

Sulfonsäure-Derivate. III¹⁾

Über Herstellung, Konstitution und insekticide Wirkung von Sulfonamiden

VON ZAKI EL-HEWEHI und MOHAMED A.-E. KIRA

Mit 1 Abbildung

Inhaltsübersicht

Eine Reihe noch unbekannter Sulfonamide wurde hergestellt und nach ihrer Eignung als Imprägnierungsmittel zum dauerhaften Schutz von Wolle gegen Keratin-Schädlinge eingehend untersucht.

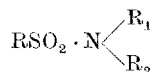
Der Kampf gegen Keratin-Schädlinge, an erster Stelle gegen die Larven der Kleidermotte (*Tineola bisselliella*), des Pelzkäfers (*Attagenus piceus*) und des Teppichkäfers (*Anthrenus vorax*) ist wegen des ungeheuren Schadens, den sie anrichten, zu einem wichtigen Problem von wirtschaftlicher Bedeutung geworden.

Das Ziel einer systematischen Bekämpfung müßte sein, den Larven die Nahrung zu entziehen. Bei den meisten im Handel befindlichen Mitteln handelt es sich um Produkte mit hohem Dampfdruck, die eine abschreckende oder abtötende Wirkung ausüben. Eine etwaige Wirkung, soweit sie überhaupt vorhanden ist, kann nur eine vorübergehende sein.

Es gibt auch einige Mittel auf Sulfonamid-Basis, die das Keratin (Wolle, Haar, Federn, Horn usw.) als Nahrung für die Larven ungenießbar machen.

Es handelt sich dabei um Chlormethylsulfon-polychlorarylamide.

In der vorliegenden Arbeit²⁾ wurde eine Reihe von Sulfonamiden von der allgemeinen Formel:



¹⁾ II. Mitteilung: Z. EL-HEWEHI, J. prakt. Chem. [4] **23**, 38 (1964).

²⁾ Vgl. Öst. P. 236 693 (1964); Schweizer P. 382 493 (1964); Schwed. P. 195 318 (1964); VEB Farbenfabrik Wolfen; Erfinder: Z. EL-HEWEHI.

worin R = Alkyl, Chloralkyl, Aryl, Chloraryl, Aralkyl, Chloraralkyl,

R₁ = H, Alkyl, Hydroxyalkyl, Chloralkyl, Aryl, Chloraryl, Aralkyl, Chloraralkyl, Cycloalkyl

und R₂ = H, Alkyl, Hydroxyalkyl, Chloralkyl, Aryl, Chloraryl, Aralkyl, Chloraralkyl, Cycloalkyl

darstellen, hergestellt und nach ihrer Eignung als Imprägnierungsmittel zum dauerhaften Schutz von Wolle gegen Keratin-Schädlinge geprüft.

Für die Herstellung der N-substituierten Sulfonamide wurden verschiedene Verfahren angewandt³⁾.

A. Herstellung von N-substituierten Sulfonamiden: (s. Tab. 3)

1. Nach folgender Gleichung und folgendem Schema: (Tab. 1)

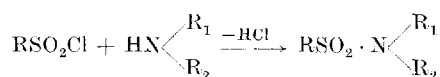
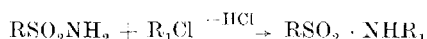


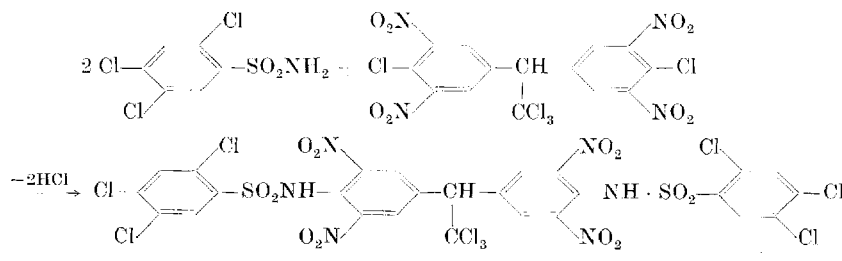
Tabelle 1

Verfahren	Lösungsmittel	HCl-bindendes Mittel
1	Äther, Tetrahydrofuran, Benzol bzw. Chlorbenzol	Überschuß Base
2	Äther, Tetrahydrofuran, Benzol bzw. Chlorbenzol	Pyridin bzw. Triäthylamin
3	Pyridin bzw. Triäthylamin	Pyridin bzw. Triäthylamin
4	Wasser	Na ₂ CO ₃
5	Schmelze ⁴⁾	Überschuß Base

oder 2. Nach folgender Gleichung:



wie z. B.:

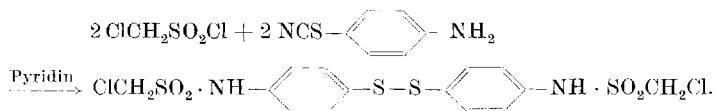


³⁾ I. Mitteilung; Z. EL-HEWEHI u. F. RUNGE, J. prakt. Chem. [4] 16, 297 (1962).

⁴⁾ Vgl. DBP 1169192 (1964); VEB Farbenfabrik Wolfen; Erfinder: Z. EL-HEWEHI.

Eine einfache Methode für die Herstellung von Sulfonamiden, die sich von sehr schwachen Basen ableiten, besteht darin, daß man das Sulfochlorid mit überschüssiger Base zusammenschmilzt⁴⁾.

Die Umsetzung von 4-Rhodanilin mit Chlormethylsulfochlorid führte wider Erwarten zur Bildung vom Disulfid:



B. Chemische Eigenschaften

1. Löslichkeit: Sulfonamide sind sehr gut löslich in Dimethylformamid (DMF), Eisessig, Aceton; gut löslich in Methanol, Äthanol, CCl_4 , Benzol und fast unlöslich in Wasser.

2. Salzbildung: Sulfonamide mit aktivem Wasserstoff besitzen schwach saure Eigenschaften und bilden Salze mit Alkalien und mit organischen Basen wie Triäthanolamin aber nicht mit Alkali-carbonaten. Die Alkali-Salze sind wasserlöslich im Falle von Alkyl- und Arylsulfonamiden. Arylsulfonamide bilden ebenfalls Salze mit Alkalien, die jedoch fast unlöslich sind im Wasser.

Von den Salzen mit Alkalien sind die Kalium-Salze weniger gut löslich in Wasser, Äthylcellosolve, Äthylenglykol als die entsprechenden Natrium-Salze.

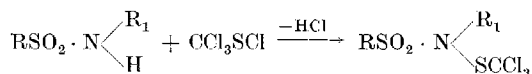
Die Salze mit Triäthanolamin lassen sich leicht hydrolysieren.

Auf Grund der Schwerlöslichkeit im Wasser, sind die freien Sulfonamide nur in der Form von Suspensionen bzw. Emulsionen von begrenzter Stabilität anwendbar und sind nicht in der Lage, sich substantiv auf die Wollfaser aufzuziehen.

