

TADEUSZ SYROWATKA, MARIA BRZEZICKA-BAK

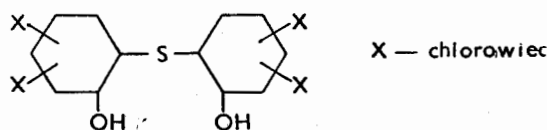
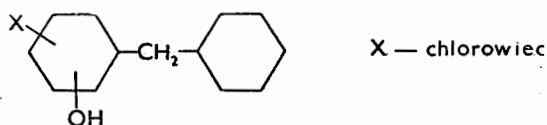
Z PRAC NAD NOWOCZESNYMI ŚRODKAMI DEZYNFEKCYJNYMI

II. NIESYMETRYCZNE POCHODNE FENOLOWE DWUFENYLOMETANU  
III. POCHODNE FENOLOWE ORGANICZNYCH SIARCZKÓW

Z Laboratorium Technologicznego Dezynfekcji, Dezynsekcji  
i Deratyzacji Ministerstwa Zdrowia i Opieki Społecznej w Warszawie

*Autorzy dokonali syntezy niektórych niesymetrycznych pochodnych fenolowych dwufenylometanu i pochodnych fenolowych siarczków organicznych, które mogą znaleźć zastosowanie do zwalczania bakterii i grzybków patogennych.*

Kontynuując prace nad środkami dezynfekcyjnymi (Rocznik: PZH nr 6, 1960) wykonano syntezy niektórych niesymetrycznych pochodnych fenolowych dwufenylometanu i pochodnych fenolowych siarczków organicznych. Z uwagi na korzystne własności fizykochemiczne, szeroki zasięg i wysoką aktywność biologiczną, związki te znalazły lub mogą znaleźć zastosowanie w zwalczaniu bakterii i grzybków patogennych.



wzór I, II

CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

Niesymetryczne pochodne fenolowe dwufenylometanów (II) zsyntezowano w oparciu o prace *Paterno* i *Rennięgo* (1, 2). Metoda ta, jak również próby syntezy innymi metodami (3) nie prowadziły do otrzymania substancji o zadawalających cechach i wydajnościach. Ponieważ celem pracy było otrzymanie produktów o dobrych wydajnościach oraz przede wszystkim pozbawionych zapachu, przeprowadzono próby uproszczonego

oczyszczania produktów reakcji przez odpędzenie z parą wodną nieprze-reagowanych substancji wyjściowych nadających im charakterystyczną nieprzyjemną woń. Jak wykazała ocena bakteriologiczna na przykładzie otrzymanego w taki sposób p-chloro-o-benzylofenolu — aktywność produktu technicznego nie odbiega w znacznym stopniu od aktywności związku czystego.

a) p-Benzylofenol.

Otrzymano za pomocą benzylowania fenolu chlorkiem benzyłu w obecności cynku jako katalizatora.

Celem oczyszczenia preparatu produkt reakcji poddano destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem, zbierając frakcję wrzącą w temperaturze 180—210° przy ciśnieniu 3—4 mm Hg.

Końcowe oczyszczenie przeprowadzono przez krystalizację z eteru nadtowego lub izooktanu.

Temperatura topnienia 84°.

b) p-Chloro-o-benzylofenol.

Otrzymano przez benzylowanie p-chlorofenolu chlorkiem benzyłu w obecności cynku.

Oczyszczono przez destylację pod zmniejszonym ciśnieniem.

Powstające w czasie reakcji związki o charakterze eterowym usunięto wg metody Claisena (4). Pozostałość poddano ponownej destylacji próżniowej, zbierając frakcję wrzącą w temperaturze 199—230° przy ciśnieniu 6—8 mm Hg. Krystalizowano z izo-oktanu. Temperatura topnienia 48°.

c) p-Chloro-o-benzylofenol techniczny.

Produkt otrzymano za pomocą benzylowania p-chlorofenolu chlorkiem benzyłu w obecności cynku. Produkt reakcji poddano destylacji z parą wodną w celu usunięcia nieprzereagowanego chlorku benzyłu i p-chlorofenolu, aż do uzyskania klarownego destylatu. Oczyszczony w ten sposób produkt jest olejem o ciemnożółtym zabarwieniu i słabym zapachu.

Otrzymane preparaty poddano ocenie mikrobiologicznej (Wysocki, Bożyńska) na szczepach pochodzących z Muzeum Szczepów PZH, sporządzając 1% roztwory w 50% (obj) alkoholu.

Tabela I

Lp.	Preparat	Współczynnik fenolowy	
		<i>St. aureus</i> 858	<i>Baot. coli</i> 46
1	p-benzylofenol	44,0	44,0
2	p-chloro-o-benzylofenol	90,9	166,0
3	p-chloro-o-benzylofenol techniczny	90,9	83,3

Pochodne fenolowe organicznych siarczków (III) otrzymano metodą Dunninga (5) wychodząc z p-chlorofenolu i dwuchlorku siarki w czterochlorku węgla.

Halogenowanie otrzymanego symetrycznego siarczku przeprowadzono przez działanie obliczoną ilością wolnego chlorowca w kwasie octowym lub metanolu. Ilość wiązanego halogenu sprawdzano metodą analityczną wg Łuckiej (6). 1 cząsteczka siarczku przyłącza 2 atomy chlorowca.

Otrzymane związki poddano ocenie mikrobiologicznej (*Wysocki, Bożeńska*) na szczepach pochodzących z Muzeum Szczepów PZH, sporządzając roztwory 1% w alkoholu 50% (wag).

