

Warszawa, 7 października 1936 r.

URZĄD PATENTOWY



C 07c 39/28

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 23552.

Kl. 12 q, 14/04.

William Ephraim Austin
(New York, N. Y., Stany Zjednoczone Ameryki).

Sposób wytwarzania chlorowanych alkylo - rezorcyn.

Zgłoszono 25 lipca 1934 r.

Udzielono 28 lipca 1936 r.

Pierwszeństwo: 26 lipca 1933 r. (Stany Zjednoczone Ameryki).

Wynalazek niniejszy dotyczy sposobu wytwarzania chlorowanych alkylo-rezorcyn.

Wynalazek niniejszy opiera się na spostrzeżeniu, że alkylo-chloro-rezorcyny drugorzędowe o wzorze ogólnym: $C_6H_2Cl(OH)_2 \cdot C R_1 R_2 R_3$, w którym litera R_1 oznacza wodór, a litery R_2 i R_3 oznaczają grupy alkyłowe o łańcuchach prostych lub rozgałęzionych, przyczem grupa $(C R_1 R_2 R_3)$ zawiera nie mniej niż 4 atomy węgla, można łatwo otrzymać przez chlorowanie odpowiednich alkylo-rezorcyn drugorzędowych lub przez alkyłowanie chloro-rezorcyn.

Zgodnie z wynalazkiem niniejszym sposób wytwarzania alkylo-chloro-rezorcyn

polega na chlorowaniu alkylo-rezorcyny drugorzędowej chlorkiem siarkowodoru.

Również zgodnie z wynalazkiem można wytwarzać alkylo-chloro-rezorcyny przez poddawanie chloro-rezorcyny kondensacji z alkoholem drugorzędowym lub drugorzędowym chlorowco-alkylem, zawierającym co najmniej 4 atomy węgla w grupie alkyłowej. Z pośród alkylo-chloro-rezorcyn drugorzędowych, jakie można otrzymać według wynalazku niniejszego, należy wymienić następujące: butylową, amylową, heksylową, oktylową i nonylową, przyczem w każdym przypadku grupa alkyłowa jest przyłączona do rdzenia chloro-rezorcynowego nie zapomocą węgla skrajnego.

W razie potrzeby otrzymywane produk-

ty można oczyszczać zapomocą próżniowej destylacji cząstkowej, lub z zastosowaniem przemywania i t. d.

Poniżej podane przykłady służą do wyjaśnienia przedmiotu wynalazku niniejszego.

Przykład I. Heksylo-chloro-rezorcynę drugorzędową wytwarza się w sposób następujący: 55 g rezorcyny rozpuszcza się w 50 cm³ eteru bezwodnego. Do powstałego roztworu, mieszając, dodaje się powoli 67,5 g chlorku siarczyny. Następnie eter i wydzielające się gazy usuwa się zapomocą ssawki, dodaje 20 g drugorzędowego alkoholu heksylowego i 5 g bezwodnego chlorku cynkowego, poczem mieszaninę reakcyjną ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną i oddestylowuje wodę, wytworzoną podczas kondensacji, a alkohol i heksylen (wytworzony wskutek odwodnienia) wprowadza się do mieszaniny reakcyjnej zapomocą oddzielnika wody. Następnie znowu dodaje się stopniowo drugorzędowego alkoholu heksylowego dopóty, aż cała jego ilość wyniesie 55 g. Temperatura reakcji wzrasta powoli do 190°C. W tej chwili przerywa się ogrzewanie i pozostawia mieszaninę do ostygnięcia. Następnie mieszaninę reakcyjną zalewa się toluenem, przemywa kilkakrotnie wodą i destyluje ją w próżni. Frakcje, destylujące w temperaturze 155 — 185°C (pod ciśnieniem 5 mm), destyluje się ponownie, zbierając frakcję, wrzącą w temperaturze 165 — 180°C (pod ciśnieniem 5 mm).

Przykład II. Oktylo-chloro-rezorcynę drugorzędową wytwarza się w sposób następujący: 22 g oktylo-rezorcyny drugorzędowej (otrzymanej przez kondensację rezorcyny z oktanołem drugorzędownym w obecności chlorku cynkowego i próżniową destylację produktu reakcji, przyczem zebrano frakcję, przechodzącą w temperaturze 190 — 210°C pod ciśnieniem 3 mm), rozpuszcza się w 30 cm³ eteru absolutnego i do powstałego roztworu, stale mieszając,

wkrapla się powoli 13 g chlorku siarczyny. Następnie usuwa się eter i wydzielające się gazy (HCl i SO₂) zapomocą ssawki. Pozostałość dwukrotnie destyluje się w próżni, zbierając frakcję, przechodzącą w temperaturze 165 — 180°C (pod ciśnieniem 4 mm).

Aczkolwiek alkylo-rezorcyny niechlorowane już wykazują wybitne właściwości antyseptyczne i bakterjobójcze, zwłaszcza związki, zawierające 7 lub większą liczbę atomów węgla w grupie alkyłowej, zwłaszcza w razie, gdy grupa alkyłowa jest drugorzędową grupą alkyłową, to jednak drugorzędowe alkylo-chloro-rezorcyny, wytworzone zgodnie z wynalazkiem niniejszym, we wszystkich związkach, zawierających więcej niż 4 atomy węgla w grupie alkyłowej, wykazują większe działanie antyseptyczne i bakterjobójcze, niż odpowiednie alkylo-rezorcyny niechlorowane. Temu zwiększonemu działaniu antyseptycznemu i bakterjobójczemu nie towarzyszy spotęgowanie się właściwości toksycznych. Te bardzo pożądane właściwości otrzymanych związków można wyzyskać do wyrobu rozmaitych roztworów antyseptycznych, bakterjobójczych i profilaktycznych, galarettek, pastylek lub innych preparatów, stosując aż do 5 części wagowych alkylo-chloro-rezorcyny drugorzędowej na 1000 części wagowych podłoża, oraz stosując związki te w specjalnych stosunkach ilościowych do wytwarzania preparatów do użytku wewnętrznego w większych stężeniach, aż do postaci nierozcieńczonej (to jest jako substancję czystą).

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania chlorowanych alkylo-rezorcyn, znamienny tem, że chloruje się alkylo-rezorcyny drugorzędowe, zawierające co najmniej 4 atomy węgla w grupie alkyłowej.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny

tem, że alkylo-rezorcynę drugorzędową chloruje się chlorkiem sulfurylu.

3. Odmiana sposobu według zastrz. 1, znamienna tem, że poddaje się kondensacji chloro-rezorcyny i alkohol drugorzędowy lub chlorowco-alkyl drugorzędowy, zawierający co najmniej 4 atomy węgla w grupie alkyłowej.

4. Sposób według zastrz. 3, znamienny tem, że kondensację uskutecznia się w obecności bezwodnego chlorku cynkowego.

5. Sposób wytwarzania preparatów bakterjobójczych lub antyseptycznych z alkylo-chloro-rezorcyn, otrzymywanych według zastrz. 1 — 4, znamienny tem, że łączy się 5 części wagowych alkylo-rezorcyny drugorzędowej z 1000 części wagowych odpowiedniego środowiska.

William Ephraim Austin.

Zastępca: I. Myszczyński,
rzecznik patentowy.