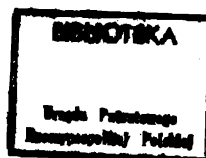


Warszawa, 17 sierpnia 1938 r.

URZĄD PATENTOWY



# RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

## OPIS PATENTOWY

Nr 26608.

Kl. 12 q, 6/03.

Farmaceutyczne Zakłady Przemysłowe Aleksander Wieniewicz  
(Warszawa, Polska).

MKP 67c 143/78

MS

### Sposób wytwarzania N-podstawionych oraz N,N-podstawionych amidów aromatycznych kwasów sulfonowych.

Zgłoszono 1 kwietnia 1936 r.

Udzielono 7 maja 1938 r.

W celu otrzymania amidu kwasu arylosulfonowego według znanych sposobów poddaje się kwasy te działaniu  $PCl_5$ ,  $POCl_3$ ,  $PCl_3$ ,  $SOCl_2$ , chloru lub bromu w obecności przenośnika, po uprzednim zabezpieczeniu grup, związanych z węglami pierścienia aromatycznego, a mogących ulec zniszczeniu podczas reakcji z wyżej wymienionymi środkami chlorującymi lub bromem.

Otrzymuje się w ten sposób chlorki lub bromki sulfokwasowe ( $Ar \cdot SO_2Cl$ ), które z amoniakiem lub aminami pierwszo- lub drugorzędowymi dają amidy kwasowe w obecności zasad nieorganicznych, jako pochłaniaczy chlorowodoru.

Przedmiotem wynalazku niniejszego jest sposób wytwarzania *N* - podstawionych oraz *N,N* - podstawionych amidów aromatycznych kwasów sulfonowych, za pomocą którego unika się uciążliwego wytwarzania chlorku sulfokwasowego w celu wytworzenia amidu sulfokwasowego, a mianowicie: kwasy arylosulfonowe, bez zabezpieczenia jakichkolwiek grup, związanych z pierścieniem aromatycznym, miesza się z mocznikiem lub jego pochodnymi, których wodory przy azotach mocznika zostały podstawione alkylami, aryłami, oksyalkylami i podobnymi grupami, i poddaje się działaniu ciepła. Czas ogrzewania i temperatura wahają się w odniesieniu do

poszczególnych związków poddawanych reakcji od  $\frac{1}{2}$  do 5 godzin i od 100 do 200°C.

Przykład I. Otrzymywanie *p* - amino - fenyleno - sulfamidu. 20 g kwasu sulfanilowego ogrzewa się w ciągu 2 godzin w temperaturze 140 — 160°C z 25 g mocznika. Następnie masę tę rozpuszcza się w wodzie, wyciąga eterem powstały sulfamid, po czym eter odpędza się. Sucha pozostałość jest surowym amidem kwasu sulfanilowego (*p* - amino - fenyleno - sulfamidem) o punkcie topnienia 164°C.

Przykład II. Otrzymywanie *N* - metylo - sulfamidu kwasu  $\alpha$  - naftalenosulfonowego. 20 g kwasu  $\alpha$  - naftalenosulfonowego ogrzewa się z 30 g *N,N* - dwumetylo - mocznika w temperaturze 120 — 130°C w ciągu 3 godzin. Następnie masę reakcyjną rozpuszcza się w wodzie i wyciąga sulfamid eterem lub innym rozpuszczalnikiem. Po odpędzeniu rozpuszczalnika otrzymuje się  $\alpha$  - naftaleno - *N* - metylosulfamid o punkcie topnienia 248°C z rozkładem.

Przykład III. Otrzymywanie 1 - naftolo - 4 - *N* - metylo - *N* - fenilosulfamidu. 20 g kwasu 1,4 - naftolosulfonowego ogrzewa się z 50 g *N,N* - dwumetylo - *N,N* - dwufenylo - mocznika w temperaturze 150°C w ciągu około 4 godzin. Dalsza prze-

róbka jak wyżej. Otrzymuje się 1 - naftolo - 4 - *N* - metylo - *N* - fenilosulfamid, który zwęгла się w temperaturze około 250°C.

Przykład IV. Otrzymywanie 1 - amino - fenyleno - 4 - *N* - alylo - sulfamidu. 25 g kwasu sulfanilowego ogrzewa się w ciągu 3 godzin w temperaturze 110 — 120°C z *N,N'* - dwualylo - mocznikiem. Powstałą masę reakcyjną rozpuszcza się w wodzie, wyciąga eterem oraz przeprowadza dalszą przeróbkę jak wyżej. Otrzymuje się 1 - amino - fenyleno - 4 - *N* - alylo - sulfamid, który zwęгла się w temperaturze około 250°C.

#### Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania *N* - podstawionych oraz *N,N* - podstawionych amidów aromatycznych kwasów sulfonowych, znamieny tym, że aromatyczny kwas sulfonowy miesza się z mocznikiem albo jego *N* - podstawionymi lub *N,N* - podstawionymi pochodnymi i poddaje ogrzewaniu.

Farmaceutyczne  
Zakłady Przemysłowe  
Aleksander Wieniewicz.