

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Frankfurt a. Main

716 1319

Krefeld-Urdingen, den 16. Dezember 1942

7.73928 IVc/12
17.12.42
BAG Target

Verfahren zur Herstellung von Kondensationsprodukten.

Zusatz zu DRP ... (I. 73 658 IVc/12 o)

Gegenstand des Patentes ... (Patentanmeldung I. 73 658 IVc/12 o) ist ein Verfahren zur Herstellung von substituierten Sulfondiamiden, das dadurch gekennzeichnet ist, dass man Sulfondiamid mit Aminen, die am Stickstoff noch mindestens ein substituierbares Wasserstoffatom aufweisen, umsetzt. Hierbei werden unter Ammoniakabspaltung N-substituierte Sulfondiamide erhalten, die den Resten der angewandten Amine entsprechende Substituenten aufweisen.

Es wurde nun gefunden, dass man dieses Verfahren auch derart ausgestalten kann, dass man anstelle des unsubstituierten Sulfondiamids von bereits N-substituierten Sulfondiamiden ausgeht, soweit sie mindestens noch ein substituierbares Wasserstoffatom am Stickstoff aufweisen. Selbstverständlich müssen in beiden Reaktionskomponenten zusammengekommen noch mindestens die für die Bildung von Ammoniak nötigen Wasserstoffatome vorhanden sein. Es gelingt auf diese Weise einfach, namentlich Produkte zu erhalten, die an jedem der beiden Stickstoffatome andere Substituenten aufweisen.

Die Art und Weise des Verfahrens sowie der Verwendungszweck der erhaltenen Produkte sind dieselben wie im Hauptpatent beschrieben.

Als Ausgangssulfondiamide der angegebenen Art, die nach dem Verfahren des Hauptpatentes hergestellt werden können, seien z.B. genannt: N-Methyl-, N-Dimethyl-, N,N'-Dimethyl-, N-Äthyl-, N-Äthyl-N-methyl-, N-Butyl-, N-Dibutyl-, N-Isohexyl-, N-Di-isoheptyl-, N-n-Dodecyl-, N-Cyclohexyl- und N-Dicyclohexylsulfondiamid, Pyrrolidyl-N-, Piperidyl-N- und Morpholyl-N-sulfamid, Phenyl-, N-(Chlorphenyl)- und N-(Oxyphenyl)-sulfondiamid.

Als Amine kommen dieselben in Betracht wie für das Verfahren des Hauptpatentes.

Beispiel 1. 51 Gewichtsteile N-Butylsulfondiamid und 33 Gewichtsteile Cyclohexylamin werden am Rückfluss 5 Stunden auf 140-150° erhitzt.

Nach dieser Zeit ist die Ammoniakabspaltung beendet. Das kristallin erstarrende Reaktionsgemisch wird mit verdünnter Salzsäure gewaschen, der anfallende Niederschlag abfiltriert und getrocknet (Ausbeute 64 Gewichtsteile =82%). Das N-Butyl-N'-cyclohexylsulfondiamid schmilzt nach dem Umkristallisieren aus Wasser und Eisessig bei 99-100°.

Berechnet für: $C_{10}H_{22}O_2N_2S(234)$ C=51,2% H=9,4% N=12,0%
Gefunden: C=50,7% H=9,8% N=12,4%

Beispiel 2. 45 Gewichtsteile Monocyclohexylsulfondiamid und 50 Gewichtsteile Cyclohexylamin werden 4 Stunden lang auf 140-150° erhitzt. Nach dieser Zeit ist die Ammoniakabspaltung beendet. Das Rohprodukt (88 Gewichtsteile) wird durch Verreiben mit 100 Gewichtsteilen verdünnter Salzsäure von überschüssigem Cyclohexylamin befreit und der anfallende Niederschlag abfiltriert (55 Gewichtsteile =85% Ausbeute), der bei 152,3° schmilzt und sich als N,N'-Dicyclohexylsulfondiamid erweist.

Patentanspruch. Ausgestaltung des Verfahrens des Hauptpatentes ... (I.73 658 IVc/12 o) zur Herstellung N-substituierter Sulfondiamide, dadurch gekennzeichnet, dass man anstelle von Sulfondiamid N-substituierte Sulfondiamide verwendet, die mindestens ein substituierbares Wasserstoffatom am Stickstoff aufweisen.