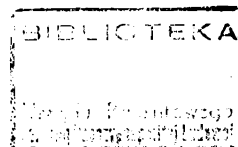


Warszawa, 23 sierpnia 1938 r.

URZĄD PATENTOWY



A61k 27/10



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 26656.

Kl. 30 h, 2.

Chemische Fabrik von Heyden Aktiengesellschaft
(Radebeul-Dresden, Niemcy).

Sposób wytwarzania trwałych roztworów związków zawierających czynny chlorowiec, zwłaszcza dwuchlorowco-amidów kwasów arylosulfonowych.

Zgłoszono 17 stycznia 1935 r.

Udzielono 21 maja 1938 r.

Pierwszeństwo: 19 stycznia 1934 r. dla zastrz. 2, 3; 19 lutego 1934 r. dla zastrz. 1 (Niemcy).

Według wynalazku niniejszego wytwarza się trwałe roztwory związków organicznych, zawierających czynny chlorowiec.

Takimi materiałami organicznymi, które zawierają czynny chlorowiec, są zwłaszcza dwuchlorowco - amidy kwasów arylo - sulfonowych, jak np. dwuchloro - amid kwasu benzeno - sulfonowego, dwubromo - amid kwasu benzeno- i tolueno - sulfonowego, następnie jedno - chlorowco - amidy oraz iminy, jak chlorowco - imid ftalylu, chloro - amid kwasu acetylo - benzeno - sulfonowego i inne związki, zawierające łatwo odszczepiający się chlorowiec. Do wytwarzania trwałych preparatów tego rodzaju, sto-

sowanych zwłaszcza do celów dezynfekcji, jako rozpuszczalnik służy dotychczas jedynie czterochlorek węgla.

Proponowano już mianowicie do tego celu stosowanie chlorowanego olejku eukaliptusowego albo wytworzonego w specjalny sposób chlorowanego oleju parafinowego. Roztwory dwuchloro - amidu kwasu tolueno - sulfonowego w tym rozpuszczalniku trzeba jednak za każdym razem przygotowywać na świeżo przed użyciem, ponieważ są one nietrwałe. Również i roztwory związków tych w czterochloroku węgla wykazują wady, które utrudniają stosowanie tych preparatów w praktyce. Tak więc np. pod-

czas dezynfekcji zamkniętych pomieszczeń dają się bardzo we znaki trujące właściwości czterochlorku węgla oraz jego duża prężność pary.

Obecnie wykryto, że chloropodstawione produkty związków aromatycznych są ogólnie biorąc rozpuszczalnikami chlorowcoamidów kwasów - arylo - sulfonowych oraz podobnych związków rozpuszczalnych w oleju i przez czas dłuższy nie ulegają zaatakowaniu przez czynny chlor tych związków. Jest to tym bardziej zjawiskiem nieoczekiwanym, ponieważ chodzi w tym przypadku o związki, zawierające obok chloru wodór, dający się zastąpić chlorem. Tak więc np. zawartość czynnego chloru w 5%-owym roztworze dwuchloro - aminy w jednochloro - benzenie nie zmienia się w ciągu kilku miesięcy; to samo dotyczy o - dwuchlorobenzenu i innych dwupodstawionych chlorowco - pochodnych węglowodorów aromatycznych, a także węglowodorów wielordzeniowych, jak np. dwufenyłu. W przeciwieństwie do tego trwałość dwuchloro - aminy w alifatycznych związkach chlorowych, jak np. w chloroku metylenu i chloroformie, jest nadzwyczaj ograniczona. Jedynie w czterochlorku węgla otrzymuje się trwałe roztwory dwuchloro - amidu kwasu toluenosulfonowego i innych związków zawierających czynny chlor. Jednak w porównaniu z roztworami w czterochlorku węgla roztwory w chloro - pochodnych aromatycznych wykazują tę zaletę, że mają niższą prężność pary oraz są mniej trujące.

