



holátu draselného sa pridalo 1,1 mólu rektifikovaného sírouhlika. Sírouhlik sa pridával postupne za stáleho miešania, pričom sa reakčná zmes chladila ľadom na 1—5 °C.

Oxydácia sa uskutočňovala 6 % vodným roztokom persíranu draselného [4, 28] pri 80 °C. Výťažky sa pohybovali medzi 60—80 %. Metylalkoholát sodný sa pripravil sodíkom v prostredí benzénu, *n*-hexylalkoholát, cyklohexylalkoholát a *n*-heptylalkoholát sodný obdobne v prostredí xylénu.

#### *Príprava metylxantogenátu sodného*

Reakcia sa robila v trojhrdlej banke, opatrnej miešadlom, spätným chladičom a oddeľovacím lievikom. Do banky sa dalo 40 ml rektifikovaného metanolu a 120 ml benzénu. Potom za stáleho miešania sa po malých čiastkách pridávalo asi 1 hodinu 23 g sodíka. Spôčiatku sa sodík rozpúšťal veľmi rýchlo, ale neskôr sa rozpúšťanie spomalilo, až prestalo úplne, pretože sa povrch sodíka obtiahol tenkou vrstvou metylátu sodného. Reakciu sme oživovali zahriatím reakčnej zmesi na vodnom kúpeli, ako aj pridaním 180 ml benzénu a 150 ml metanolu v troch dávkach.

Celkove teda mala reakčná zmes toto zloženie: 23 g sodíka (1 grat), 190 ml metanolu (4,72 mólu) a 300 ml benzénu. Úplné rozpustenie sodíka sa dosiahlo až po 24 hod. zahrievania. Potom sa oddestilovalo 300 ml destilátu, pričom pozorovaný bod varu bol 72 °C.

Xantogenácia sa vykonala obdobne ako pri ostatných derivátoch. Produkt sa potom odsal na Büchnerovom lieviku a premyl benzénom. Xantogenát sa sušil 8 hodín pri 25 °C/4 mm Hg. Produkt dával s mednatými soľami pozitívnu xantogenátovú reakciu. Výťažok bol 108 g  $\text{CH}_3\text{OCS}_2\text{Na}$ , čo zodpovedá 83 % teoretického výťažku, počítajúc na sodík.

#### *Príprava cyklohexylxantogenátu sodného*

Reakcia sa uskutočňovala obdobne ako príprava metylderivátu. Zloženie násady bolo: 23 g (1 grat) sodíka, 312 ml (300 g, 3 móly) cyklohexanolu a 500 ml xylénu. Obsah banky sa za miešania zahrieval na olejovom kúpeli. Len čo začal xylén refluxovať, začal sa rozpúšťať sodík, ktorý sa zároveň rozptýlil na malé guľôčky. Pôvodne riedka zmes zhustla a spomalilo sa rozpúšťanie. Preto sme teplotu olejového kúpeľa zvýšili na 170 °C. Asi za 3 hodiny sa všetok sodík rozpúšťal, pričom viskozita suspenzie klesla.

Reakčná zmes sa za ustavičného miešania ochladila na +3 °C. Získala sa tým jemná suspenzia, ktorá sa obvyklým spôsobom xantogenovala. Produkt po odsatí sa premyl benzénom a sušil sa 8 hodín pri 25 °C/4 mm Hg. S mednatými soľami dával pozitívnu xantogenátovú reakciu. Výťažok bol 75,6 g  $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{OCS}_2\text{Na}$ , čo zodpovedá 38,1 % teoretického výťažku, počítajúc na sodík.

Obdobne sa pripravil *n*-hexylxantogenát a *n*-heptylxantogenát sodný.

Neopentylxantogenát sodný sa pripravil podľa A. Johanssona [29].

Týchto päť xantogenátov draselných sa oxýdovalo dusitanom sodným a kyselinou sírovou [1].

Všetky pripravené deriváty sa čistili podľa S. V. Žuravleva [1]. Izopropylderivát a neopentylderivát sa dvakrát prekryštalovali z etanolu.

Pripravené deriváty, ktoré sme potrebovali na stanovenie úbytku týchto látok pri polymerizácii, skúšali sme kvantitatívne stanoviť obdobnou metódou, akú opísal I. M. Kolthoff [14] pre polarografické stanovenie diizopropylxantogéndisulfidu. Zistili sme, že metóda je dobre reprodukovateľná a v koncentračnom rozmedzí 0—140 mg/l platí lineárna závislosť výšky vlny od koncentrácie. Za použitia ortuti ako porovnávacej elektródy pozoroval sa polvlnový potenciál okolo —0,3 V.

S ohľadom na biologickú aktivitu, uvedenú v citovanej literatúre, preskúšali sme pri celom homologickom rade účinnosť na mikroorganizmy *Kloeckera brevis* a *Streptococcus aureus* valčekovou metódou. Zistili sme, že nižšie deriváty, až po diizopropylxantogéndisulfid, vyvolávajú nepatrnú inhibíciu množenia testovacích mikroorganizmov, zatiaľ čo vyššie členy homologického radu nevykázali inhibičný účinok.