Tabela II

Lp.	Wzór empiryczny siarczku	Temp. topnienia	Współczynnik fenolowy	
			<i>St. aureus</i> 858	<i>Bact. coli</i> 46
1	$C_{12}H_8O_2Cl_2S$	172°	30	20
2	$C_{12}H_8O_2Cl_1Br_2S$	167–168°	70	30
3	$C_{12}H_8O_2Cl_4S$	164°	30	10

I. Сыр оватка, М. Б жезицка-Бонк

IZ RABOT NAD SOVREMENNIMI DEZINFEKSIONNYMI SREDSTVAMI

II. Асимметрические феноловые производные дифенилметана

III. Феноловые производные органических сернистых соединений

#### Содержание

Получено асимметрические феноловые производные дифенилметана, проводя бензилование фенола и п-хлорфенола хлористым бензилом в присутствии катализатора. Основываясь на примере п-хлор-о-бензилфенола изложен упрощенный метод очистки технических продуктов. Получено галогеновые феноловые производные органических сернистых соединений, исходя с п-хлорфенола и двуххлористой серы в среде четыреххлористого углерода. Дальнейшие два атома галогена введено применяя среду уксусной кислоты или метанола. Технические и очищенные продукты охарактеризовано и подвергнуто микробиологической оценке. Полученные препараты показали феноловые показатели для *Vac. coli* 46 от 10 до 166, для *St. aureus* 858 от 30 до 90. Они отличались отсутствием запаха и слабой окраской. Характеристика очищенных препаратов упрощенным методом мало отличалась от свойств чистых соединений.

T. Syrowatka, M. Brzezicka-Bak

FROM THE STUDIES ON MODERN DISINFECTANTS.

II. Asymmetric phenolic derivatives of diphenylmethane.

III. Phenolic derivatives of organic sulphides

#### Summary

Asymmetric phenolic derivatives of diphenylmethane were obtained in benzylation of phenol and of p-chlor-phenol with benzoyl chloride in the presence of a catalyst. A simplified method of purification of p-chlor-o-benzoylphenol

is presented and considered to be useful for purification of all technical products.

Starting from p-chlorophenol and sulphur dichloride in carbon tetrachloride medium, phenolic derivatives of organic sulphides were obtained. Additional two halogenex atoms were introduced in acetic acid or methanol medium. Both technical and purified products were characterized and were evaluated microbiologically. The products as obtained showed phenol coefficients from 10 to 166 with *B. coli* 46, and from 30 to 90 with *St. aurea* 858; moreover were odorless and coloured only slightly. The characteristics of products purified with simplified method were close to those of pure substances.

## PIŚMIENNICTWO

1. *Paterno*: Gazz. chim. ital., 1, 1, 1872, *ibid*, 3, 121, 1873. — 2. *Renné*: J. Chem. Soc., 41, 33, 1883. — 3. *Huston*, *Eldridge*: J. Am. Chem. Soc., 53, 2260, 1931; *Huston* i inni, *ibid*, 55, 4639, 1933, *Harden*, *Brewer*, *ibid*, 59, 2379, 1937; *Hauser*, *ibid* 60, 1957, 1938; *Huston*, *ibid*, 72, 4171, 1950. — 4. *Claisen*: Ann, 418, 96, 1919. — 5. *Dunning F.*, *Dunning B.*, *Drake W. E.*: J. Am. Chem. Soc., 53, 3466, 1931. — 6. *Lucka B.*, *Taborska H.*: Przem. Chem., 34, 706, 1955.

---

*P. C. Williams*: OZNACZENIE BIAŁKA W ZIARNIE PSZENNYM I MĄCE METODĄ BIURETOWĄ. J. Sci. Food Agric., 12, 58, 1961.

Opracowano kolorymetryczną metodę oznaczania białka w ziarnie i mące pszennej, opartą na reakcji biuretowej. W reakcji tej w wyniku zetknięcia się biuretu z alkalicznym roztworem miedzi powstaje fioletowe zabarwienie. Metoda polega na ekstrakcji białka ze zmielonego produktu zbożowego za pomocą alkalicznego roztworu miedzi, a występujące jednocześnie fioletowe zabarwienie po odpowiednim sklarowaniu roztworu oznacza się kolorymetrycznie. Dla porównania białko w produktach oznaczano jednocześnie metodą Kjeldahla i metodą biuretową. Wykreślono oddzielnie dla mąki pszennej i oddzielnie dla ziarna krzywe zależności między odczytami na absorpcjometrze a zawartością białka oznaczonego metodą Kjeldahla. Krzywe te służyły następnie do określania białka na zasadzie otrzymanych wyników dla absorpcji.

Stwierdzono, iż zachodzi dobra korelacja między odczytami na absorpcjometrze w metodzie biuretowej a zawartością białka oznaczonego metodą Kjeldahla w granicach od 6—19,0% białka dla pełnego ziarna i 5,8—17,6% — dla mąki.

Stwierdzono, że metoda ta nadaje się do celów rutynowych do szybkiego oznaczania białka w produktach mącznych. Pod względem ekonomicznym metoda biuretowa znacznie przewyższa metodę Kjeldahla, koszty odczynników w metodzie biuretowej wynoszą 40 razy mniej niż w metodzie Kjeldahla, przy tym ilość oznaczeń wykonana w tym samym czasie może być dwukrotnie wyższa. Metoda nie jest pozbawiona pewnych wad. Między innymi należy pamiętać, że reakcja biuretowa zachodzi jedynie w obecności łańcucha peptydowego, azot niebiałkowy występujący w ziarnie i mące nie jest brany pod uwagę. Autor po przeprowadzeniu szeregu równoległych analiz na zawartość azotu niebiałkowego dochodzi do wniosku, że jego obecność jest niewielka w badanych produktach i nie powoduje istotnych różnic w zawartości białka określonego obiema metodami.

Z. Markuze