Es wurde gefunden, daß chlorhaltige Trichlorbenzolsulfon-arylamide in der Form ihrer noch nicht bekannten Salze wie z. B. das Natrium- oder Triäthanolaminsalz und vorgelöst in geeigneten Lösungsmitteln, mit Wasser klare Lösungen von großer Stabilität bilden. Werden diese Sulfonamide in dieser Form und in Gegenwart eines geeigneten Emulgators in der Färbeflotte, d. h. bei erhöhter Temperatur angewandt und kurz vor Abschluß angesäuert, so ziehen sie substantiv auf das Wollmaterial auf und schützen es in ausreichendem Maße nicht nur gegen Mottenlarven, sondern auch gegen andere Textilschädlinge. Ein ausgezeichneter Schutz der Wolle gegen Motten- und Teppichkäferlarven wird auch in der Nachbehandlung, d. h. bei der Applikation bei niedriger Temperatur, gewährleistet. Werden diese Sulfonamide in der oben beschriebenen Form, aber ohne Emulgator in den

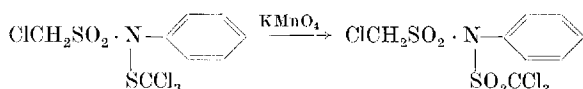
üblichen Lösungsmitteln der Chemisch-Reinigung (Perchloräthylen, Benzol usw.) angewandt, so ziehen sie auch substantiv auf das Wollmaterial. Der so erhaltene Schutz, ob in der Färbe-, Nachbehandlungs- oder Chemisch-Reinigungsflotte ist dauerhaft, und das so behandelte Material widersteht mehreren Seifen- oder Chemisch-Wäschen.

3. Umsetzung mit Perchlormethylmercaptan: Die Reaktion erfolgt in wäßrig-alkalischem Medium nach folgender Gleichung:

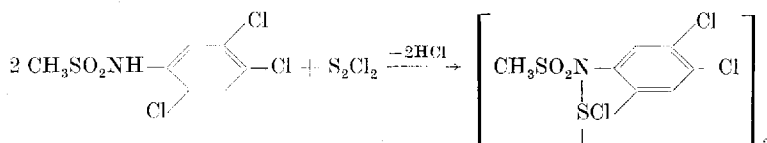


Unsubstituierte und N-monosubstituierte Aryl- und Aralkylsulfonamide reagieren nicht mit Perchlormethylmercaptan.

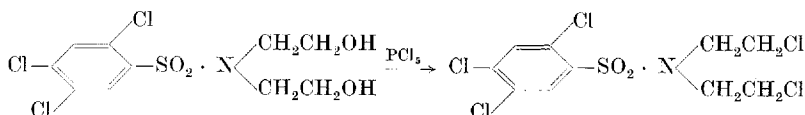
Oxydation der obigen Reaktionsprodukte mit KMnO_4 in saurem Medium führt zur Bildung der entsprechenden Disulfimide:



4. Umsetzung mit Schwefel-chlorür: Die Umsetzung erfolgt in wäßrig-alkalischem Medium unter Kühlung wie folgt:



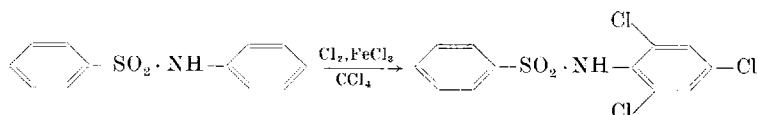
5. Umsetzung mit PCl_5 : Arylsulfon-diäthanolamide lassen sich mit PCl_5 in die entsprechenden Dichlor-Verbindungen verwandeln:



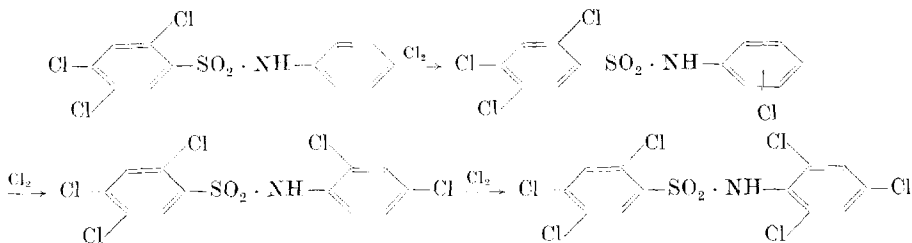
6. Nachchlorierung: Chlor im Sulfonamid-Molekül scheint unentbehrlich, dabei kommt dem Chlor im Amin-Rest eine andere Rolle zu als dem Chlor im Sulfonsäure-Rest.

Für die Nachchlorierung wurden zwei Wege eingeschlagen:

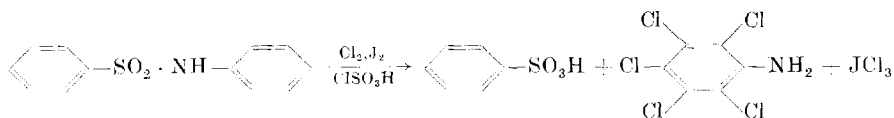
6.1. Die Chlorierung wurde in CCl_4 , CHCl_3 , Eisessig, o-Dichlorbenzol und in Gegenwart von Eisenspänen, FeCl_3 , Jod oder ZnO als Katalysator durchgeführt und erfolgte nur im Amin-Rest:



Die Chlorierung von 2,4,5-Trichlorbenzolsulfon-anilid in Gegenwart von FeCl_3 als Katalysator führte zur Bildung von 2,4,5-Trichlorbenzolsulfon-2,4,6-trichloranilid als Endprodukt:



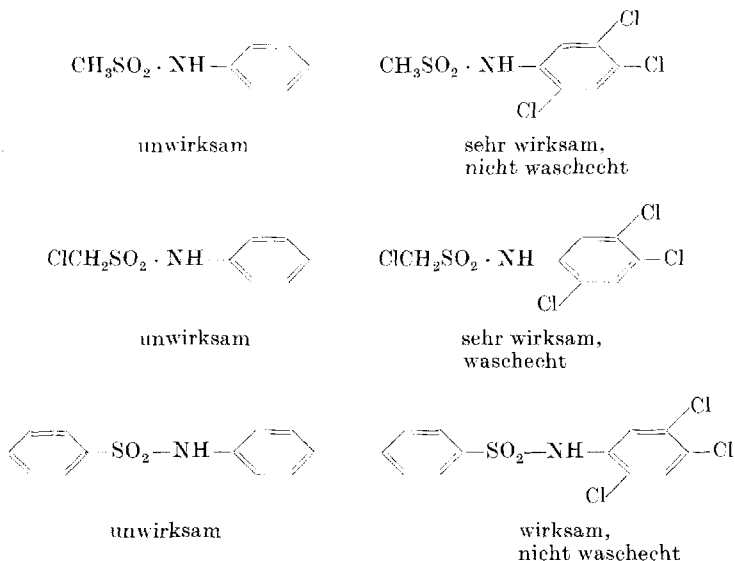
Chlorierung in Chlorsulfonsäure und in Gegenwart von Jod als Katalysator führte zur Aufspaltung des Sulfonamid-Moleküls:

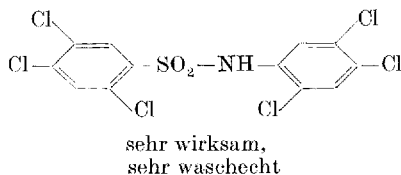
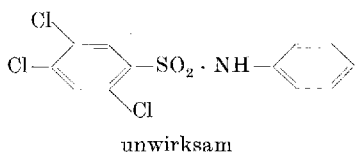


6.2. Die Chlorierung erfolgte mittels SO_2Cl_2 .

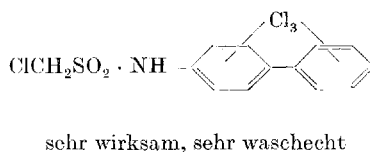
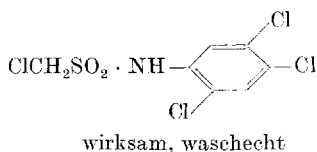
C. Biologische Eigenschaften (s. Tab. 4)

Die Einführung von Chlor in den Amin-Rest des Sulfonamids hat eine Steigerung der Toxizität gegen die Keratin-Schädlinge zur Folge, dagegen erhöht die Einführung von Chlor in den Sulfonsäure-Rest die Haftfestigkeit auf die Wollfasern wie die folgenden Beispiele zeigen:

