

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

KLASA 12 (5)

IZDAN 1 SEPTEMBRA 1940

PATENTNI SPIS BR. 15961

Société des Usines Chimiques Rhône - Poulenc, Paris, Francuska.

Postupak za dobijanje p-amino-benzol-sulfamido-derivata tiacola i benzotiacola.

Prijava od 31 maja 1939.

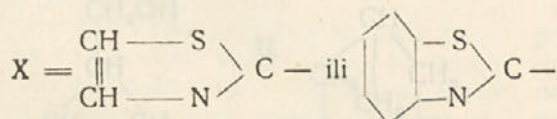
Važi od 1 oktobra 1939

Naznačeno pravo prvenstva od 3 juna 1938 (Engleska).

Ovaj se pronalazak odnosi na dobijanje p-amino-benzol-sulfamido-derivata tiacola i benzotiacola.

Po ovom se pronalasku ova jedinjenja mogu dobijati ili dejstvom p-acilamino-benzol-sulfohlorida, ili anhidrida p-acilamino-benzol-sulfonske kiseline, na željeni amino-tiacol ili amoni-benzotiacol, pri čemu za ovim dejstvom sleđuje, ako se želi, hidroliza acilne grupe, — ili kondenzacijom p-nitro-benzol-sulfohlorida ili anhidrida p-nitro-benzol-sulfonske kiseline, sa željenim amino-tiacolom ili amino-benzotiacolom, pri čemu za ovom kondenzacijom sleđuje redukcija nitro-grupe u amino-grupu, — ili kondenzacijom p-halogeno-benzol-sulfohlorida, ili anhidrida p-halogeno-benzol-sulfonske kiseline, sa substituisanim tiacol-amino ili substituisanim benzotiacol-amino, pri čemu za ovom kondenzacijom sleđuje tretiranje kondenzacionog proizvoda hagonisanog amonijakom da bi se dobili željeni p-amino-benzol-sulfamido-derivati.

Ovaj se pronalazak prema tome odnosi na dobijanje p-amino-benzol-sulfamido-tiacola i benzotiacola opšteg obrasca $\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH X}$ u kojem je



Sledeći primer je dat jedino radi boljeg razumevanja pronalaska, bez ikakvog o-

graničenja na detalje navedene u ovom primeru.

Primer 1. — Rastvara se 50 grama 2-amino-tiacola u 200 cm³ bezvodnog piridina, i dodaje se lagano mali višak (130 grama) suvog p-acetilamino-benzol-sulfohlorda. Razvija se mala toplota a kad smeša počne da se ponovo hladi, zagreva se za vreme od nekoliko minuta radi upotpunjavanja reakcije, i dodaje se velika zapremina vode.

Uljasti precipitat 2 (p-acetilamino-benzol-sulfamido) tiacola se brzo očvršćava, i kristalizuje se iz rastvora u toplom natrium hidroksidu pomoću zakiseljavanja sirćetnom kiselinom od 50%. Prečišćeni se proizvod topi na 256° C.

Za hidrolizu, proizvod se stavlja u 2N natrium hidroksid koji je po zapremini jednak njegovoj desetostrukoj težini i smeša se zagreva na temperaturu ključale vode za vreme od jednog časa. Zatim se dodaje koncentrisana hlorovodonična kiselina dok se čvrsti proizvod, koji se najpre taloži, ponovo ne rastvori. Rastvor se tretira crnilom koje oduzima boju, filtrira se, i željeni 2 (p-amino-benzol-sulfamido) tiacol, čija je tačka topljenja 196—197° C taloži u kristalnom stanju dodavanjem natrium acetata.

Primer 2. — 15 grama 2-amino-benzotiacola se rastvara u 50 cm³ piridina, i dodaje se lagano 24 g p-acetilamino-benzol-sulfohlorda. Kad je dodavanje završeno, smeša se zagreva na 100° C za vreme od nekoliko minuta, zatim se sipa u vodu. Ta-

log od sirovog 2- (p-acetilamino-benzol-sulfamido) - benzotiacola se kuva sa 10 zapreminskih delova 2N natrium hidroksida za vreme od dva časa, zatim se zakiseljava koncentrisanom hlorovodoničnom kiselinom. Dobiveni proizvod je 2-(p-amino-benzol-sulfamido) - benzotiacol. Tačka topljenja 298° C.

