

10. Dez. 1943

Wigene Anrede

AK

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

I 76 357 Wd/120

3046-15

Referent:
Dr. Seegerhals,
Dr. Gillebert.

150000196

30/4.02

18366a

Unser Zeichen: O.Z. 14 493 Lu/T
Ludwigshafen a.Rh., den 3. Dezember 1943

Prof. Dr. R. Hoffmann

Verfahren zur Herstellung von Sulfamidverbindungen.

Es ist bekannt, Halogenide von Monosulfonsäuren mit Ammoniak, Aminen oder Aminosäuren zu Sulfamidverbindungen umzusetzen. Eine Umsetzung der Halogenide von Polysulfonsäuren mit aminogruppenhaltigen Verbindungen hat man bisher noch nicht in Betracht gezogen, u.a. wohl deshalb, weil ein unübersichtlicher und uneinheitlicher Verlauf der Umsetzung wahrscheinlich war, beispielsweise bei der Kondensation von einem Molekül Disulfohalogenid mit einem Molekül Aminoverbindung unter Abspaltung von zwei Molekülen Chlorwasserstoff eine Ringbildung, besonders wenn es sich um Polysulfochloride handelte, bei denen die Entstehung eines fünf- oder sechsgliedrigen Rings in Betracht kommt.

Es wurde jedoch gefunden, dass bei der Umsetzung von Halogeniden aliphatischer Polysulfonsäuren mit Aminogruppen enthaltenden Alkoholen oder Carbonsäuren die entsprechenden Sulfamidverbindungen entstehen, ohne dass es in merklichem Masse zu einer Ringbildung oder anderen störenden Nebenansetzungen kommt.

Die Ausgangsstoffe können z.B. durch Einwirkung von Schwefeldioxyd und Halogen unter Bestrahlung mit kurzwelligem Licht auf gesättigte aliphatische Kohlenwasserstoffe hergestellt werden, und zwar können sie zwei oder auch mehr Sulfohalogenidgruppen enthalten. Besonders geeignet sind Disulfohalogenide mit wenigen, etwa 3 bis 6, Kohlenstoffatomen.

Als Aminogruppen enthaltende Carbonsäuren eignen sich beispielsweise Aminoessigsäure, N-Monoalkylaminoessigsäuren, Amino- und Alkylaminopropionsäuren, -Aminocaprinsäure oder andere Amino- oder N-Alkylaminocarbonsäuren. Anstelle der Aminosäuren können auch ihre Lactame, z.B. ϵ -Caprolactam, angewandt werden. Man kann dabei den Lactamring gewünschtenfalls vor oder nach der Umsetzung aufspalten. Als Aminoalkohole kommen beispielsweise Äthanolamin und γ -Aminobutylalkohol in Betracht. Besonders vielseitig verwendbare

Verbindungen erhält man, wenn man von Aminosäuren oder -alkoholen ausgeht, deren funktionelle Gruppen sich in α, ω -Stellung befinden.

Das Verfahren kann im Schmelzfluss oder in Lösung ausgeführt werden. Zweckmässig und einfach verfährt man z.B. so, dass man die Aminosäure in der berechneten Menge Natronlauge löst und dann äquivalente Mengen Polysulfohalogenid und Natronlauge in Anteilen unter gutem Rühren zugibt; die Temperatur soll dabei etwa 0 bis 10° betragen. Aus dem Umsetzungsgemisch gewinnt man die freie Polycarbonsäure durch Versetzen mit überschüssiger Mineralsäure, gegebenenfalls nach vorhergehendem Einengen der wässrigen Lösung. In entsprechender Weise lassen sich auch die Aminoalkohole mit den Polysulfohalogeniden umsetzen.

Die neuen Erzeugnisse können insbesondere zur Herstellung von Kunststoffen angewandt werden.

Beispiel 1.

150 Teile Aminoessigsäure werden in einer Mischung von 80 Teilen Natriumhydroxyd und 500 Teilen Wasser gelöst. Unter gutem Rühren und Kühlen mit Eis gibt man dann 242 Teile Propandisulfochlorid und 1000 Teile 2 n-Natronlauge in kleinen, gleichen Anteilen zu. Die Temperatur wird dabei auf etwa 8° gehalten. Die erhaltene Lösung wird filtriert, mit Salzsäure angesäuert und eingeeengt. Der eingeeengte Rückstand wird mit Methanol ausgezogen. Nach Abdampfen des Methanols werden 270 Teile Propandisulfamidoessigsäure erhalten.

Beispiel 2.

226 Teile ϵ -Caprolactam werden in einer Lösung von 80 Teilen Natriumhydroxyd in 500 Teilen Wasser kurze Zeit erwärmt. Dann wird die Lösung auf 5° gekühlt, und unter Rühren werden 242 Teile Propandisulfochlorid und 1000 Teile 2n-Natronlauge in kleinen, gleichen Anteilen zugegeben. Nach dem Filtrieren säuert man mit Salzsäure an. Dabei fällt die Propandisulfamidocaprinsäure in Form von weissen Kristallen aus, die von der Mutterlauge abfiltriert werden (Smp. 158°). Durch Einengen der Mutterlauge kann man noch weitere Säure gewinnen.

Patentanspruch.

Verfahren zur Herstellung von Sulfamidverbindungen, dadurch gekennzeichnet, dass man Halogenide aliphatischer Polysulfonsäuren mit Aminogruppen enthaltenden Alkoholen oder Carbonsäuren oder deren Lactamen umsetzt.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT