

# URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Nr 31196

Kl. 12 q, 22/01

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

MPK 607c

147/12

## Sposób wytwarzania o- i p-aminoarylosulfonów

Patent dodatkowy do patentu nr 29319

Zgłoszono 6 października 1938

Udzielono 19 listopada 1942

Pierwszeństwo: 22 października 1937 (Niemcy)

Najdłuższy czas trwania patentu do 10 października 1955

W patencie nr 29319 opisano sposób wytwarzania o- i p-aminoarylosulfonów, według którego chlorowcoarylo-sulfony o wzorze:

o- względnie p-chlorowco-arylo-SO<sub>2</sub>-R, w którym literą R oznaczono resztę alkylo- wą, aralkylo- wą lub arylo- wą, przy czym chlorowcoarylosulfony mogą zawierać jeszcze dalsze atomy chlorowcowe i inne podstawniki nie ujemne, ogrzewa się z amoniakiem względnie ze środkami odszczepiającymi amoniak.

Stwierdzono, że w chlorowcoarylosulfonach rodzaju opisanego w patencie nr 29319 można atom chlorowca zastąpić nie tylko grupą aminową, lecz również resztą takiej

aminy organicznej, która zawiera jeszcze co najmniej jeden atom wodoru przy azocie. Jako takie aminy można dla przykładu wymienić pierwszorzędowe i drugorzędowe alkylo- względnie oksyalkyloaminy, aryloaminy, aralkyloaminy, cyklo-alkyloaminy i aminy heterocykliczne. W ten sposób otrzymuje się odpowiednie aminoarylosulfony z podstawioną grupą aminową, które podobnie jak i związki, wytwarzane według patentu nr 29319, stanowią cenne produkty pośrednie do otrzymywania barwników i środków leczniczych.

Przykład I. 10 części 4-chlorofenylo-metylosulfonu ogrzewa się z 80 częściami 25%-owego wodnego roztworu metyloami-

ny w autoklawie w ciągu około 20 godzin w temperaturze 195—200°C. Po ochłodzeniu odsącza się utworzony produkt przemiany, przemywa go wodą i suszy. 4-metyloaminofenylometylosulfon otrzymany w ten sposób, nie był dotychczas opisany w literaturze. Z alkoholu etylowego krystalizuje on w postaci bezbarwnych igiełek o punkcie topnienia 128—129°C.

W odpowiedni sposób z 3, 4-dwuchlorofenylometylosulfonu otrzymuje się przez przemianę za pomocą metyloaminy nie opisany dotychczas 3-chloro-4-metyloaminofenylometylosulfon o punkcie topnienia 130°C, a za pomocą ekstyetyloaminy-3-chloro-4-okstyetyloaminofenylometylosulfon.

Przykład II. 10 części 4-chlorofenylometylosulfonu ogrzewa się z 70 częściami 25%-owego wodnego roztworu dwumetyloaminy w autoklawie w ciągu około 20 godzin do temperatury około 200°C. Po ochłodzeniu odsącza się produkt reakcji, przemywa wodą i suszy. W ten sposób otrzymuje się z bardzo dobrą wydajnością 4-dwumetyloaminofenylometylosulfon, który krystalizuje z alkoholu w postaci bezbarwnych blaszek o punkcie topnienia 167—168°C.

Przykład III. 10 części 2, 5-dwuchlorofenylometylosulfonu ogrzewa się z 20 częściami aniliny i 60 częściami wody z dodatkiem śladów miedzi w autoklawie w ciągu około 12 godzin do temperatury około 240°C. Po ochłodzeniu mieszaninę reakcyjną doprowadza się do odczynu zasadowego i nadmiar aniliny oddestylowuje się z parą wodną. Z pozostałości otrzymuje się po przekrystalizowaniu z alkoholu etylowego 2-fenylamino-5-chlorofenylometylosulfon o punkcie topnienia 109—110°C.

W odpowiedni sposób z 2, 5-dwuchlorofenylometylosulfonu i 1-metylo-4-aminobenzenu otrzymuje się 2-(4'-metylofenylamino)-5-chlorofenylometylosulfon, a z 2, 5-dwuchlorofenylometylosulfonu i 2-nafty-

loaminy otrzymuje się 2-(2'-naftyloamino)-5-chlorofenylometylosulfon.

Przykład IV. 4 części 4-chlorofenylometylosulfonu ogrzewa się w autoklawie z 70 częściami cykloheksyloaminy w ciągu około 20 godzin w temperaturze około 200°C. 4-cykloheksyloaminofenylometylosulfon, utworzony w ten sposób, topi się po przekrystalizowaniu z alkoholu w temperaturze 147—148°C.

Jeżeli zamiast cykloheksyloaminy zastosuje się benzyloaminę, wówczas otrzymuje się w analogiczny sposób 4-benzyloaminofenylometylosulfon o punkcie topnienia 169—170°C (po przekrystalizowaniu z alkoholu).

Przykład V. 10 części 4-chlorofenylometylosulfonu ogrzewa się w autoklawie z 40 częściami piperydyny i 40 częściami wody w ciągu około 20 godzin w temperaturze około 210°C. Produkt reakcji, wydzielony w postaci bezbarwnych krystalicznych igiełek, odsysa się, przemywa wodą i suszy. W ten sposób otrzymuje się 4-piperydynofenylometylosulfon, który po przekrystalizowaniu z alkoholu posiada punkt topnienia 116—117°C.

Przykład VI. 100 części 4, 4'-dwuchlorodwufenylosulfonu ogrzewa się w autoklawie z 600 częściami 25%-owego wodnego roztworu metyloaminy w ciągu około 20 godzin w temperaturze około 200°C. Po ochłodzeniu produkt reakcji odsysa się, przemywa i suszy. W ten sposób otrzymuje się z bardzo dobrą wydajnością nie opisany jeszcze dotychczas 4, 4'-dwi-(metyloamino)-dwufenylosulfon, który krystalizuje z ortodwuchlorobenzenu w postaci bezbarwnych blaszek o punkcie topnienia 179—180°C.

W odpowiedni sposób przez ogrzewanie wymienionego sulfonu z roztworem dwumetyloaminy otrzymuje się 4, 4'-czterometylodwuaminodwufenylosulfon, który krystalizuje z ortodwuchlorobenzenu w postaci

bezbarnych blaszek o punkcie topnienia 259—260°C.

#### Z a s t r z e ż e n i e   p a t e n t o w e .

Sposób wytwarzania o- i p-aminoarylosulfonów według patentu nr 29319, znamieny tym, że chlorowcoarylosulfony, wymienione w powyższym patencie, zamiast

z amoniakiem, ogrzewa się w autoklawie z pierwszorzędowymi lub drugorzędowymi aminami alifatycznymi, cykloalifatycznymi, aromatycznymi lub heterocyklicznymi.

I. G. F a r b e n i n d u s t r i e  
A k t i e n g e s e l l s c h a f t

Zastępca: inż. J. Wyganowski

rzecznik patentowy