

Warszawa, 8 września 1934 r.

URZĄD PATENTOWY



A01 n 13/00
BIBLIOTeka

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 20246.

J. R. Geigy A.-G.
(Bazylea, Szwajcaria).

Kl. ~~45-1~~, 3/05.

45 l 13/00

Sposób wytwarzania środków przeciwko molom.

Patent dodatkowy do patentu Nr 20245.

Zgłoszono 17 sierpnia 1933 r.

Udzielono 21 czerwca 1934 r.

Najdłuższy czas trwania patentu do 21 czerwca 1949 r.

W patencie Nr 20245 opisano nowe środki przeciwko molom, a mianowicie produkty kondensacji kwasu izatyno-5-sulfonowego z fenolami względnie ich pochodnymi alkyłowymi lub chlorowcowymi. Obecnie wykryto, że otrzymuje się również dobre środki molobójcze, jeśli izatynę, jej pochodne chlorowcowe albo pochodne, alkylowane lub aralkylowane przy azocie, kondensować, sposobem według patentu głównego, z fenolami, podstawionymi w rdzeniu grupą alkylową o trzech lub większej liczbie atomów węgla, jednym albo dwoma atomami chlorowca albo też obydwoma tego rodzaju podstawnikami. Rozpuszczalność w wodzie osiąga się przytem

przez zesulfonowanie produktów kondensacji albo przez zastosowanie kwasów sulfonowych, jako składników reakcji.

Przykład I. 15 części kwasu *N*-oksyetylo-izatyno-5-sulfonowego i 20 części amylo-o-krezolu rozpuszcza się w 150 częściach 80% -owego kwasu siarkowego i roztwór miesza w ciągu 24 godzin w temperaturze $50^{\circ} \pm 60^{\circ}\text{C}$. Następnie roztwór rozcieńcza się wodą i dopóty destyluje go z parą wodną, aż przestanie przechodzić amylokrezol. Produkt wysala się chlorkiem potasowym, zobojętnia węglanem potasu i oczyszcza przez ponowne rozpuszczenie i strącenie. Wysuszony produkt jest białym proszkiem, rozpuszczalnym w wodzie.

Kwas *N*-oksyetylo-izatyno-5-sulfonowy otrzymuje się działaniem soli sodowej izatyny na chlorohydrynę glikolu i następnie sulfonowanie zapomocą 20%-wego oleum.

Przykład II. 15 części kwasu *N*-oksyetylo-izatyno-5-sulfonowego i 15 części 6-chloro-*m*-krezolu rozpuszcza się w 150 częściach 80%-wego kwasu siarkowego i roztwór miesza w ciągu 24 godzin w temperaturze $50^{\circ} - 60^{\circ}\text{C}$. Otrzymany produkt przerabia się tak, jak w przykładzie I.

Przykład III. 17 części kwasu *N*-benzylo-izatynosulfonowego i 15 części tymolu rozpuszcza się w 50 częściach stężonego kwasu solnego i roztwór zadaje na zimno 14 częściami czterochlorku cynowego, pełniącego rolę środka kondensacyjnego. Mieszaninę ogrzewa się powoli do $100^{\circ} - 110^{\circ}\text{C}$ i utrzymuje ją w tej temperaturze w ciągu 3 godzin. Skoro produkt reakcji ostygnie, przerabia się go tak, jak w przykładzie I. Przy użyciu chlorku cynkowego, jako środka kondensacyjnego, reakcja przebiega w taki sam sposób.

Kwas *N*-benzylo-izatynosulfonowy otrzymuje się przez bezpośrednie sulfonowanie *N*-benzyloizatyny monohydratem kwasu siarkowego, aż do osiągnięcia rozpuszczalności w wodzie.

Przykład IV. 17 części kwasu *N*-benzylo-izatynosulfonowego i 17 części amylofenolu rozpuszcza się w 50 częściach stężonego kwasu solnego i roztwór zadaje na zimno 14 częściami czterochlorku cyny, pełniącego rolę środka kondensacyjnego. Mieszaninę ogrzewa się powoli do $100^{\circ} - 110^{\circ}\text{C}$ i utrzymuje ją w tej temperaturze w ciągu 3 godzin. Po ostygnięciu przerabia się produkt tak, jak w przykładzie I.

