

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Nr 31718

Kl. 12 q, 6/03
MKP 607c 143/80

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt n. M.

Sposób oczyszczania *p*-aminobenzenosulfoamidu

Zgłoszono 21 marca 1939

Udzielono 20 kwietnia 1943

Pierwszeństwo: 25 marca 1938 (Niemcy)

Przy wytwarzaniu *p*-aminobenzenosulfoamidu występują toksyczne zanieczyszczenia, jak się okazało głównie 4,4'-dwuaminodwufenylosulfon. Tworzą się one podczas działania kwasu chlorosulfonowego na acyloanilidy, przy czym obok produktu głównego *p*-acyloaminobenzenosulfochloroku wytwarza się również produkt uboczny 4,4'-dwuacylodwuaminodwufenylosulfon, który podczas następującej reakcji z amoniakiem nie ulega zmianie, a podczas następującego później zmydlenia zostaje przemieniony w 4,4'-dwuaminodwufenylosulfon.

Obecnie wykryto, że można otrzymywać *p*-aminobenzenosulfoamid zupełnie wolny od sulfonów, jeżeli wykonać rozdzie-

lanie związków acyloaminowych. Rozpuszczalność w wodzie związków acylowych 4,4'-dwuaminodwufenylosulfonu jest jeszcze mniejsza, niż rozpuszczalność wolnego 4,4'-dwuaminodwufenylosulfonu, gdy natomiast sole *p*-acyloaminobenzenosulfoamidów rozpuszczają się w wodzie podobnie dobrze, jak sole wolnego *p*-aminobenzenosulfoamidu. Jednocześnie otrzymuje się w ten sposób 4,4'-dwuacylodwuaminodwufenylosulfony, które w przeciwieństwie do wolnego 4,4'-dwuaminodwufenylosulfonu są środkiem leczniczym chętnie stosowanym. A zatem postępuje się w ten sposób, że surowy związek *p*-acyloaminobenzenosulfoamidowy rozpuszcza się w temperaturze zwykłej w środkach

zasadowych tworzących ze związkiem *p*-acyloaminobenzenosulfoamidowym sole rozpuszczalne w wodzie, odsącza od nierozpuszczonego związku 4,4'-dwuacylodwuaminodwufenylosulfonowego, a następnie związek *p*-acyloaminobenzenosulfoamidowy wydziela się przez zmniejszenie stopnia zasadowości, zobojętnienie albo zakwaszenie i następnie zmydla. Jest korzystną rzeczą połączenie przekrystalizowania związku *p*-acyloaminobenzenosulfoamidowego ze zmydleniem i otrzymywanie czystego *p*-aminobenzenosulfoamidu w ten sposób, że zasadowy roztwór *p*-acyloaminobenzenosulfoamidu, uwolniony przez przesączanie od 4,4'-dwuacylodwuaminodwufenylosulfonu, ewentualnie po dalszym dodaniu zasad, ogrzewa się w celu zmydlenia i z mieszaniny reakcyjnej wydziela wolny *p*-aminobenzenosulfoamid przez złagodzenie zasadowości.

Przykład I. 214 g surowego *p*-acetyloaminobenzenosulfoamidu miesza się w ciągu 30 minut w temperaturze 25° C ze 110 cm³ 10 n roztworu wodorotlenku sodowego i 750 części wody z węglem zwierzęcym i odsącza roztwór. Z przesączu wydziela się czysty *p*-acetyloaminobenzenosulfoamid przez dodanie chlorku amonu, albo przez zakwaszenie kwasem octowym albo solnym i zmydla się go w środowisku kwaśnym lub zasadowym. Osad, zawierający węgiel zwierzęcy i około 1% materiału wyjściowego jako 4,4'-dwuacetylodwuaminodwufenylosulfon, można po wymyciu nadmiaru zasad wysuszyć, a następnie ekstrahować około 12 częściami wrzącego glikolu etylenowego (licząc w stosunku do ilości sulfonu). Z przesączonego roztworu w glikolu etylenowym krystalizuje się czysty 4,4'-dwuacetylodwuaminodwufenylosulfon.

Przykład II. Do roztworu *p*-acetyloaminobenzenosulfoamidu oczyszczonego według przykładu I i przesączonego dodaje się 85 g stałego wodorotlenku sodowego (obliczonego jako 100%-owy) i mieszaninę gotuje w ciągu godziny. Po ostygnięciu wydziela się z roztworu powstały *p*-aminobenzenosulfoamid w postaci czystej przez dodanie chlorku amonowego albo przez zobojętnienie.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób oczyszczania *p*-aminobenzenosulfoamidu, otrzymywanego z *p*-acyloaminobenzenosulfoamidu, wytworzonego przez działanie kwasu chlorosulfonowego na acyloanilidy i traktowanie produktu reakcji amoniakiem, znamieny tym, że otrzymany produkt reakcji rozpuszcza się w środkach zasadowych, tworzących ze związkiem *p*-acyloaminobenzenosulfoamidowym sole rozpuszczalne w wodzie, oddziela przez odsączenie nierozpuszczone dwuacyloaminodwufenylosulfony i z roztworu wydziela bądź to związek *p*-acyloaminobenzenosulfonowy przez zmniejszenie stopnia zasadowości, zobojętnienie lub zakwaszenie, a następnie zmydla, bądź zawarty w zasadowym roztworze *p*-acyloaminobenzenosulfoamid, ewentualnie po dalszym dodaniu zasad, zmydla się przez ogrzewanie roztworu i z mieszaniny reakcyjnej wydziela *p*-aminobenzenosulfoamid przez zmniejszenie stopnia zasadowości, zobojętnienie albo zakwaszenie.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft
Zastępca: M. Skrzypkowski
rzecznik patentowy