



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

225 616

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 24 06 81
(21) PV 4784-81

(51) Int. Cl.³

C 07 G 147/06

(40) Zveřejněno 24 06 83

(45) Vydáno 01 07 85

(75)
Autor vynálezu MYŠIČKA KAREL ing., HANOUSEK VITĚZSLAV ing.,
SVOBODA ZDENĚK ing., ÚSTÍ NAD LABEM

(54) Způsob přípravy aryl- β -hydroxyethylsulfonů

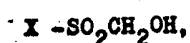
1

Vynález řeší přípravu aryl - β - hydroxyethylsulfonů, jež jsou důležitými polotovary pro výrobu barviv. Běžným postupem jejich přípravy je kondenzace arylsulfinanů s 2-chlorethanem. Výchozí arylsulfinaný se získávají redukcí příslušných arylsulfonfylchloridů. Obvyklým redukčním činidlem jsou siřičitany alkalických kovů, nejčastěji siřičitan sodný. Obě reakce, redukce i kondenzace se provádějí ve vodném prostředí. Po ukončení redukce se příslušná arylsulfinová kyselina izoluje vykyselením minerální kyselinou nebo jako alkalická sůl, vysolením a filtrací. V případě izolace ve formě volné kyseliny je nutné pro následující kondenzaci opětné převedení arylsulfinové kyseliny do roztoku její alkalické soli.

Izolace se provádí z důvodů získání dostatečné čistoty sulfinových kyselin a odstranění nezreagovaného alkalického siřičitanu, neboť redukce se provádí s vyšším, než teoretickým množstvím siřičitanu. Izolace vykyselením minerální kyselinou je nutno provádět při nízké teplotě, neboť aromatické sulfinové kyseliny jsou nestálé a snadno podléhají disproportionaci na příslušné thiosulfoestery a sulfonové kyseliny.

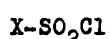
Nevýhodou tohoto postupu jsou ztráty na výtěžku, jež činí 5 až 15 %, velký objem odpadních vod a délka celého výrobního cyklu. Při izolaci arylsulfinanů vysolením, jsou ztráty vlivem jejich vysoké rozpustnosti ještě vyšší. V konečné fázi kondenzace dochází k tvorbě nežádoucích nerozpustných disulfonů, které je nutno odstranit klerací.

Nyní bylo zjištěno, že je možno připravit aryl- β --hydroxyethylsulfony obecného vzorce I



(I)

kde X značí fenyl, popřípadě substituovaný -Cl, -CH₃, -OCH₃, -NHCOCH₃. Způsobem podle vynálezu tak, že arylsulfonylchlorid obecného vzorce II



(II),

kde X značí fenyl, popřípadě substituovaný -Cl, -CH₃, -OCH₃, -NHCOCH₃ se redukuje alkalickým siřičitanem a po skončení redukce se přidá 0,2 až 0,6 molu přebytku chlorethanolu vztaženého na přítomnou arylsulfinovou kyselinu a výsledný aryl-β-hydroxyethylsulfon se oddělí filtrací.

Výhody přípravy aryl-β-hydroxyethylsulfonů podle vynálezu spočívají v tom, že se dosáhne zvýšení výtěžku o 5 až 15 %, zkrátí se výrobní cyklus vynecháním láce meziprojektu, omezí se tvorba nežádoucích disulfonů a sníží se objem odpadních vod a jejich obsah anorganických solí o 40 %.

Příklad 1

233,6 g p-acetaminobenzensulfonylchloridu (M=233,6; 1 mol) se zredukuje při 30 až 35 °C v 540 ml vodného siřičitanu sodného s obsahem 138,6 g Na₂SO₃ (M=126; 1,1 mol) při pH 6 až 7. Reakční směs obsahuje po redukci 216,5 g p-acetaminobenzensulfinanu sodného (M=221; 0,98 mol), přidá se 120,8 g 2-chlorethanolu (M=80,5; 1,5 mol) a při teplotě 96 až 98 °C a při pH=7 se kondenzuje 10 až 11 hodin. Vzniklý produkt se po ochlazení na 25 °C izoluje filtrací. Získá se 214 až 219 g p-acetylaminofenyl-β-hydroxyethylsulfonu (M=243); dosavadním způsobem se získá 194 až 199 g.

Příklad 2

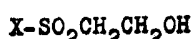
294 g 2,5-dimethoxyacetanilid-4-sulfonylchloridu (M=294; 1 mol) se zredukuje při maximálně 60 °C v 540 ml vodného siřičitanu sodného s obsahem 138,6 g Na₂SO₃ M=126; 1,1 mol při pH = 7 až 7,5. Reakční směs obsahuje po redukci 252,9 g sodné soli 2,5-dimethoxyacetanilid-4-sulfinové kyseliny (M=281; 0,9 mol), přidá se 108,7 g 2-chlorethanolu (M=80,5; 1,35 mol) a za varu reakční směsi se při pH 7 až 7,5 kondenzuje 8 hodin. Vzniklý produkt se po ochlazení na 25 °C izoluje filtrací. Získá se 231,8 g 4-(β-hydroxyethylsulfonyl)-2,5-dimethoxyacetanilidu (M=303), dosavadním způsobem se získá 197 g.

Příklad 3

277,5 g acet-p-kresidid-m-sulfonylchloridu se zredukuje postupem podle 1. Reakční směs obsahuje po redukci 238,5 g sodné soli acet-p-kresidid-m-sulfinové kyseliny (M=265; 0,9 mol), přidá se 94,2 g 2-chlorethanolu (M=80,5; 1,17 mol) a postupem podle 1 se provede kondenzace a následující izolace vzniklého produktu. Získá se 206,6 g m-β-hydroxyethylsulfonyl)-acet-p-kresididu. (M=287), dosavadním způsobem se získá 185 g.

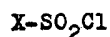
P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy aryl-β-hydroxyethylsulfonů obecného vzorce I



(I),

kde X značí fenyl, popřípadě substituovaný -Cl, -CH₃, -OCH₃, -NHCOCH₃, vyznačený tím, že aryl sulfonylchlorid obecného vzorce II



(II),

kde X značí fenyl, popřípadě substituovaný -Cl, -CH₃, -OCH₃, -NHCOCH₃ se redukuje alkalickým siřičitanem a po skončení redukce se přidá 0,2 až 0,6 molu přebytku chlorethanolu, vztaženého na přítomnou arylsulfinovou kyselinu a výsledný aryl-β-hydroxyethylsulfon se oddělí filtrací.