Patentni zahtev:

Postupak za dobijanje p-amino-benzol-sulfamido-derivata tiacola i benzotiacola, naznačen time, što p-acilamino-benzol-sulfohlid, ili anhidrid p-acilamino-benzol-sulfonske kiseline deluje na željeni amino-

tiacol ili aminobenzotiacol, pri čemu je ovo dejstvo praćeno, ako se to želi, hidrolizom acilne grupe, — ili kondenzacijom p-nitro-benzol-sulfohlida- ili anhidridom p-nitro-benzol-sulfonske kiseline sa željenim amino-tiacolom ili amino-benzotiacolom, pri čemu je ova kondenzacija praćena redukcijom nitro-grupe u amino-grupu, — ili kondenzacijom p-halogeno - benzol-sulfohlida ili anhidrida p-halogeno - benzol-sulfonske kiseline, sa substituisanim tiacol-amino ili sa benzotiacol - amino, pri čemu za ovom kondenzacijom sleduje tretiranje halogenisanog proizvoda kondenzacije amonijakom, da bi se dobili željeni p - amon - benzol - sulfamido - derivati.

Važ od 1 oktobra 1939

Vatreni prvo pivešava od 8 juna 1938 (Engleska)

CH₃ CH₃

graničenja na detalje navedene u ovom pri-

Primer 1. — Razvija se 50 grama 2-amino-tiacola u 200 cm³ bezvodnog piridina i dodaje se lagano mali višak (180 grama) suvog p-acetilamino-benzol-sulfohlida. Razvija se mala toplota a kad smeša počne da se ponovo hladi, razvija se za vreme od nekoliko minuta radi upotrebne nje reakcije, i dodaje se velika zapremina vode.

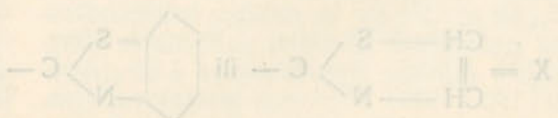
Ujzati precipitat 2 (p-acetilamino-benzol-sulfamido) tiacola se prvo očvrsnjava, kristališe se iz rastvora u toplom natrium hidroksidu pomoću zakiseljavanja silef-nom kiselinom od 50%. Precipit se pro-tvrdi topli na 256° C.

Za hidrolizu, proizvod se stavlja u 2N natrium hidroksid koji je po zapremini jednak njegovoj desestostruko težini i sme-ša se razvija na temperaturu ključale vo-de za vreme od jednog časa. Zatim se do-da koncentrisana hlorovodonična kiselina dok se čvrtsti proizvod, koji se najpre taloži, ponovo ne rastvori. Rastvor se tre-tira crnilom koje oduzima boju, filtrira se, i željeni 2 (p-amino-benzol-sulfamido) ti-acol, čija je tačka topljenja 190—197° C ta-kož u kristalnom stanju dobavljen natri-um acetata.

Primer 2. — 15 grama 2-amino-benzo-tiacola se rastvara u 50 cm³ piridina, i do-da se lagano 24 p-acetilamino-benzol-sulfohlida. Kad se dobavljanje završeno, smeša se razvija na 100° C za vreme od nekoliko minuta, zatim se sipa u vodu. Ta-

Ovaj se pronalazak odnosi na dobijanje p-amino-benzol-sulfamido-derivata tiacola i benzotiacola. Pri čemu se proizvodi ova jedinjenja mogu dobiti ili dejstvom p-acilamino-benzol-sulfonihida ili anhidrida p-acilamino-benzol-sulfonske kiseline na željeni amino-tiacol ili aminobenzotiacol, pri čemu za ovom dejstvom sleduje, ako se želi, hi-droliza acilne grupe, — ili kondenzacijom p-nitro-benzol-sulfohlida ili anhidrida p-nitro-benzol-sulfonske kiseline sa želje-nim amino-tiacolom ili amino-benzotiacolom, pri čemu za ovom kondenzacijom sleduje redukcija nitro-grupe u amino-grupu, — ili kondenzacijom p-halogeno-benzol-sulfohlida ili anhidrida p-halogeno-benzol-sulfonske kiseline, sa substituisanim ti-acol-amino ili substituisanim benzotiacol-amino, pri čemu za ovom kondenzacijom sleduje tretiranje kondenzacionog proiz-voda hlorovodoničnom amonijakom da bi se dobili željeni p-amino-benzol-sulfamido-derivati.

Ovaj se pronalazak prema tome odno-si na dobijanje p-amino-benzol-sulfamido-tiacola i benzotiacola opšteg opisa: $\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$ X u kojem je



Sledeći primer je dat jedino radi boljeg razumevanja pronalazaka, bez ikakvog o-