczkową alifatyczną lub alicykliczną resztą węglowodorową, wprowadza się przez wyczerpujące alkylowanie i (lub) aralkylowanie reszty alkylowe lub aralkylowe.

Obecnie stwierdzono, że można wprost otrzymywać czwartorzędowe związki, jeśli się poddaje reakcji aminy trzeciorzędowe ze związkami benzyłowymi podstawionymi w położeniu α chlorowcem. Budowę tych związków benzylowych można wyrazić następującym schematycznym wzorem:

Reszta benzenowa — CH — Reszta alifatyczna
|
Chlorowiec

przy czym muszą one zawierać przynajmniej jedną wysokocząsteczkową, nasyconą lub nie nasyconą,

alifatyczną (też cykloalifatyczną) resztę. Wysokocząsteczkowa reszta może znajdować się bądź w alifatycznej, bądź w aromatycznej części związków benzylowego a pierścień benzenowy może być dowolnie dalej podstawiony.

Związki benzyłowe, podstawione w pozycji α chlorowcem, otrzymuje się z odpowiednich wysokocząsteczkowych ketonów o wzorze schematycznym:

Reszta benzenowa — CO — Reszta alifatyczna poprzez odpowiednie alkohole drugorzędowe i wymianę grupy wodorotlenowej na chlorowiec.

Jako związki wyjściowe wchodzi w grę na przykład ketony, które można otrzymać z benzenu i kwasu laurynowego lub kwasu tłuszczowego z nasion palmowych, z homologów benzeno- jak toluenu, ksylenu itd., i kwasu tłuszczowego z oleju kokosowego, z anizolu, fenetolu itd. i kwasu naftenowego, z dodecylobenzenu i kwasu octowego itd. Jako aminy, które można użyć do reakcji z omawianymi związkami benzyłowymi

podstawionymi w pozycji α chlorowcem można wymienić: trójmetyloaminę, trójetyloaminę, pirydynę, dwumetylobenzyloaminę itd.

Czwartorzędowe związki, otrzymywane sposobem według wynalazku, nadają się przede wszystkim do zastosowania jako środki dezynfekcyjne.

Przykład. W autoklawie emaliowanym poddaje się reakcji w temperaturze 150°C , w ciągu 10 godzin, 50 części 1- α -chlorododecylo/-4-metylobenzenu z nadmiarem trójmetyloaminy. Otrzymana powstała papka nie rozpuszcza się klarownie w wodzie, dopiero po usunięciu części rozpuszczalnych w eterze otrzymuje się po odparowaniu roztworu wodnego jasną pastę, którą można łatwo przeprowadzić w 10% roztwór wodny. Podobnie do trójmetyloaminy reagują trójetyloamina i pirydyna.

1- α -chlorododecylo/-4-metylobenzen otrzymuje się w następujący sposób:

W kolbie z trzema szyjkami o pojemności 1½ litra rozrabia się przy dobrym mieszanii 40 części grysiku aluminiowego, aktywowanego za pomocą HgCl_2 , w 350 częściach objętościowych 50% alkoholu. W temperaturze pokojowej wkrapla się wolno w ciągu 1½ godziny ciepły roztwór 100 części 4-metylołaurofenonu w 200 częściach objętościowych 95% alkoholu. Roztwór redukujący rozgrzewa się przy intensywnym wydzielaniu się wodoru do temperatury $60 - 70^{\circ}\text{C}$. Ewentualnie należy nieco chłodzić. Po wkropleniu całości miesza się dalej przez noc w temperaturze pokojowej. Nazajutrz ogrzewa się szybko do temperatury około 50°C i sący. Pozostały wodortlenek glinu przemywa się gruntownie ciepłym alkoholem. Przesącz wodno-alkoholowy zadaje się podwójną ilością wody i ekstrahuje oksypochodną eterem. Destyluje ona w wysokiej próżni pod ciśnieniem 0,1 mm słupa rtęci bez rozkładu w temperaturze $155 - 225^{\circ}\text{C}$. 1- α -oksydododecylo/-4-metylobenzen jest w temperaturze pokojowej ciekły i posiada charakterystyczną bron-

zową fluorescencję. Wydajność wynosi 78 — 80 części.

160 części 1- α -oksydododecylo/-4-metylobenzenu zadaje się w kolbie z doszlifowaną chłodnicą zwrotną odrazu nadmiarem 80 części trójchlorku fosforu. Mieszaninę pozostawia się przez 6 godzin w temperaturze $70 - 80^{\circ}\text{C}$, przy czym wydziela się nie wiele chlorowodoru i na dnie oddziela się nieduża ilość żółtego kwasu fosforawego. Mieszaninę wlewa się do dostatecznej ilości wody, przy czym 1- α -chlorododecylo/-4-metylobenzen wypada w postaci mlecznej masy. Po wyciągnięciu eterem można kwas mineralny tylko bardzo ostrożnie wymywać wodą, gdyż przy energicznym wytrząsaniu tworzą się emulsje, których nie można rozdzielić. Po wysuszeniu i odpedzeniu eteru, pozostaje żółty olej. Do dalszej przeróbki stosuje go się w stanie surowym.

Wydajność surowego produktu wynosi 124 części.

Zamiast 1- α -chlorododecylo/-4-metylobenzenu można stosować odpowiedni związek bromowy albo analogiczne związki chlorowcowe, które można otrzymać z innych ketonów wymienionych w opisie. Jako związki wyjściowe należy specjalnie wymienić pochodne α -chlorowcoetylo-, propylo- i butylobenzenu otrzymywane z podstawionych w pierścieniu przez wysokocząsteczkowe reszty aceto-, propio- i butyrofenonów.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania czwartorzędowych, wysokocząsteczkowych związków benzyloamoniowych, znamienny tym, że wysokocząsteczkowe, α -podstawione haloidki benzytowe, które zawierają co najmniej jedną wysokocząsteczkową, nasyconą lub nienasyconą alifatyczną resztę, poddaje się reakcji z aminami trzeciorzędowymi.

J. R. Geigy A. G.

Zastępca: G. Lauter
adwokat