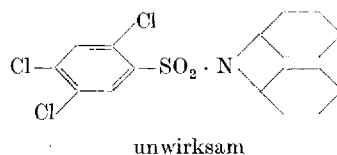
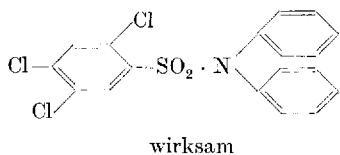
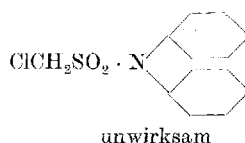
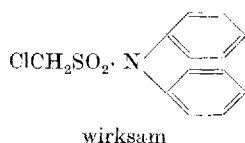




Die Affinität zu wollenen Fasern und die Wirksamkeit gegen Keratin-Schädlinge steigt mit zunehmender Zahl der linear gebundenen aromatischen Kerne im Sulfonamid-Molekül:



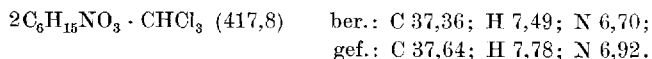
Sulfonamide, die sich von aromatischen Aminen ableiten, sind wirksamer als die entsprechenden Sulfonamide aus alicyclischen Aminen:



Beschreibung der Versuche

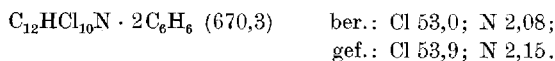
Im Rahmen dieser Arbeit wurden einige noch unbekannte Amine hergestellt:

1. Triäthanolamin-Chloroform-Komplex: Durch die Umsetzung von Triäthanolamin mit Chloroform schied ein kristallines Produkt aus, das aus Wasser / Äthanol umkristallisiert wurde. Farblose Prismen vom Schmp. 178°.

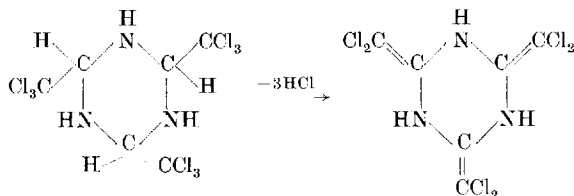


2. Decachlor-diphenylamin: Wurde durch Einleiten von Chlor durch eine bei Zimmertemperatur gerührte Suspension von Diphenylaminhydrochlorid in Benzol, Abnutzen, Waschen mit Wasser und Trocknen gewonnen.

Das aus Benzol — Leichtbenzin umkristallisierte braune Produkt schmolz bei 240°C (Zers.).



3. Durch Kochen unter Rückfluß von trimerem Chloralimid³⁾ mit alkoholischer Kalilauge entstand unter Dehydrochlorierung ein Produkt, das wahrscheinlich folgende Struktur besitzt:



Farblose Nadeln aus Äthanol vom Schmp. 210 °C.

$C_6H_3Cl_6N_3 \cdot C_2H_5OH$ (376,0) ber.: Cl 56,5;
gef.: Cl 55,8.

A. Herstellung von N-substituierten Sulfonamiden (s. Tab. 3)

1. Verfahren 1

α -Chloräthylsulfon-anilid: Eine Lösung von 46,5 g (0,5 Mol) Anilin in 100 cm³ absolutem Äther wurde vorgelegt und bei 0 °C eine Lösung von 40,75g (0,25 Mol) α -Chloräthylsulfochlorid⁴⁾ in 100 cm³ absolutem Äther langsam zugetropft. Nach 2tägigem Stehen bei Zimmertemperatur wurde der Äther im Vakuum bei möglichst niedriger Temperatur entfernt und der Rückstand mit verdünntem HCl verrührt. Das entstandene schmierige Produkt wurde in Benzol aufgenommen, dreimal mit 15proz. Natronlauge ausgeschüttelt und anschließend mit Wasser gewaschen. Die wäßrigen Phasen wurden möglichst bald unter Kühlung und Rühren mit verdünntem HCl angesäuert. Das ausgeschiedene viskose Öl wurde abgetrennt und einer Vakuumdestillation unterworfen.

1. Verfahren 2

2,4,5-Trichlorbenzolsulfon-4-amidodiphenyl: In eine Lösung von 50 g p-Aminodiphenyl und 149,3 g Triäthylamin in 100 cm³ Benzol wurde eine Lösung von 82,8 g 2,4,5-Trichlorbenzolsulfochlorid in 100 cm³ Benzol eingetropft. Die Zugabe erfolgte unter Rühren bei 0 °C, danach wurde das Gemisch 5 Stunden unter Rückfluß gekocht und das Lösungsmittel im Vakuum entfernt. Der schwarze schmierige Rückstand wurde zwecks Reinigung in Eisessig gelöst, mit wenig Wasser versetzt und die Lösung stehen gelassen, wobei das Sulfonamid allmählich auskristallisierte.

1. Verfahren 3

Beispiel 1:

Bis-[Chlormethylsulfon]-4,4'-dithioanilid: Zu einer Lösung von 15 g (0,1 Mol) 4-Rhodanilin in 79 g (1 Mol) Pyridin wurde bei 0 °C unter Rühren 14,9 g (0,1 Mol) Chlormethylsulfochlorid⁵⁾ tropfenweise gegeben. Gegen Ende des Eintragens wurde die ursprünglich braune Lösung rot. Es wurde 3,5 Stunden bei 0 °C nachgerührt, 2 Tage bei Zimmertemperatur stehen gelassen und zuletzt auf 500 g Eis gegossen. Es setzte sich eine dunkelbraune ölige Flüssigkeit ab, die mit verdünntem HCl verrührt und abgetrennt wurde. Das ölige Produkt wurde zwecks Reinigung in 15proz. Natronlauge gelöst, mit Äther ausgeschüttelt,

⁵⁾ Vgl. DWP (DDR) 32342 (1964); VEB Farbenfabrik Wolfen; Erfinder: Z. EL-HEWENT.

die wäßrige Schicht abgetrennt und unter Kühlung mit verdünntem HCl angesäuert. Die ausgeschiedene hellbraune Substanz wurde umkristallisiert.

Beispiel 2:

α -Chloräthylsulfon-2,4,5-trichloranilid: Eine Lösung von 49 g (0,25 Mol) 2,4,5-Trichloranilin in 77 g Pyridin wurde vorgelegt und dazu bei -5°C bis 0°C unter Rühren 40,75 g (0,25 Mol) α -Chloräthylsulfochlorid tropfenweise (innerhalb 30 Minuten) gefügt. Nach einigen Stunden Stehen wurde das Gemisch 10 Stunden bei 100°C erhitzt und nach dem Abkühlen mit verdünntem HCl verrührt, wobei das Reaktionsprodukt erstarrte. Zur Reinigung wurde die Masse in Äther aufgenommen, mit 15proz. Natronlauge mehrere Male ausgeschüttelt und die wäßrige Schicht unter Kühlung mit verdünntem HCl angesäuert. Der sich bildende Niederschlag stellte ein dunkelbraunes Pulver dar, das durch Umkristallisieren gereinigt werden konnte.

1. Verfahren 4

Beispiel 1:

Chlormethylsulfon-4-amidodiphenyl: 16,9 g (0,1 Mol) p-Aminodiphenyl wurden in 100 cm^3 Aceton gelöst, mit einer Lösung von 10,6 g (0,1 Mol) Na_2CO_3 in 100 cm^3 Wasser versetzt, das Gemisch auf 0°C abgekühlt und unter Rühren 14,9 g (0,1 Mol) Chlormethylsulfochlorid eingetropt. Nach 4stündigem Rühren bei 0°C wurde über Nacht bei Zimmertemperatur stehen gelassen und im Vakuum zur Trockene eingedampft. Der gelbliche feste Rückstand wurde mit verdünntem HCl verrührt, abgenutscht, mit Wasser gewaschen, getrocknet und umkristallisiert.

