

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Nr 29319.

Kl. 12 q, 22/01.

MKP 607c 147/12

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

Sposób wytwarzania *o*- i *p*-aminoarylosulfonów.

Zgłoszono 27 listopada 1937 r.

Udzielono 10 października 1940 r.

Pierwszeństwo: 28 listopada 1936 r. (Niemcy).

Stwierdzono, że *o*- i *p*-aminoarylosulfony otrzymuje się z doskonałą wydajnością za pomocą dobrze przebiegającej reakcji, jeśli chlorowcoarylosulfony o wzorze:

o- względnie *p*-chlorowcoarylo- SO_2 -*R*,

w którym litera *R* oznacza resztę alkylową, aralkylową lub arylową i w którym mogą być obecne inne jeszcze nie ujemne podstawniki, zwłaszcza inne jeszcze atomy chlorowcowe, będzie poddawało się ogrzewaniu z amoniakiem względnie z substancjami odszczepiającymi amoniak. Aminosulfony, otrzymywane w ten sposób, służą jako produkty pośrednie do wytwa-

rzania barwników, zwłaszcza barwników azowych, i środków leczniczych.

W patencie szwajcarskim nr 178 224 opisano sposób wytwarzania 2-amino-5-nitrofenyloetylosulfonu przez działanie amoniakiem na odpowiedni związek, zawierający chlor w położeniu 2. W tym jednak przypadku reakcja wymiany nie jest specjalnie godna uwagi, gdyż ruchliwość atomu chlorowca jest, jak wiadomo, wywołana obecnością grupy nitrowej w położeniu para, co wynika ze znanego od dawna sposobu otrzymywania *p*-nitroaniliny z *p*-nitrochlorobenzenu.

Jest rzeczą zupełnie niespodziewaną,

że w przypadku omawianych chlorowco-sulfonów, nie zawierających grupy nitrowej powodującej wspomnianą ruchliwość chlorowca, wymiana chlorowca na grupę aminową przebiega zupełnie dobrze.

Jeśli jako produkt wyjściowy będzie się stosowało chlorowcosulfony, zawierające kilka atomów chlorowca, wówczas wymianie z amoniakiem ulega jedynie atom chlorowca, znajdujący się w położeniu orto lub para względem grupy sulfonowej, podczas gdy atomy chlorowca w położeniu meta pozostają całkowicie nienaruszone. W ten sposób za pomocą, praktycznie biorąc, specjalnej reakcji otrzymuje się z doskonałą wydajnością chlorowcoaminosulfony, co stanowi zupełnie nieoczekiwany postęp techniczny.

Ponieważ chlorowcosulfony powyżej wymienionego rodzaju można łatwo otrzymywać z chlorowcobenzenosulfochlorków przez przeprowadzanie ich w sól kwasu sulfinowego i przemianę tej soli za pomocą środka alkylującego, aralkylującego lub aryloującego, więc stanowią one łatwo dostępne produkty wyjściowe do niniejszej reakcji. Sposób niniejszy wzbogaca technikę wytwarzania wspomnianych związków w porównaniu ze znanym dotychczas sposobem otrzymywania aminosulfonów, w którym jako produkt wyjściowy stosuje się nitrochlorowcobenzeny, przemienia je w dwusiarczki, redukuje do merkaptanu, przeprowadza się w tioeter, utlenia do sulfonów i wreszcie redukuje grupę nitrową do grupy aminowej.

Przykład I. 100 części wagowych 3,4-dwuchlorofenyloetylosulfonu ogrzewa się przy jednoczesnym mieszaniu z około 500 częściami wagowymi 20%-owego amoniaku w ciągu 20 godzin do temperatury 195 — 200°C. Po ochłodzeniu odsysa się produkt reakcji, przemywa zimną wodą i suszy. W ten sposób otrzymuje się z 90%-ową wydajnością 3-chloro-4-aminofenyloetylosulfon, który po przekrystalizowa-

niu z alkoholu butylowego posiada punkt topnienia 195 — 196°C.

W taki sam sposób z 4-chlorofenyloetylosulfonu otrzymuje się opisany już w literaturze 4-aminofenyloetylosulfon, którego otrzymywanie było jednak dotychczas kłopotliwe.

Przykład II. 100 części wagowych 3,4-dwuchlorofenyloetylosulfonu ogrzewa się z około 550 częściami wagowymi 17%-owego amoniaku w ciągu 24 godzin do temperatury 195°C. Po tej przeróbce otrzymuje się 3-chloro-4-aminofenyloetylosulfon o punkcie topnienia 123°C (z alkoholu) z wydajnością 87% ilości teoretycznej.

Stosując jako produkt wyjściowy 2,5-dwuchlorofenyloetylosulfon i postępując w odpowiedni sposób otrzymuje się również z bardzo dobrą wydajnością 2-amino-5-chlorofenyloetylosulfon.

Przykład III. 100 części wagowych 3,4-dwuchlorodwufenylosulfonu ogrzewa się z około 800 częściami wagowymi 20%-owego amoniaku w ciągu 20 godzin do temperatury 195°C. Po ochłodzeniu produkt reakcji odsysa się, przemywa, suszy i przekrystalizowuje z alkoholu butylowego. Otrzymuje się 3-chloro-4-aminodwufenylosulfon o punkcie topnienia 197°C z wydajnością 85% ilości teoretycznej.

Przykład IV. 50 części wagowych 3,3', 4,4'-czterochlorodwufenylosulfonu ogrzewa się z około 400 częściami wagowymi 25%-owego amoniaku w ciągu 20 godzin do temperatury 200°C. Po przerobieniu i przekrystalizowaniu z alkoholu butylowego otrzymuje się z wydajnością wynoszącą 88 % ilości teoretycznej 3,3'-dwuchloro-4,4'-dwuaminodwufenylosulfon, który topnieje z rozkładem w temperaturze 180°C.

W taki sam sposób otrzymuje się z 4,4'-dwuchlorodwufenylosulfonu opisany już w literaturze 4,4'-dwuaminodwufenylosulfon.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania *o*- i *p*-aminoarylosulfonów, znamienny tym, że chlorowcoarylosulfony o wzorze:

o- względnie *p*-chlorowco-arylo-SO₂-*R*,
w którym litera *R* oznacza resztę alkiłową, aralkylową lub aryłową i w którym

mogą być obecne inne jeszcze nie ujemne podstawniki, zwłaszcza inne jeszcze atomy chlorowcowe, ogrzewa się z amoniakiem względnie z substancjami odszczepiającymi amoniak.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.