Przykład V. 17 części kwasu *N*-benzylo-izatynosulfonowego i 15 części 6-chloro-*m*-krezolu rozpuszcza się w 50 częściach stężonego kwasu solnego i roztwór zadaje na zimno 14 częściami czterochlorku cyny. Mieszaninę ogrzewa się powoli do $100^{\circ} - 110^{\circ}\text{C}$ i utrzymuje ją w tej tempe-

raturze w ciągu 3 godzin. Po ostygnięciu przerabia się produkt tak, jak w przykładzie I.

Przykład VI. 18,5 części kwasu *N*-(*o*-chlorobenzyl)-izatynosulfonowego i 15 części tymolu rozpuszcza się w 50 częściach stężonego kwasu solnego i roztwór zadaje na zimno 14 częściami czterochlorku cyny. Mieszaninę ogrzewa się powoli do $100 - 110^{\circ}\text{C}$, utrzymuje ją w tej temperaturze w ciągu 3 godzin, a następnie po ostygnięciu przerabia tak, jak w przykładzie I.

Przykład VII. 18,5 części kwasu *N*-(*o*-chlorobenzyl)-izatynosulfonowego i 15 części 6-chloro-*m*-krezolu kondensuje się i przerabia tak, jak w przykładzie VI.

Przykład VIII. 14 części kwasu 6-chloro-izatyno-5-sulfonowego i 13 części *p*-chlorofenolu rozpuszcza się w 120 częściach stężonego kwasu siarkowego i roztwór miesza w ciągu 4 godzin w temperaturze $50^{\circ} - 60^{\circ}\text{C}$. Po ostygnięciu produkt przerabia się, jak wyżej.

6-chloroizatynę wytwarza się metodą Sandmeyera z *m*-chloro-aniliny (Helvetica Chimica Acta, 2, str. 234). Przez sulfonowanie jej 20%-owym oleum otrzymuje się kwas 6-chloro-izatyno-5-sulfonowy.

Przykład IX. 10 części 5,7-dwubromoizatyny kondensuje się z 9 częściami *o*-chlorofenolu w 30 częściach stężonego kwasu siarkowego w temperaturze $50^{\circ} - 60^{\circ}$ w ciągu 24 godzin. Po zakończeniu reakcji mieszaninę wylewa się na lód i wytworzony osad odsacza. Produkt kondensacji rozpuszcza się w lodowatym kwasie octowym i ponownie wytrąca.

10 części tak otrzymanego produktu sulfonuje się 50 częściami monohydratu kwasu siarkowego, aż do osiągnięcia rozpuszczalności w wodzie. Ostateczny produkt jest biały i rozpuszczalny w wodzie.

Przykład X. 14,5 części soli sodowej kwasu izatyno-5-sulfonowego i 20 części amylo-*o*-chlorofenolu rozpuszcza się w 150

częściach 80%-wego kwasu siarkowego i roztwór miesza w ciągu 24 godzin w temperaturze $50^{\circ} - 60^{\circ}\text{C}$. Po skończonej reakcji produkt przerabia się tak, jak w przykładzie I.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania środków przeciwko molom według patentu Nr 20245, znamienny tem, że izatynę albo jej pochodne chlorowcowe, pochodne izatyny, alkylowane lub aralkylowane przy azocie, chlorow-

cowe pochodne izatyny, alkylowanej lub aralkylowanej przy azocie, kondensuje się z fenolami, podstawionemi w rdzeniu grupą alkylową o trzech lub większej liczbie atomów węgla, jednym albo dwoma atomami chlorowca, albo też obydwoma tego rodzaju podstawnikami, poczem, ewentualnie, sulfonuje się otrzymany nierozpuszczalny produkt kondensacji.

J. R. Geigy A. - G.
Zastępca: Inż. dypl. M. Zoch,
rzecznik patentowy,