Ciekłe produkty podstawienia chlorem dwufenylo - eteru są szczególnie dobrymi, obojętnymi rozpuszczalnikami dwuchlorowcoamidów kwasów arylo - sulfonowych oraz podobnych rozpuszczalnych w oleju materiałów z czynnym chlorowcem. Eter jedno-chloro-dwufenylowy wykazuje właśnie odporność na działanie czynnego chlorowca. Chlorowane etery dwufenylowe, aż do zawartości 8 atomów chloru w cząsteczce,

są bezwonnymi cieczami, wysoko wrzącymi i nietrującymi, które tymi właściwościami różnią się korzystnie od czterochlorku węgla i są szczególnie odpowiednie, jako rozpuszczalniki według wynalazku niniejszego. Wykazują one dobrą zdolność rozpuszczania dwuchlorowco - amidów kwasów arylo-sulfonowych i innych związków z czynnym chlorowcem rozpuszczalnych w oleju oraz mają tę zaletę, iż można je wytwarzać nadając im dowolny stopień lepkości. Można zatem wytwarzać nie tylko roztwory, dające się rozpylać, lecz także pasty. Następnie do past takich można dodawać innych materiałów obojętnych, zmieniających dowolnie ich konsystencję, np. sześcio - chloro - etanu, glinki (bolusu) albo talku. Chlorowane etery dwufenylowe o więcej niż 8 atomów chloru w cząsteczce są na ogół materiałami stałymi, które można stosować jako podstawę dwuchloro - amidów do proszków sypkich według patentu niemieckiego nr. 590 796 i t. d.

Sposób według niniejszego wynalazku wyjaśniają poniżej podane przykłady.

Przykład I. Dobrze mieszając rozpuszcza się 5 części wagowych dwuchloro - amidu kwasu tolueno - sulfonowego w 95 częściach wagowych świeżo przedestylowanego jedno - chloro - benzeniu. Wytworzony roztwór w ciągu 8-mio miesięcznego przechowywania w temperaturze 50°C bez dostępu światła nie wykazał żadnej zmiany zawartości czynnego chloru.

Przykład II. Rozpuszcza się, jak podano w przykładzie I, 5 części wagowych dwuchloro - amidu kwasu tolueno - sulfonowego w 95 częściach wagowych frakcji o - chloro - toluenu, wrzającej w temperaturze 155 — 156°C. Taki roztwór w ciągu 6-cio miesięcznego przechowywania w temperaturze pokojowej zachował miano niezmiennione.

Przykład III. W taki sam sposób przygotowano 5%-owy roztwór dwuchloro - ami-

du kwasu tolueno - sulfonowego w o - dwuchlorobenzenie.

Przykład IV. 5 części wagowych dwuchloro - amidu kwasu tolueno - sulfonowego rozpuszcza się w 95 częściach wagowych eteru jedno - chloro - dwufenylowego o punkcie wrzenia 151°C pod ciśnieniem 12 mm. Roztwór taki nie zmienia się podczas przechowywania; obserwowany w ciągu 3 miesięcy nie zmienił praktycznie biorąc swego miana przez ten czas.

Przykład V. 5 części wagowych dwuchloro - amidu kwasu tolueno - sulfonowego rozciera się, aż do rozpuszczenia, w 95 częściach wagowych chlorowanego eteru dwufenylowego, zawierającego 51% Cl, a tym samym odpowiadającego eterowi pięcio - chloro - dwufenyłowemu. Roztwór dwuchloro - amidu kwasu tolueno - sulfonowego w tym eterze jest olejem o stosunkowo małej lepkości, który w ciągu 9 miesięcy nie zmienia swej zawartości czynnego chlorowca.

W taki sam sposób można wytwarzać również 10%-owe roztwory dwuchloro - amidu. Są one tak samo trwałe.

Przykład VI. Przez rozpuszczenie 5% dwuchloro - amidu kwasu benzeno - sulfonowego w chlorowanym dwufenylo - eterze, zawierającym 59% chloru (co odpowiada w przybliżeniu eterowi siedmiochloro - dwufenyłowemu), w temperaturze 80°C otrzymuje się olej, który w temperaturze pokojowej krzepnie na żywicę ledwie rozplývającą się. Zawartość czynnego chloru w ciągu 5-cio miesięcznego przechowywania w temperaturze 50°C bez dostępu światła nie zmniejsza się.

