

URZĄD PATENTOWY



# RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

## OPIS PATENTOWY

Nr 15124.

Kl. 12 q 1.

Przemysł Chemiczny „Boruta” Spółka Akcyjna\*)  
(Zgierz, Polska).

### Sposób otrzymywania jednobenzoilo-p-fenylenodwuaminy i jej pochodnych.

Zgłoszono 31 stycznia 1931 r.  
Udzielono 25 listopada 1931 r.

Jak wiadomo, jedyny znany w literaturze sposób otrzymywania związków, zawierających układ jednobenzoilo-p-fenylenodwuaminy, polegający na nitrowaniu benzoilowej pochodnej monoaminy i redukcji otrzymanego tą drogą *p*-nitrozwiązku, wykazuje szereg stron ujemnych. Na przykład, nitrując benzoilo-anilinę (A. Hübner A. 208, 242, 295) otrzymuje się wszystkie trzy izomeryczne nitrozwiązki: orto, meta i para, które należy dopiero rozdzielać zapomocą krystalizacji z odczynników organicznych. Następnie redukcja *p*-nitro-benzoiloaniliny lub jej pochodnych następuje z trudnością, związane z koniecznością unikania wyższej temperatury w środowisku kwaśnym, gdyż wtedy,

jak wiadomo, zachodzi hydroliza grupy benzoiloaminowej; pozbawienie natomiast redukcja zapomocą cyny jest zbyt kosztowna, aby mogła znaleźć zastosowanie w technice. Można jeszcze wprowadzić benzoilować *p*-nitro-aminę oraz redukować produkt benzoilowania, jednak, pomijając wspomniane trudności redukcji, nie jest to dogodne jeszcze i z tego względu, iż związki, zawierające w rdzeniu benzoilowym grupę nitrową w pozycji para do grupy aminowej, ulegają bardzo trudno benzoilowaniu.

Sposób według wynalazku usuwa wspomniane niedogodności i polega na tem, że związek, zawierający jedną grupę aminową, jak na przykład anilina, o-toluidyna, *p*-dwumetoksy-anilina, chloro-anizydyna i

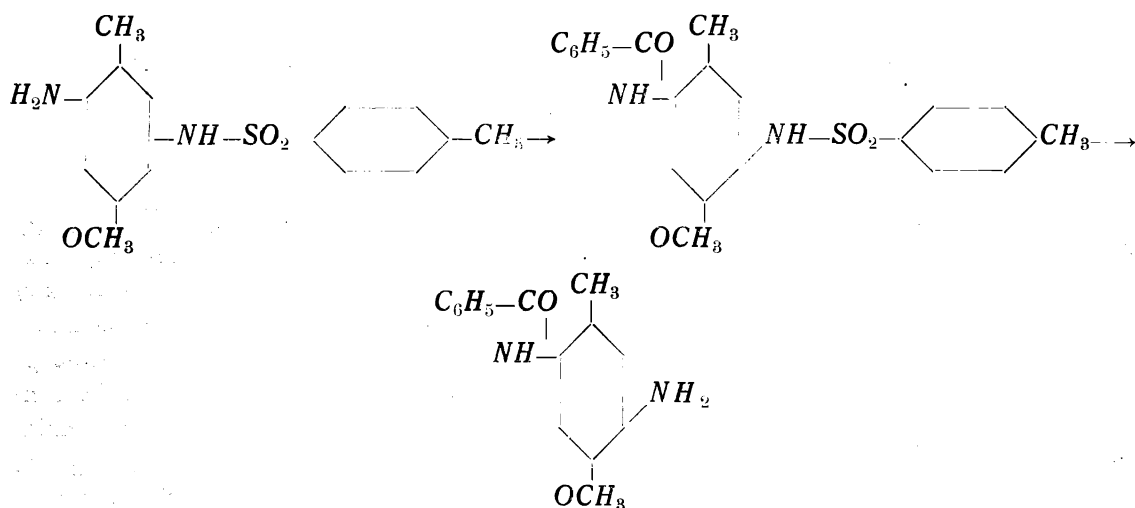
\*) Właścicielka patentu oświadczyła, że wynalazcami są: Mieczysław Królikowski w Zgierzu i Tadeusz Stolykwo w Zgierzu.

tak dalej, kondensuje się z arylo-sulfochlorowcem, otrzymany arylo-sulfo-arylid o wzorze  $R.NH.SO_2R'$  nitruje się, przyczem grupa nitrowa wstępuje w położenie para w stosunku do grupy aminowej, związanej z resztą kwasu arylo-sulfonowego (B. 35, 1440) i wreszcie powstały nitrozwiazek podaje się redukcji (patent niemiecki Nr 157859). Otrzymany zwiazek, będący pochodną *p*-fenylenodwuaminy poddaje się benzoilowaniu, na przykład, działaniem chlorku benzoilu, który wiąże wolną aminę, nie atakując grupy aminowej, połączonej z resztą arylo-sulfokwasu i wreszcie z utworzonego w ten sposób arylo-sulfo-arylidu pochodnej *p*-benzoilo-amino-aniliny otrzymuje się, przez działanie nań stężonym kwasem siarkowym, zwiazek, zawierający układ jednobenzoilo-*p*-fenylenodwuaminy. Stężony kwas siarkowy, jak wiadomo, hydrolizuje arylo-sulfo-arylidy,

pochodne amin aromatycznych, na wolne aminy oraz na kwas arylo-sulfonowy, zaś grupa benzoilo-aminowa, jak stwierdzono, pozostaje w tych warunkach nienaruszona.

Przykład. 306 g 2-metoksy-4-amino-5-metylo-(*p*-toluolosulfo)-anilidu rozpuszcza się w równoważnej ilości rozcieńczonego ługu sodowego (40 g  $NaOH + 1000\text{ cm}^3 H_2O$ ), poczem, dodawszy 53 g sody kalcynowanej, wytrząsa się otrzymany roztwór z 240 g chlorku benzoilu. Produkt benzoilowania po odcaczeniu, przemyciu i wysuszeniu hydrolizuje się przez rozpuszczenie w temperaturze pokojowej w 1000 g stężonego kwasu siarkowego 66° B $\acute{e}$  i mieszanie w tej samej temperaturze w ciągu 24 godzin. Po wylaniu na wodę z lodem wydziela się 3-metoksy-4-amino-6-metylobenzoilo-anilid.

Przebieg reakcji odbywa się według następującego schematu:



#### Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania jednobenzoilo-*p*-fenylenodwuaminy i jej pochodnych, zawierających w rdzeniu benzolowym *p*-fenylenodwuaminy, jedną lub dwie grupy alkylowe, oksyalkylowe lub chlorowcowe, znamienny tem, że zwiazki pochodne *p*-fenylenodwuaminy, posiadające jedną wolną grupę aminową, drugą zaś związaną w

postaci sulfoarylidu z resztą kwasu arylo-sulfonowego, benzoiluje się, a otrzymany produkt benzoilowania poddaje się hydrolizie zapomocą stężonego kwasu siarkowego.

Przemysł Chemiczny „Boruta”  
Spółka Akcyjna.  
Zastępca: Inż. J. Wyganowski,  
rzecznik patentowy.