Beispiel 2:

2,4,5-Trichlorbenzolsulfon-morpholid: In eine Lösung von 8,7 g (0,1 Mol) Morpholin und 21,3 g (0,2 Mol) Na_2CO_3 in 250 cm^3 Wasser wurden unter Rühren bei Zimmertemperatur 27,9 g (0,1 Mol) fein pulverisiertes 2,4,5-Trichlorbenzolsulfochlorid eingetragen. Nach 6stündigem Rühren wurde abfiltriert, mit verdünntem HCl verrührt, anschließend mit Wasser gewaschen und zuletzt getrocknet.

Beispiel 3:

Pentachlorbenzolsulfon-maleinsäure-hydrazid: 11,2 g (0,1 Mol) Maleinsäurehydrazid wurden in einer Lösung von 10,6 g (0,1 Mol) Na_2CO_3 in 100 cm^3 Wasser bei 40°C gelöst, dann wurde auf 10°C abgekühlt und unter kräftigem Rühren 34,9 g (0,1 Mol) fein pulverisiertes Pentachlorbenzolsulfochlorid in kleinen Portionen eingetragen. Nach 6stündigem Rühren bei 10°C wurde über Nacht stehen gelassen, abgenutscht, mit Wasser gewaschen, getrocknet und umkristallisiert.

1. Verfahren 5

Beispiel 1:

Chlormethylsulfon-pentachloranilid: Ein Gemisch von 53,1 g (0,2 Mol) Pentachloranilin und 14,9 g (0,1 Mol) Chlormethylsulfochlorid wurde langsam auf 200°C gebracht, bei dieser Temperatur 5 Stunden belassen, anschließend wurde das Reaktionsprodukt mit heißem Wasser verrieben, gewaschen, abgesaugt und getrocknet. Zwecks Entfernung des überschüssigen Amins wurde das Produkt im Soxhlet mit Leichtbenzin extrahiert, der unlösliche Rückstand in Benzol gelöst, mit 15proz. Natronlauge ausgeschüttelt, die wäßrige Schicht unter Kühlung mit verdünntem HCl angesäuert, der weiße Niederschlag abfiltriert, mit Wasser gewaschen, getrocknet und umkristallisiert.

Beispiel 2:

Pentachlorbenzolsulfon-anilid: 93 g (1 Mol) Anilin wurden in einem Rundkolben vorgelegt, dazu wurden bei 15°C 34,9 g (0,1 Mol) feinpulverisiertes Pentachlorbenzolsulfo-chlorid in kleinen Portionen gegeben. Es erfolgte ein Temperaturanstieg. Nach dem Eintragen lag eine dickflüssige Masse vor, die 5 Stunden bei 80°C erhitzt wurde. Nach dem Erkalten wurde das Reaktionsprodukt mit verdünntem HCl verrieben, abgesaugt, mit Wasser gewaschen, getrocknet und umkristallisiert.

2. Herstellung von N-substituierten Sulfonamiden durch die Umsetzung von unsubstituierten Sulfonamiden mit Halogeniden

Beispiel 1:

2,4,5-Trichlorbenzolsulfon-2,4,5-trichlorbenzylamid: 36 g (0,1 Mol) 2,4,5-Trichlorbenzolsulfonamid wurden in einer Lösung von Natrium-äthylat -- hergestellt durch die Einwirkung von 2,3 g (0,1 Atom) Natrium auf 50 cm³ absolutem Äthanol -- gelöst. Nach längerem Rühren wurde zur Trockene eingedampft, der Rückstand in 250 cm³ Benzol aufgeschlämmt und in die Suspension 23 g (0,1 Mol) 2,4,5-Trichlorbenzylchlorid eingetragen. Nach 4stündigem Kochen unter Rückfluß wurde das Lösungsmittel abdestilliert, der Rückstand mit Wasser gewaschen, getrocknet und umkristallisiert.

Beispiel 2:

Umsetzung von 2,4,5-Trichlorbenzolsulfonamid (I) mit 4,4'-Dichlor-3,3',5,5'-tetrinitro-diphenyltrichlormethan (II): 53,4 g (0,1 Mol) II wurden in 1,5 Liter Benzol gelöst, dazu unter Rühren 52,1 g (0,2 Mol) I gegeben, das Gemisch zum Sieden gebracht und 50,5 g (0,5 Mol) Triäthylamin zugetropft. Nach 15stündigem Kochen unter Rückfluß wurde Benzol abdestilliert, der Rückstand mit Wasser gewaschen, getrocknet und umkristallisiert.

B. Chemische Eigenschaften (s. Tab. 3)

5. Umsetzung mit PCl₅: 17 g 2,4,5-Trichlorbenzolsulfon-diäthanolamid wurden in einem Mörser mit 40,7 g PCl₅ gut miteinander verrieben. Dabei erfolgte ein Temperaturanstieg. Das Gemisch wurde 5 Stunden im Rundkolben auf 90–100°C erhitzt, mit Eis verührt, mit Wasser gewaschen und aus Äthanol umkristallisiert.

6. Nachchlorierung:

6.1. Mit Chlor:

Beispiel 1:

Chlormethylsulfon-hexachlor-p-amidodiphenyl: In eine Lösung von 15 g Chlormethylsulfon-p-amidodiphenyl und 2 g FeCl₃ in 225 g o-Dichlorbenzol wurde unter Rühren bei 35°C Chlor 30 Stunden eingeleitet. Das o-Dichlorbenzol wurde im Vakuum entfernt, der Rückstand mit Eisessig versetzt und stehen gelassen, wobei das Produkt auskristallisierte.

Beispiel 2:

Benzolsulfon-dichlordiphenylamid: 77,25 g (0,25 Mol) Benzolsulfon-diphenylamid und 2 g FeCl₃ wurden in 400 cm³ CCl₄ in der Wärme gelöst, die Lösung auf Zimmertemperatur abgekühlt und Chlor unter Rühren eingeleitet, wobei ein Temperaturanstieg und ein Farbumschlag von grün nach blau beobachtet wurde. Bei 35°C wurde 20 Stunden chloriert, die Lösung zur Trockene eingedampft, der Rückstand mit Wasser gewaschen und getrocknet.

Beispiel 3:

p-Chlorbenzylsulfon-2,4,6-trichloranilid: 6,5 g p-Chlorbenzylsulfon-anilid wurden in 100 cm³ CCl₄ suspendiert, dazu 0,9 g FeCl₃ gegeben und 30 Stunden lang bei 25°C

chloriert. Danach wurde im Vakuum zur Trockene eingedampft, der Rückstand mit Wasser gewaschen, getrocknet und umkristallisiert.

Beispiel 4:

2,4,5-Trichlorbenzolsulfon-2,4,6-trichloranilid: a) In einem Rundkolben wurde eine Lösung von 530 g (5 Mol) calc. Na₂CO₃ in 2,5 Liter Wasser und 465 (5 Mol) Anilin vorgelegt. Unter kräftigem Rühren wurden bei Zimmertemperatur 1400g (5 Mol) feinpulverisiertes 2,4,5-Trichlorbenzolsulfon-chlorid innerhalb einer Stunde eingetragen. Nach 15 Minuten fand unter schwacher CO₂- und Wärmeentwicklung (bis 40°C) die Umsetzung statt. Das Reaktionsprodukt wurde abgenutscht, mit heißem Wasser gewaschen und getrocknet. Die Ausbeute an 2,4,5-Trichlorbenzolsulfon-anilid betrug 1660 g (98,5% d. Th.). Bräunliche, oolitische Kristalle vom Schmp. 150°C.

b) 168,25 g (0,5 Mol) 2,4,5-Trichlorbenzolsulfon-anilid wurden in 400 cm³ CCl₄ suspendiert, mit 5 g wasserfreiem FeCl₃ versetzt und unter Rühren bei 40°C so lange Chlor eingeleitet (8,5 l/h), bis in einer — durch Abnutschen, mit heißem Wasser waschen — aufgearbeiteten Probe ein Chlorgehalt entsprechend 3 Atomen Chlor analytisch bestimmt werden konnte (9–10 Stunden). Nach beendeter Chlorierung wurde das Lösungsmittel mit Wasserdampf abdestilliert, der Rückstand abgesaugt, mit heißem Wasser gewaschen und getrocknet. Schmp. 178–180°C. Die Ausbeute betrug 200 g (90,9% d. Th.).

Tabelle 2

Stunde Chlorierung	Schmp.	gef. Chlor %	Formel	Schmp.
0,0	150°C	31,6		155°C
0,5	104°C	39,3		150°C
				172°C
3,0	157°C	43,6		170°C
9,0	179°C	47,9		185°C

Die Nachchlorierung verlief in 3 Etappen (s. Abb. 1):

1. Zur Bildung von einem Gemisch von o- und p-Chloranilid: 0,5 Stunden.
2. Zur Bildung vom 2,4-Dichloranilid: 2,5 Stunden.
3. Zur Bildung vom 2,4,6-Trichloranilid: 6 Stunden.

Tabelle 3












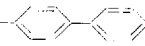






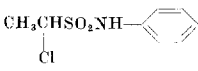
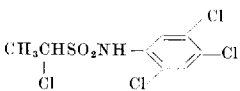
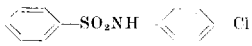
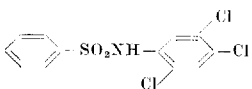
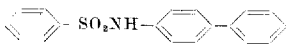
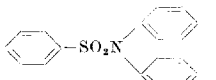
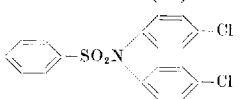
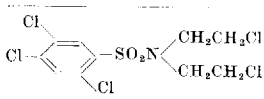
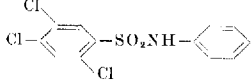
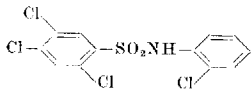
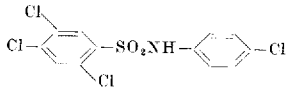
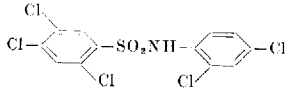
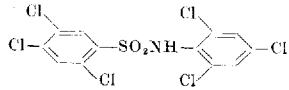
Formel	Verfahren (Temp.)	umkrist. aus
$\text{CH}_3\text{SO}_2\text{NH}-$ 	1.1.	Äthanol + Wasser
$\text{CH}_3\text{SO}_2\text{NH}-$ 	Nachchlorierung	Äthanol
$\text{CH}_3\text{SO}_2\text{NH}-$ 	1.3.	Äthanol
$\text{CH}_3\text{SO}_2\text{N}-$  SCCl ₃	—	Aceton + Wasser
$\left[\text{CH}_3\text{SO}_2\text{N}-$  S—	—	Äthanol
$\text{ClCH}_2\text{SO}_2\text{N}-$  SO ₂ CCl ₃		Benzol + Leichtbenzin
$\text{ClCH}_2\text{SO}_2\text{NH}-$ 	Nachchlorierung	Methylcellosolve + Wasser
$\left[\text{ClCH}_2\text{SO}_2\text{NH}-$  — S —	1.3.	Äthanol
$\text{ClCH}_2\text{SO}_2\text{NH}-$ 	1.2.	Perchloräthylen
$\text{ClCH}_2\text{SO}_2\text{NH}-$ 	1.2.	Perchloräthylen
$\text{ClCH}_2\text{SO}_2\text{NH}-$ 	1.5. (200°)	Äthanol + Wasser
$\text{ClCH}_2\text{SO}_2\text{NH}-$ 	1.3. 1.4. 1.5. (130°)	Eisessig + Wasser
$\text{ClCH}_2\text{SO}_2\text{NH}-$  —  — Cl	Nachchlorierung	Äthanol
$\text{ClCH}_2\text{SO}_2\text{NH}-$  —  — Cl ₆	Nachchlorierung	Äthanol + Wasser
$\left[\text{ClCH}_2\text{SO}_2\text{NH}-$  —	1.5. (86°)	Eisessig + Wasser
$\left[\text{ClCH}_2\text{SO}_2\text{NH}-$  —	Nachchlorierung	Eisessig + Wasser

Tabelle 3

Kristall-Form	Schmp. °C	Ausbeute %	Summenformel	Mol-Gew.	Analyse
farblose Prismen	100	79	$C_7H_5NO_2S$	171,2	ber.: C 49,12 H 5,31 N 8,11 gef.: C 49,01 H 5,55 N 8,38
große farblose Prismen	119,5	81,5	$C_7H_7Cl_2NO_2S$	240,1	ber.: C 35,02 H 2,95 Cl 29,5 N 5,83 S 13,3 gef.: C 35,44 H 3,06 Cl 29,7 N 6,17 S 13,3
farblose Prismen	145	48	$C_7H_5Cl_3NO_2S$	274,6	ber.: Cl 38,7 N 5,09 S 11,7 gef.: Cl 38,7 N 5,23 S 11,8
farblose Kristalle	150,5	95	$C_8H_5Cl_6NO_2S_2$	424,0	ber.: N 3,30 gef.: N 3,80
farblose Prismen mit gelblichem Schimmer	111,5	—	$C_{11}H_{10}Cl_6N_2O_4S_4$	611,3	ber.: Cl 34,8 S 20,9 gef.: Cl 33,1 S 19,9
farblose glitzernde Schuppen	127,5	—	$C_8H_7Cl_4NO_2S_2$	387,1	ber.: N 3,61 S 16,5 gef.: N 4,05 S 16,2
farblose Prismen	102	99	$C_7H_5Cl_3NO_2S$	274,6	ber.: N 5,05 S 11,7 gef.: N 5,53 S 12,4
gelbliche Kristalle	176	38,2	$C_{11}H_{14}Cl_2N_2O_4S_2$	527,6	ber.: C 35,51 H 2,99 Cl 15,0 N 5,91 S 27,0 gef.: C 35,81 H 3,16 Cl 13,5 N 5,96 S 27,1
orangefarbene Spieße	125,5	14,8	$C_{11}H_{10}ClNO_2S$	255,5	ber.: Cl 13,8 N 5,47 S 12,4 gef.: Cl 13,5 N 6,03 S 11,4
bräunliche Prismen	109	14,7	$C_{11}H_{10}ClNO_2S$	255,8	ber.: N 5,47 gef.: N 6,27
farblose Prismen mit bräunlichem Schimmer	183	66,5	$C_7H_5Cl_4NO_2S$	337,9	ber.: Cl 56,4 gef.: Cl 56,2
bräunlich glitzernde Schuppen	122–125	25,6 41 75,7	$C_{13}H_{12}ClNO_2S$	281,8	ber.: C 55,39 H 4,29 Cl 12,6 S 11,3 gef.: C 55,52 H 4,37 Cl 13,1 S 11,6
bräunl. Prismen	120–122	—	$C_{13}H_{11}Cl_2NO_2S$	ber. 316,2 gef.: 332	ber.: Cl 22,4 S 10,1 gef.: Cl 21,8 S 9,0
farblose Rosetten	167,5	26	$C_{12}H_6Cl_4NO_2S$	488,5	ber.: N 2,89 S 6,57 gef.: N 3,08 S 5,98
weiße Kristalle	238	35	$C_{14}H_{14}Cl_2N_2O_4S_2$	409,4	ber.: C 41,06 H 2,95 Cl 17,3 N 6,84 S 15,6 gef.: C 41,98 H 3,53 Cl 17,1 N 6,55 S 16,5
bräunliches Pulver	150–155	99	$C_{14}H_{12}Cl_4N_2O_4S_2$	478,3	ber.: C 35,14 H 2,94 gef.: C 35,99 H 3,34

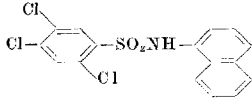
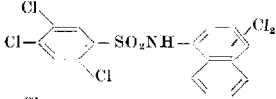
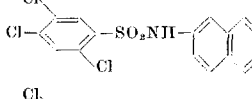
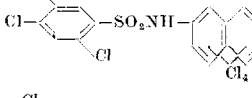
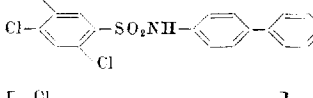
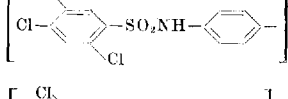
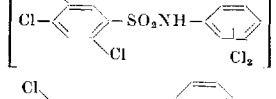
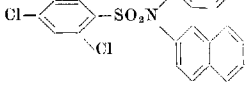
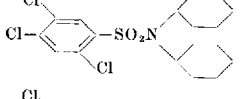
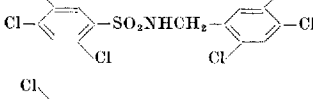
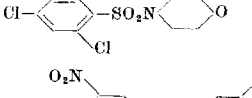
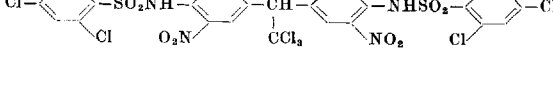
Tabelle 3

Formel	Verfahren (Temp.)	unkrist. aus
	1.1.	—
	1.3.	Äthanol + Wasser
$n\text{-C}_4\text{H}_9\text{SO}_2\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_4\text{Cl}$	1.5. (95°)	CCl_4 + Leichtbenzin
	1.5. (126°)	Äthanol + Wasser
	1.5. (110°)	Äthanol
	1.2.	Äthanol
	1.5. (106°)	Methylcellosolve + Äthanol
	Nach- chlorierung	Dimethylformamid + Wasser
	—	Äthanol
	1.4. 1.5.	Äthanol
	1.5. (150°)	Äthylcellosolve + Äthanol
	1.5. (150°)	Äthanol
	Nach- chlorierung	Dimethylformamid + Wasser
	Nach- chlorierung	Dimethylformamid - Äthanol

(Fortsetzung)

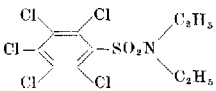
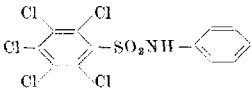
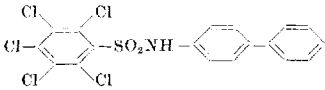
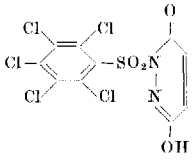
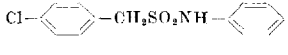
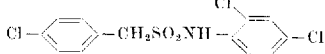
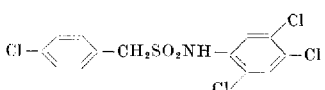
Kristall-Form	Schmp. °C	Aus- beute %	Summenformel	Mol-Gew.	Analyse
strohgelbes vis- koses Öl	Sdp. 155°/ 15 mm	..	C ₈ H ₁₀ ClNO ₂ S	219,7	ber.: N 6,37 gef.: N 6,30
farblose Prismen mit bräunlichem Schimmer	137	3,5	C ₈ H ₇ Cl ₄ NO ₂ S	323,1	ber.: N 4,33 S 9,9 gef.: N 4,72 S 10,7
farblose glitzern- de Kristalle	65	6,5	C ₁₀ H ₁₃ ClNO ₂ S	247,8	ber.: Cl 14,3 N 5,65 S 12,9 gef.: Cl 14,0 N 6,44 S 13,0
große farblose Prismen mit vio- lettem Schimmer	122	74	C ₁₂ H ₁₀ ClNO ₂ S	267,7	ber.: Cl 13,2 N 5,22 S 11,9 gef.: Cl 13,1 N 5,22 S 11,7
bräunl. Prismen	137,5	90,5	C ₁₂ H ₈ Cl ₂ NO ₂ S	336,7	ber.: Cl 31,6 N 4,15 S 9,5 gef.: Cl 31,5 N 4,49 S 9,4
bräunl. Prismen	115 – 118	91,5	C ₁₈ H ₁₃ NO ₂ S	309,4	ber.: C 69,87 H 4,91 S 10,3 gef.: C 68,73 H 4,76 S 11,0
farblose Nadelchen mit grünlichem Schimmer	125,5	74	C ₁₈ H ₁₂ NO ₂ S	309,4	ber.: C 69,87 H 4,91 N 4,52 S 10,3 gef.: C 69,75 H 4,99 N 4,44 S 10,3
farblose Prismen	132 – 135	52	C ₁₃ H ₁₃ Cl ₂ NO ₂ S	378,3	ber.: N 3,70 S 8,4 gef.: N 4,43 S 7,9
farblose Kristalle	147	42	C ₁₀ H ₁₀ Cl ₅ NO ₂ S	385,6	ber.: N 3,63 S 8,3 gef.: N 4,50 S 9,0
farblose Prismen mit bräunlichem Schimmer	153 – 155	95	C ₁₂ H ₈ Cl ₃ NO ₂ S	336,7	ber.: N 4,15 S 9,5 gef.: N 4,62 S 9,4
bräunl. Prismen	172	95,7	C ₁₂ H ₇ Cl ₄ NO ₂ S	371,1	ber.: N 3,77 S 8,6 gef.: N 3,91 S 7,8
bräunl. Prismen	150	95,5	C ₁₂ H ₇ Cl ₄ NO ₂ S	371,1	ber.: N 3,77 S 8,6 gef.: N 3,87 S 7,9
bräunliche Schuppen	170	98	C ₁₂ H ₆ Cl ₅ NO ₂ S	ber. 405,6 gef. 427	ber.: C 35,22 H 1,50 Cl 43,7 N 3,45 S 7,9 gef.: C 35,59 H 1,50 Cl 43,1 N 3,98 S 7,8
bräunl. Prismen	185	99	C ₁₂ H ₅ Cl ₄ NO ₂ S	ber. 440,0 gef. 442	ber.: Cl 48,3 N 3,15 S 7,3 gef.: Cl 48,5 N 3,37 S 6,8

Tabelle 3

Formel	Verfahren (Temp.)	umkrist. aus
	1.2. 1.4. 1.5.	Äthanol
	Nachchlorierung	Eisessig
	1.2. 1.4. 1.5.	Benzol + Leichtbenzin
	Nachchlorierung	Eisessig
	1.2.	Eisessig
	1.2. 1.4.	Dimethylformamid + Äthanol
	Nachchlorierung	Eisessig
	1.5. (130°)	Eisessig + Wasser
	1.5. (126°)	Äthanol
	2	Dimethylformamid + Wasser
	1.4.	Äthanol
	2	Eisessig + Wasser

(Fortsetzung)