### Súhrn

V práci sa opisuje príprava trinástich členov homologického radu dialkylxantogéndisulfidov. Overili a doplnili sa ich fyzikálno-chemické konštanty, pričom sa zistila uspokojivá zhoda s teoretickými hodnotami. Ďalej sa zistilo, že na všetky členy sa dá aplikovať polarografické stanovenie. Zároveň sa skúšala aj ich účinnosť na mikroorganizmy *Kloeckera brevis* a *Streptococcus aureus*.

## ПРИГОТОВЛЕНИЕ НЕКОТОРЫХ ДИАЛКИЛXАНТОГЕН-ДИСУЛЬФИДОВ

Ш. КАМЕНАР, В. ВАЦЛАВЕК, Ю. ГАШПЕРИК

Кафедра органической технологии Словацкой высшей технической школы в Братиславе

Исследовательский институт синтетического каучука в Готтвальдове

### Выводы

В работе описывается приготовление тринадцати членов гомологического ряда диалкилxантогендисульфидов. Были оверены и дополнены их физико-химические константы, причем было обнаружено удовлетворяющее сходство с теоретическими значениями. Далее было обнаружено, что для всех членов можно применить полярографическое определение. Одновременно было исследовано их действие на микроорганизмы *Kloeckera brevis* и *Streptococcus aureus*.

Поступило в редакцию 26. 9. 1958 г.

## HERSTELLUNG EINIGER DIAALKYLXANTHOGENDISULFIDE

Š. KAMENÁR, V. VÁCLAVEK, J. GAŠPERÍK

Lehrstuhl für organische Technologie an der Slowakischen Technischen Hochschule in Bratislava

Forschungsinstitut für synthetischen Kautschuk in Gottwaldov

### Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurde die Herstellung von dreizehn Gliedern der homologen Reihe der Dialkylxanthogendisulfide beschrieben. Es wurden deren physikalisch-chemische Konstanten nachgeprüft und ergänzt, wobei eine befriedigende Übereinstimmung mit den theoretischen Werten gefunden wurde. Weiter wurde festgestellt, dass sich bei allen diesen Gliedern die polarographische Bestimmung applizieren lässt. Zugleich wurde auch die Wirksamkeit dieser Stoffe auf die Mikroorganismen *Kloeckera brevis* und *Streptococcus aureus* geprüft.

In die Redaktion eingelangt den 26. 9. 1958

## LITERATÚRA

1. Žuravlev S. V., *Ž. prikl. chim.* 21, 300—305 (1948). — 2. Cambron A., Whitby G. S., *Can. J. Research* 2, 144—152 (1930). — 3. Felumb R., Heilesen B., *Acta Dermato-Venerol.* 32, Suppl. 29, 95—107 (1952). — 4. Moeller A., USP 2 163 956 (27. 6. 1939). — 5. Ragg, *Chem. Ztg.* 34, 83 (1910). — 6. Desains, *Ann. chim. phys.* (3) 20, 498 (1847). — 7. Debus, *Liebigs Ann.* 82, 261 (1852). — 8. Boehringer & Söhne, DRP 431 752. — 9. Bulmer G., Mann F. G., *J. Chem. Soc.* 1945, 674—677. — 10. Jensen R. K., Mikkelsen V. H., *Arch. Pharm. Chem.* 48, 665—672 (1941).
11. Moeller A., DRP 678 732 (24. 7. 1939). — 12. Hirschkind W., USP 1 606 573 (9. 11. 1927). — 13. Škrabal B., *Chem. průmysl* 8, 46 (1958). — 14. May D. R., Kolt-hoff I. M., *J. Polymer Sci.* 4, 735—743 (1949). — 15. Snyder H. R., Stewart J. M., *J. Am. Chem. Soc.* 68, 1422—1428 (1946). — 16. Orth P., *Kautschuk u. Gummi* 8, WT 9—12, 40—44, 69—75 (1955). — 17. Graulich W., Becker W., *Makromol. Chem.* 3, 53—77 (1948). — 18. Fordham J. W. L., O'Neill A. N., Williams H. L., *Can. J. Research* 27 F, 119—142 (1949). — 19. Johnson P. H., Bebb R. L., *J. Polymer Sci.* 3, 389—399 (1948). — 20. Beaver D. J., USP 2 453 689 (16. 11. 1948).
21. Throdahl M. C., USP 2 462 572 (22. 2. 1949). — 22. Beaver D. J., Throdahl M. C., *Rubber Chem. Technol.* 17, 896 (1944). — 23. Brunner H. E., USP 2 615 802 (28. 10. 1952). — 24. Davies W. H., Sexton W. A., *Biochem. J.* 40, 331—334 (1946). — 25. Chatin M. G., *Veterinarija* 27, 182, 38—40 (1950). — 26. Busvine J. R., *Ann. Appl. Biol.* 33, 271—279 (1946). — 27. Žuravlev S. V., *Z. Microbiol. Epidemiol. Im-muniatsforsch. USSR* No 3, 62—63 (1944). — 28. Evanžin R., *Závěrečná zpráva VÚSK*, č. 546, 36—41. — 29. Johansson A., *Arkiv Kemi, Mineral. Geol. B* 12, No 2, 17 pp (1946).

Došlo do redakcie 26. 9. 1958

*Adresa autorov:*

*Inž. Štefan Kamenár, prof. dr. Juraj Gašperík, Bratislava, Kollárovo nám. 2, Chemický pavilón.*

*Inž. Vladimír Václavěk, Výskumný ústav syntetického kaučuku, Gottwaldov.*