

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWAURZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

66661

Patent dodatkowy
do patentu 57 319

Zgłoszono: 22.IX.1969 (P 135 937)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 31.I.1973

Kl. 12p,4/05

MKP C07d 93/14

UKD

Współtwórcy wynalazku: Mikołaj Rohowski, Antoni Walczak, Ryszard
KaflowskiWłaściciel patentu: Jeleniogórskie Zakłady Farmaceutyczne „Polfa”
Przedsiębiorstwo Państwowe, Jelenia Góra (Polska)

Sposób wytwarzania 3-metylmerkaptofenotiazyny

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania 3-metylmerkaptofenotiazyny, według patentu nr 57 319.

Według patentu nr 57 319 N-(m-metylmerkaptofenilo)-anilinę stapia się z siarką w obecności jodu i pozostałości po oddzieleniu 3-metylmerkaptofenotiazyny z masy poreakcyjnej z poprzedniego stapiania zawierającej niezmienioną N-(m-metylmerkaptofenilo)-anilinę i 3-metylmerkaptofenotiazynę w ilości 30—60% w stosunku do ogólnej ilości N-(m-metylmerkaptofenilo)-aniliny użytej do poprzedniej reakcji przy czym 30% jest po pierwszym stopieniu w cyklu, a 60% po trzecim i następnych stapianach.

Metodą tą uzyskuje się wydajność 80% teorii w przeliczeniu na użytą N-(m-metylmerkaptofenilo)-anilinę.

Stwierdzono, że prowadzenie tej reakcji przez wkraplanie do masy reakcyjnej stopionej siarki elementarnej, a po ustaniu wydzielania się siarkowodoru, ogrzewanie przy ciągłym strumieniu azotu lub innego gazu obojętnego, zmniejsza możliwość powstawania produktów ubocznych i hamuje proces utleniania powstałej 3-metylmerkaptofenotiazyny podatnej szczególnie w wyższej temperaturze na działanie środków utleniających.

Znane jest zastosowanie fenotiazyn jako przeciwutleniaczy np. w olejach polietylenowych, silikonowych, co świadczy o tym, że fenotiazyny są bardzo podatne na utlenianie (Lit.: Murphy, Reiner, Smith,

2

Anl. Chemie 42, 2479, 1950, Smith Org. Chemie 15, 1125, 1950 i inne).

Zastosowanie sposobu prowadzenia procesu według wynalazku, przez zmniejszenie ilości krystalizacji, zwiększa wydajność procesu i jednocześnie wpływa na jego przyspieszenie.

Według wynalazku do ogrzanej mieszaniny złożonej z N-(m-metylmerkaptofenilo)-aniliny, pozostałości po poprzednim stapianiu i jodu wkrapla się stopioną siarkę elementarną i z chwilą gdy przestanie się wydzielać siarkowódor przepuszcza się przez nią strumień azotu lub inny gaz obojętny, aż do zakończenia reakcji.

Sposobem według wynalazku osiąga się wydajność 3-metylmerkaptofenotiazyny wynoszącą co najmniej 90% wydajności teoretycznej w przeliczeniu na użytą N-(m-metylmerkaptofenilo)-anilinę.

Przykład. Do 20 kg stopionej N-(m-metylmerkaptofenilo)-aniliny oraz 20 kg pozostałości po zateżeniu ługów z poprzedniej szarży stapiania dodaje się 0,230 kg jodu po czym wkrapla się w ciągu godziny 5,9 kg stopionej siarki elementarnej utrzymując temperaturę powyżej 145°C. Po ustaniu wydzielania się siarkowodoru przepuszcza się przez masę reakcyjną strumień azotu ogrzewając ją przez 2—3 godziny. Po ochłodzeniu zawartości reaktora wysypuje się 1,5 kg węgla aktywowanego, wlewa 50 litrów chlorobenzenu, ogrzewa i sączy. Przesączony roztwór poddaje się krystalizacji przez ochłodzenie go solanką, wykrystalizowany osad 3-mety-

lomerkaptofenotiazyny sączy się, przemywa 30—50 litrami metanolu i suszy.

Uzyskuje się 18 kg produktu o temperaturze topnienia 138—140°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania 3-metylomerkaptofenotiazyny przez stapianie N-(m-metylomerkaptofenylo)-

-aniliny z siarką wobec jodu w obecności pozostałości po wydzieleniu 3-metylomerkaptofenotiazyny z masy poreakcyjnej z poprzedniego stapiania według patentu nr 57 319, **znamienny tym**, że do ogrzanej mieszaniny składającej się z N-(m-metylomerkaptofenylo)-aniliny, jodu i pozostałości z poprzedniego stapiania dozuje się lub wkrapla elementarną siarkę, a po ustaniu wydzielania się siarkowodoru reakcję prowadzi się w strumieniu azotu względnie innego gazu obojętnego.