Kristall-Form	Schmp. °C	Aus- beute %	Summenformel	Mol-Gew.	Analyse
bräunl. Prismen	163	—	$C_{16}H_{13}Cl_3NO_2S$	386,7	ber.: C 49,70 H 2,61 N 3,62 S 8,3 gef.: C 50,11 H 3,02 N 4,68 S 7,5
graues Pulver	190,5	62	$C_{16}H_6Cl_3NO_2S$	455,6	ber.: Cl 38,9 N 3,07 S 7,0 gef.: Cl 37,8 N 3,45 S 6,9
rötliche Prismen	110	99	$C_{16}H_{10}Cl_3NO_2S$	386,7	ber.: S 8,3 gef.: S 7,9
farblose Prismen	163–161	44	$C_{16}H_6Cl_7NO_2S$	524,5	ber.: C 36,64 H 1,16 Cl 47,3 N 2,66 S 6,1 gef.: C 36,07 H 1,59 Cl 47,0 N 3,52 S 5,9
bräunliches Pulver	84–86	52,5	$C_{18}H_{12}Cl_3NO_2S$	412,8	ber.: N 3,39 S 7,8 gef.: N 3,91 S 6,9
bräunliche Kristalle	247	59,5	$C_{24}H_{14}Cl_6N_2O_4S_2$	671,3	ber.: Cl 31,6 N 4,16 S 9,5 gef.: Cl 31,3 N 4,54 S 9,6
graues Pulver	174	—	$C_{24}H_{10}Cl_{10}N_2O_4S_2$	809,1	ber.: N 3,46 S 7,9 gef.: N 4,00 S 7,6
dunkelbraunes Pulver	148 (Zers.)	6	$C_{22}H_{14}Cl_3NO_2S \cdot$ $2 C_{16}H_{13}$	913,4	ber.: Cl 11,6 N 4,59 S 3,5 gef.: Cl 11,7 N 5,40 S 3,6
glitzernde bräun- liche Schuppen	168,5	18,5	$C_{18}H_{24}Cl_3NO_2S$	424,9	ber.: Cl 25,0 N 3,29 S 7,5 gef.: Cl 25,0 N 3,35 S 7,3
farblose Kristalle	135,5	77	$C_{13}H_7Cl_6NO_2S$	451,0	ber.: Cl 46,8 N 3,08 S 7,6 gef.: Cl 46,1 N 3,68 S 6,5
graue Nadelchen	161	15,2	$C_{19}H_{10}Cl_3NO_2S$	330,7	ber.: Cl 32,1 N 4,23 S 9,7 gef.: Cl 32,8 N 4,17 S 9,2
gelbes Pulver	170–171	97,5	$C_{26}H_{11}Cl_9N_6O_{12}S_2$	982,7	ber.: N 8,34 S 6,6 gef.: N 8,88 S 6,4

Formel	Verfahren (Temp.)	umkrist. aus
	1.5. (100°)	Äthanol
	1.5. (80°)	Methylcellosolve + Äthanol
	1.3.	Eisessig + Wasser
	1.4.	Äthanol + Wasser
	1.1. 1.4.	Benzol + Leichtbenzin
	Nachchlorierung	Eisessig + Wasser
	1.3.	Aceton + Wasser

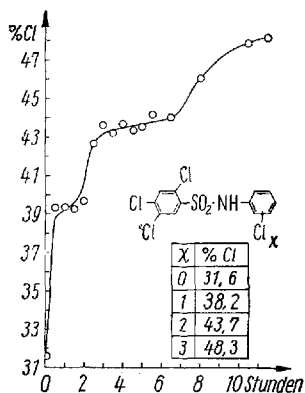


Abb. 1. Verlauf der Nachchlorierung von 2,4,5-Trichlorbenzolsulfon-anilid (3stufig)

6.2. Mit SO_2Cl_2 :

Beispiel 1:

Chlormethylsulfon-2,4-dichloranilid: 72,6 g Chlormethylsulfon-anilid wurden in $200 \text{ cm}^3 \text{ CCl}_4$ in der Wärme gelöst, die Lösung abgekühlt, mit 476,9 g SO_2Cl_2 versetzt und die Mischung 13 Stunden unter Rückfluß gekocht. Nach dem zur Trockene Eindampfen der Lösung blieb eine feste hellbraune Substanz, die mit verdünntem HCl verrieben, anschließend mit Wasser gewaschen und getrocknet wurde.

Beispiel 2:

Bis-Chlormethylsulfon-dichlorbenzidid: 81,8 g (0,2 Mol) Bis-Chlormethylsulfon-benzidid wurden in $450 \text{ cm}^3 \text{ CCl}_4$ suspendiert, mit 2 g Jod und 135 g (1 Mol) SO_2Cl_2 versetzt und das Gemisch 20 Stunden unter Rückfluß gekocht. Anschließend wurde die Lösung eingedampft, der Rückstand mit verdünntem HCl verrieben, mit Wasser gewaschen und getrocknet.

(Fortsetzung)

Kristall-Form	Schmp. °C	Ausbeute %	Summenformel	Mol-Gew.	Analyse
bräunl. Kristalle	102	38,4	$C_{10}H_{10}Cl_5NO_2S$	385,6	ber.: Cl 45,9 N 3,63 S 8,3 gef.: Cl 46,3 N 3,64 S 8,4
farblose Prismen	221	99	$C_{12}H_2Cl_5NO_2S$	405,6	ber.: C 35,52 H 1,47 Cl 43,7 N 3,45 S 7,9 gef.: C 35,62 H 1,61 Cl 44,0 N 3,95 S 7,5
gelbliche Kristalle	178	35,5	$C_{18}H_{10}Cl_6NO_2S$	481,7	ber.: Cl 36,8 N 2,90 S 6,6 gef.: Cl 35,8 N 2,81 S 6,8
bräunliche Schuppen	232 (Zers.)	—	$C_{10}H_8Cl_5N_2O_4S$	424,5	ber.: N 6,59 S 7,5 gef.: N 6,26 S 6,9
farblose Schuppen	114	75 46,5	$C_{13}H_{12}ClNO_2S$	281,8	ber.: Cl 12,6 N 4,96 S 11,4 gef.: Cl 13,4 N 5,27 S 11,4
graues Pulver	174	93,5	$C_{13}H_8Cl_4NO_2S$	385,1	ber.: S 8,3 gef.: S 7,6
farblose Nadelchen	160	67,7	$C_{13}H_8Cl_4NO_2S$	385,1	ber.: Cl 36,8 N 3,63 S 8,3 gef.: Cl 36,2 N 4,10 S 7,7

Beispiel 3:

Bis-2,4,5-Trichlorbenzol-tetrachlorbenzidid: a) 18,2 g (0,1 Mol) Benzidin wurden in 100 cm³ Dioxan gelöst, mit einer Lösung von 21,2 g (0,2 Mol) Na₂CO₃ in 100 cm³ Wasser versetzt und dazu eine Lösung von 56 g (0,2 Mol) 2,4,5-Trichlorbenzolsulfochlorid in 100 cm³ warmem Dioxan tropfenweise gegeben. Das Reaktionsgemisch wurde 2 Stunden bei 100 °C, anschließend 3 Stunden bei Zimmertemperatur nachgerührt, abgesaugt, mit heißem Wasser gewaschen und getrocknet. Die Ausbeute betrug 28 g (41,8% d. Th.).

b) 34,2 g Bis-2,4,5-Trichlorbenzolsulfon-benzidid wurden in 200 cm³ CCl₄ suspendiert, die Suspension mit 66,8 g SO₂Cl₂ versetzt und das Gemisch unter Rückfluß gekocht, bis in einer aufgearbeiteten Probe ein zusätzlicher Chlorgehalt entsprechend 4 Atomen Chlor analytisch bestimmt werden kann. Nach beendeter Chlorierung wird das Lösungsmittel und das überschüssige SO₂Cl₂ abdestilliert, der Rückstand mit Wasser gewaschen und getrocknet. Die Ausbeute betrug 40 g (97,5% d. Th.).

C. Biologische Eigenschaften: (s. Tab. 4)

Um die Sulfonamide auf ihre Eignung zur Bekämpfung von Keratin-Schädlingen zu prüfen, wurden wollene Muster mit einer geeigneten Formulierung des Sulfonamids behandelt.