Przykład VII. Maść, nadająca się do smarowania, otrzymuje się przez rozpuszczenie 5 części wagowych dwubromo - amidu kwasu benzeno - sulfonowego w 78 częściach wagowych eteru siedmiochloro - dwufenylowego z dodatkiem 17 części wagowych sześciochloro - etanu. Zawartość czynnego chlorowca w tej maści podczas

przechowywania pozostaje bez zmiany.

Przykład VIII. Inną maść trwałą otrzymuje się przez łączne rozpuszczenie 5 części wagowych dwuchloro - amidu kwasu benzeno - sulfonowego, 10 części wagowych p - dwuchloro - benzenu i 10 części wagowych sześćchloro - benzenu w 75 częściach wagowych eteru siedmio - chloro - dwufenylowego.

Przykład IX. Przez dobre roztarcie wytwarza się 3%-owy roztwór chlorylo - ftalimidu w eterze siedmio - chloro - dwufenyłowym. Może on stać całymi miesiącami bez zmniejszenia zawartości czynnego chlorowca.

Przykład X. Przygotowuje się na ciepło 5%-owy roztwór dwuchloro - imidu kwasu tolueno - sulfonowego w chlorowanym dwufenylo, zawierającym około 55 — 60% Cl (taki produkt na podstawie zawartej w nim ilości chloru należy uważać za mieszaninę pięcio - i sześciochloro - dwufenylo). Krzepnie on na żywicę, trwałą podczas przechowywania. Przed skrzepnięciem można do tej masy dodać materiałów obojętnych. Jeśli będą to substancje ciekłe, to masa stanie się miękka lub ciekła, jeśli zaś będą to np. stałe substancje sproszkowane, to żywicowata masa staje się twardsza.

Przykład XI. Sypki proszek, zawierający dwuchloro - amid, otrzymuje się przez ogrzanie 20 części wagowych eteru ośmiochloro - dwufenylowego (około 64% Cl) z 4 częściami wagowymi benzenu pod chłodnicą zwrotną aż do rozpuszczenia, przez dodanie 1 części wagowej dwuchloro - amidu kwasu tolueno - sulfonowego, a następnie przez odparowanie w otwartej misce przy stałym mieszanii aż do sucha. Zawartość tolueno - sulfo - dwuchloro - amidu w tym proszku nie zmienia się nawet podczas przechowywania przez szereg miesięcy. A zatem nie zachodzi rozkład tego produktu.

Przykład XII. Otrzymuje się nieograniczenie trwałą sypką proszek, zawierający dwuchloro - amid przez łączne rozpuszczenie bezwodnika kwasu cztero - chloro - ftalowego (10 części wagowych) i dwuchloro - amidu kwasu tolueno - sulfonowego (1 części wagowej) w chloro - benzenie i odparowanie tego roztworu na kąpeli wodnej przy ciągłym mieszaniu. Ten sypki proszek wyróżnia się szczególną miałkością i zdolnością przylegania do skóry.

Roztwory, maści i sypkie proszki, otrzymywane sposobem według wynalazku niniejszego, można stosować do najrozmaitszych celów, zwłaszcza do dezynfekcji, w najrozmaitszych dziedzinach użytkowych, wykazujących działanie czynnego chloru na jakiegokolwiek materiał, ponadto można je stosować do rokładania siarczku β - β - chlorodwutylowego i materiałów o podobnym składzie.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania trwałych roztworów związków, zawierających czynny chlorowiec, znamienny tym, że jako rozpuszczalniki stosuje się produkty podstawienia chlorem związku aromatycznego.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że jako rozpuszczalniki związków, zawierających czynny chlorowiec, stosuje się produkty podstawienia chlorem dwu - fenyloteru o różnym stopniu chlorowania.

3. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że do roztworu związku aromatycznego, podstawionego chlorem, dodaje się materiałów obojętnych.

Chemische Fabrik
von Heyden
Aktiengesellschaft.
Zastępca: I. Myszczyński,
rzecznik patentowy.

