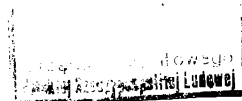


14 listopada 1924 r.

URZĄD PATENTOWY



CO7c 125/06

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

No 425.

Kl. 12 017.

Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co.,
Leverkusen pod Kolonją n/R. (Niemcy).

Sposób otrzymywania estrów karbaminowych, pochodnych ich alkilowanych przy azocie i estrów kwasu węglowego.

Zgłoszono: 1 lipca 1920 r.

Udzielono: 9 sierpnia 1924 r.

Pierwszeństwo: 3 sierpnia 1914 r. (Niemcy)

Stwierdzono, że karbaminjany, ich pochodne alkilowane przy azocie i węglany fenoli alkilowanych raz jeden w pierścieniu za wyjątkiem krezoli, działają robakopędnie. W przeciwieństwie do wolnych fenoli nie drażnią one błon śluzowych i odznaczają się brakiem smaku i zapachu. Ich działanie trujące jest bardzo nieznaczne i nie wywołuje wpływów pobocznych. Tem więc odróżniają się one przede wszystkim od karbaminjanów krezolu i tymolu. W celu ich otrzymania postępuje się w ten sposób, że wolne fenole, lub pochodne, jak np. sole i t. d., w zwykły sposób zamienia się na węglany lub karbaminjany.

Przykład 1.

150 cz. p-butylofenolu o punkcie topliwości 90° (Beilstein, I. II, str. 765, 2. I) roz-

puszcza się w benzolu i do roztworu dodaje się 80 części pirydyny. Potem dolewa się, przy oziębieniu, 200 cz. 25% benzolowego roztworu fosgenu. Po pewnym staniu mieszaninę gotuje się przez wiele godzin na łaźni wodnej. Ochładza się i skłóca roztwór z kwasem o temperaturze lodu, przemywa solą kuchenną i po osuszeniu odparowuje roztwór benzolowy. Krystaliczną pozostałość ponownie rozpuszcza się w alkoholu, z którego krystalizuje się ona w igłach o punkcie topl. 108°. Węglan nie posiada ani smaku ani zapachu. W wodzie jest trudnorozpuszczalny, łatwo rozpuszcza się w eterze, chloroformie i eterze octowym.

Przykład 2.

P-butylofenol rozpuszcza się w takiej ilości wodnego roztworu ługu sodowego,

jaka akurat jest potrzebna do rozpuszczenia go i przepuszcza się przez roztwór fosgenu, aż do zubożenia. Mieszaninę pozostawia się wtedy w spokoju, dopóki wydzielona masa nie stanie się krystaliczną, odsysa i krystalizuje ją z alkoholu, i w ten sposób otrzymuje się, opisany w przykładzie 1, węglan dwu-p-butylo-fenolu.

Przykład 3.

164 cz. p-izoamylfenolu (1 — 3' — m-butylofenol [4]) rozpuszcza się w benzolu i działa na to 121 cz. dwumetyloaniliny. Tę mieszaninę dolewa się powoli do 600 cz. 25% benzolowego roztworu fosgenu. Po dłuższym śniui skłóca się kilkakrotnie roztwór benzolowy z kwasem solnym o temperaturze lodu i dolewa płyn mieszając do roztworu wodnego amonjaku. Roztwór benzolowy przemywa się raz jeszcze roztworem soli kuchennej, suszy i odparowuje. Pozostałość rozpuszcza się w eterze naftowym. Karbaminjan p-izoamylfenolu jest trudno rozpuszczalny w wodzie, łatwo w alkoholu, benzolu i eterze. Punkt topliwości leży przy 73° — 74°.

Przykład 4.

85 cz. p-benzylofenolu i 60 cz. dwumetyloaniliny rozpuszcza się w benzolu. Roztwór dolewa się do 300 cz. 25% roztworu fosgenu w benzolu, po dłuższym staniu, przerabia go się, jak wyżej było opisane, i na otrzymany chlorowęgla działają amonjakiem. Karbaminjan p-benzylofenolu po większej części wypada z roztworu benzolowego i może być zaraz odessany i dla oczyszczenia krystalizuje się z alkoholu. Z wysuszonego benzolu daje się jeszcze osiągnąć reszta. Punkt topl. karbaminjanu leży przy 144°.

Przykład 5.

150 cz. p-butylofenolu rozpuszcza się w benzolu i 121 cz. dwumetyloaniliny, następnie dodaje się pomału do 600 cz. 25% benzolowego roztworu fosgenu i pozostawia w spokoju. Przeróbka i działanie wodnym roztworem odbywa się jak

w przykładzie 3. Z rozcieńczonego alkoholu krystalizuje się ta substancja w blaszkach, z ligroiny w igłach o punkcie topl. 123° do 124°, w alkoholu i benzolu jest łatwo rozpuszczalna, a w wodzie trudno rozpuszczalna.

Odpowiedni karbaminjan z p-izopropylfenolu ma punkt topl. 93° do 95° i jest łatwo rozpuszczalny w benzolu, alkoholu i eterze.

Przykład 6.

150 cz. p-butylofenolu rozpuszcza się w benzolu wraz z 121 cz. dwumetyloaniliny i dodaje pomału do przesyconego roztworu benzolowego fosgenu. Mieszaninę pozostawia się w spokoju, następnie skłóca z kwasem solnym i na otrzymany chlorowęgla działają 20% roztworem dwumetyloaminy, α — karbaminjan p-butylo-N — dwumetylo-fenylu jest łatwo rozpuszczalny w benzolu, eterze i estrze octowym trudno zaś w wodzie. Topi się przy 92°.

Przykład 7.

Do 134 cz. o-allylofenolu dolewa się 121 cz. dwumetyloaniliny i 200 cz. benzolu i działa na tę mieszaninę przesyconym roztworem benzolowym fosgenu. Otrzymany chlorowęgla skłóca się z rozcieńczonym kwasem solnym i rozkłada amonjakiem. Karbaminjan o-allylofenylowy wykrystalizowuje się z 97% alkoholu, z którego wypada on w postaci gwiazdkisto połączonych igieł o punkcie topl. 122° do 123°. W eterze naftowym jest ten karbaminjan trudnorozpuszczalny, a w benzolu łatwiej.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania estrów karbaminowych, ich pochodnych alkilowanych przy azocie i estrów kwasu węglowego, tem znamieny, że raz alkilowane w pierścieniu fenole, za wyjątkiem krezoli, lub ich pochodne przeprowadza się w zwykły sposób w węglany lub w karbaminjany:

Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co.

Zastępca: Cz. Racyński,
rzecznik patentowy.