



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

260485
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 149/18

(22) Přihlášeno 25 04 86

(21) (PV 2996-86.J)

(40) Zveřejněno 16 05 88

(45) Vydáno 15 04 89

(75)

Autor vynálezu

SVOBODA JIŘÍ ing. CSc., LONDÝN MIROSLAV ing.,
PALEČEK JAROSLAV doc. ing. CSc., MOSTECKÝ JIŘÍ akademik, PRAHA

(54) Způsob výroby alkylthioalkanolů

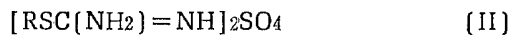
1

2

Způsob výroby alkylthioalkanolu obecného vzorce I



kde R značí methyl, ethyl a n značí 2 nebo 3, ze sodné soli alkanthiolu a omega-halo-genalkanolu spočívá v tom, že se na sodnou sůl alkanthiolu, připravenou in situ z thio-uroniové soli obecného vzorce II



kde R má shora uvedený význam působením alkoholátu sodného s 1 až 2 atomy uhlíku v prostředí methanolu nebo ethanolu při 45 až 60 °C, po 2 h se přidá omega-chloralkanol a reakční směs se vaří 2 až 4 h, načež se vyloučené nerozpustné podíly odsají, rozpouštědla odpaří a destilací se získá produkt obecného vzorce I.

Vynález se týká způsobu výroby alkylthioalkanolů obecného vzorce I:



kde R značí methyl nebo ethyl
n značí 2 nebo 3.

Uvedené sloučeniny se používají jako meziprodukty při výrobě biologicky účinných látek [N. Negwer v knize *Organisch-chemische Arzneimittel und ihre Synonyma*, Akademie Verlag, Berlin 1978] nebo přípravků pro ochranu rostlin [R. Wergler /Ed/ v knize *Chemie der Pflanzenschutz- und Schädlingsbekämpfungsmittel*, Springer Verlag, Berlin 1977].

Podle známého stavu techniky se uvedené sloučeniny obecného vzorce I připravují řadou způsobů, z nichž uvádíme jen nejdůležitější. První využívá reakce alkalické soli alkanthiolu s odpovídajícím ω -halogenalkanolem v prostředí různých organických rozpouštědel [J. Org. Chem. 24, 1301 /1959/; J. Org. Chem. 26, 1463 /1961/; J. Polym. Sci. A 2, 1185 /1964/]. Nevýhodou tohoto způsobu je zvláště složité technické zařízení na práci s vysoce toxickými těkavými alkanthioly spojené s přípravou sodné soli. Druhý způsob využívající reakce oxiranu s odpovídajícím alkanthiolem je možné použít jen při výrobě alkylthioethanolů [U. S. pat. spisy 2 776 997, 3 213 149]. Nevýhodou tohoto způsobu je obtížná manipulace s toxickým alkanthiolem a oxiránem spolu s nutností pracovat v tlakových nádobách. U. S. pat. spis 2 806 884 chrání způsob, při kterém se látky obecného vzorce I získají reakcí alkylchloridu se sodnou solí ω -hydroxyalkanthiolu. Vzhledem k vysoké toxicitě, hořlavosti, obtížné manipulaci (například t. v. methylchloridu je 21 °C) není tento postup z technologického hlediska i bezpečnosti práce výhodný. Další analogické postupy chrání např. patentní spisy Ger. Offen 2 108 902; Japan. Kokai 72, 34,217.

Způsob podle vynálezu navazuje v pozitivním smyslu na známý stav techniky. Podstata vynálezu spočívá na reakci sodné soli alkanthiolu, připravené in situ ze známé (viz Org. Synth. Coll. Vol II, 411 /1943/) isothiuroniové soli obecného vzorce II



PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby alkylthioalkanolu obecného vzorce I



kde R značí methyl, ethyl a n značí 2 nebo 3, ze sodné soli alkanthiolu a ω -halogenalkanolu vyznačený tím, že se na sodnou sůl alkanthiolu, připravenou in situ z thiuroniové soli obecného vzorce II

kde R má shora uvedený význam, působením alkoholátu sodného v prostředí alkoholu, s ω -halogenalkoholem. Při tomto provedení se postupuje tak, že se do roztoku methanolátu v methanolu nebo ethanolátu v ethanolu vnese při teplotě místnosti thiuroniová sůl obecného vzorce II. Po 2 hodinách míchání při teplotě 45 až 60 °C se přidá ω -chloralkanol. Za míchání se směs zahřívá k varu 2 až 4 hodiny. Potom se reakční směs ochladí, nerozpustné podíly se odsají a rozpouštědla odpaří na rotační vakuové odparce. Z destilačního zbytku se destilací za sníženého tlaku získá ve vysokém výtěžku žádaný produkt obecného vzorce I.

Výhodou způsobu podle vynálezu je jednoduchá práce s netěkavými sloučeninami. Vzhledem k tomu, že potřebné alkanthioly se získají ve formě soli, nevyžaduje tento způsob složitá technická zařízení. Dále podstatně zlepšuje hygienu pracovního prostředí a bezpečnost práce, čímž je plně vyhovující.

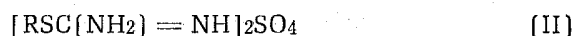
Vynález je demonstrován na několika konkrétních příkladech, které jsou pouze ilustrativní a žádným způsobem neomezují rozsah předmětu vynálezu.

Příklad 1

Ve 100 ml ethanolu bylo za míchání rozpuštěno 7,4 g sodíku, k roztoku bylo přidáno 23,1 g soli obecného vzorce II, kde R značí ethyl a směs byla míchána 2 hodiny při teplotě 50 °C. K roztoku bylo přidáno 15,2 g 2-chlorethanolu a reakční směs byla zahřívána 3 hodiny k varu. Po ochlazení byl krystalický podíl odfiltrován, filtrát odpařen a po destilaci surového zbytku bylo získáno 12,7 g (80 %) 2-ethylthioethanolu obecného vzorce I, kde R značí ethyl a n = 2, teploty varu 79 až 81 °C) 20 Torr.

Příklad 2

Stejným způsobem jako v příkladu 1 bylo z 21,0 g soli obecného vzorce II (kde R = CH₃), 7,4 g sodíku, 100 ml ethanolu a 17,9 g 3-chlorpropanolu získáno 13,2 g 3-methylthiopropanolu (82 %), t. v. 92 až 94 °C/20 Torr, obecného vzorce I, kde R značí CH₃ a n = 3.



kde R má shora uvedený význam působením alkoholátu sodného s 1 až 2 atomy uhlíku v prostředí methanolu nebo ethanolu při 45 až 60 °C, po 2 h přidá ω -chloralkanol a reakční směs se vaří 2 až 4 h., načež se vy-loučené nerozpustné podíly odsají, rozpouštědla odpaří a destilací se získá produkt obecného vzorce I.