Tabelle 4
 Biologische Prüfung der Sulfonamide
 (In der Färbeflotte)

Formel	% Sulfonamid auf Wollgewicht ber. (Konz.)	Mottenschutz			Teppichkäfer-Schutz		
		o	3 × w	5 × w	o	3 × w	5 × w
Unbehandelt	—	4	4	4	4	4	4
<chem>CH3SO2NH-C6H5</chem>	0,6	4	4	4	3		
<chem>CH3SO2NH-C6H4Cl2</chem>	0,6	4	4		3		
<chem>CH3SO2NH-C6H3Cl3</chem>	0,3 0,6	0 0	4 4			4	
<chem>ClCH2SO2NH-C6H5</chem>	0,3	4	4				
<chem>ClCH2SO2NH-C6H4Cl</chem>	0,3	1	4				
<chem>ClCH2SO2NH-C6H3Cl2</chem>	0,3	1	4				
<chem>ClCH2SO2NH-C6H4Cl2</chem>	0,6	0		4	4		
<chem>ClCH2SO2NH-C6H3Cl3</chem>	0,3 0,6	0 0	2 1			3	
<chem>ClCH2SO2NH-C6H2Cl4</chem>	0,3 0,6	1 0	3 4			3 3	
<chem>ClCH2SO2NH-C6H4Cl3</chem>	0,3 0,6	0 1	3 1			3 4	
<chem>ClCH2SO2NH-C6H3Cl4</chem>	5,0	0	1				

Tabelle 4 (Fortsetzung)

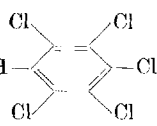
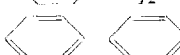

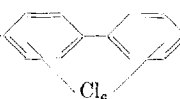



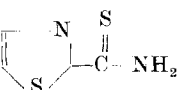
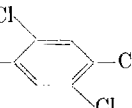
Formel	% Sulfonamid auf Wollgewicht ber. (Konz.)	Mottenschutz			Teppichkäfer-Schutz		
		o	3 × w	5 × w	o	3 × w	5 × w
$\text{ClCH}_2\text{SO}_2\text{NH}$ - 	1,0	0	2		1	4	
$\left[\text{ClCH}_2\text{SO}_2\text{NH} \text{---} \text{C}_6\text{H}_4 \text{---} \text{S} \right]_2$	0,3	4	4				
$\text{ClCH}_2\text{SO}_2\text{NH}$ - 	1,0	0		2	4	4	
$\text{ClCH}_2\text{SO}_2\text{NH}$ - 	0,3 0,6	0		3 3	3 3	4	
$\text{ClCH}_2\text{SO}_2\text{NH}$ - 	0,3 0,6	0 ⁻		1 ⁺ 0 ⁻	1 ⁺ 0 ⁻	2 ⁻ 1 ⁻	
$\left[\text{ClCH}_2\text{SO}_2\text{NH} \text{---} \text{C}_6\text{H}_3 \text{---} \right]_2$	0,6	4		4	2 ⁻		
$\left[\text{ClCH}_2\text{SO}_2\text{NH} \text{---} \text{C}_6\text{H}_3 \text{---} \right]_2$	0,6	4		4	2 ⁻		
$\text{ClCH}_2\text{SO}_2\text{NH}$ - 	0,6	4		4	3 ⁻		
$\text{ClCH}_2\text{SO}_2\text{N}$ - 	5,0	1	2				
$\text{ClCH}_2\text{SO}_2\text{N}$ - 	5,0	3					
$\text{ClCH}_2\text{SO}_2\text{NH}$ - 	5,0 0,3	1 0	2 2 ⁺				
$\text{CH}_3\text{CHSO}_2\text{NH}$ - 	0,6	0	0 ⁻		4	4	

Tabelle 4 (Fortsetzung)

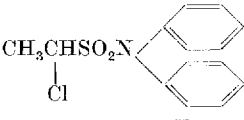
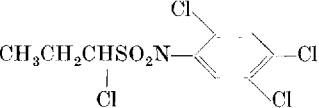
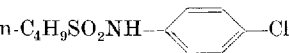
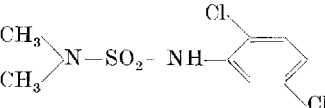
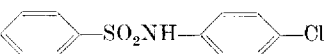
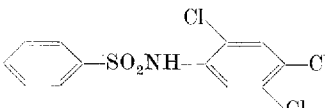
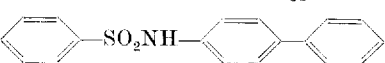
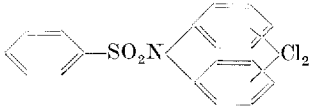
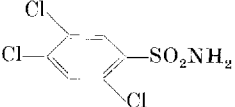
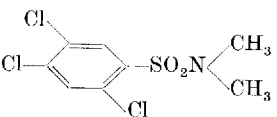
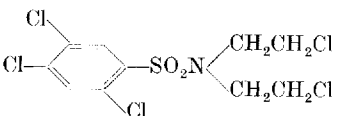
Formel	% Sulfonamid auf Wollgewicht ber. (Konz.)	Mottenschutz			Teppichkäfer-Schutz		
		o	3× w	5× w	o	3× w	5× w
	5,0	2	3				
	0,3 0,6	0 0	2- 1		4	4	
	5,0	4					
	5,0	3					
	5,0	4					
	0,3 0,6	2+ 2	2- 2			4	
	1,0	3		4	4		4
	0,6	4		4	4		
	0,3 5,0	3 2	4 3				
	0,3 5,0	3 1	4 4				
	5,0	2					

Tabelle 4 (Fortsetzung)

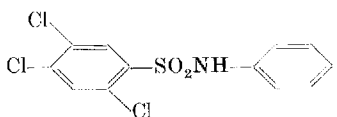
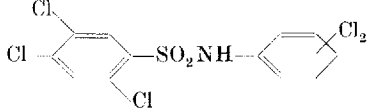
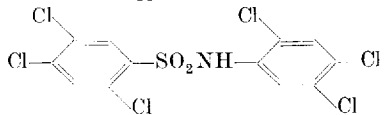
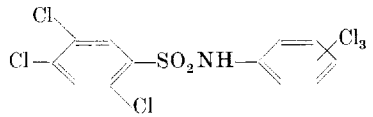
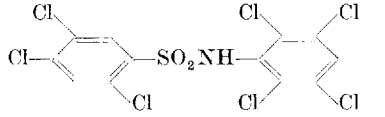
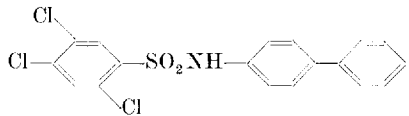
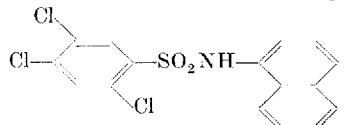
Formel	Sulfonamid auf Wollgewicht ber. (Konz.)	Mottenschutz			Teppichkäfer- Schutz			
		%	o	3 × w	5 × w	o	3 × w	5 × w
	5,0		3	4				
	0,6		0		3	3 ⁺		
	0,15		0	0		1 ⁺	4	
	0,3		0 ⁻	0 ⁻	1 ⁺	1	3	4
	0,6					0	4	4
	1,0		0		0	0		1
	0,15		0	0		2 ⁻	3	
	0,3		0	1 ⁻	1 ⁻	4	4	4
	1,0		0	0	0	1		4
	0,15		0		1 ⁺	2 ⁻		3
	0,3		0 ⁻		1 ⁺	3		
1,0		0		0	0	1	1	
	1,0		4		4	4		4
$\left[\text{Chemical structure of a sulfonamide with a 2,4-dichlorophenyl ring and a 4-chlorophenyl group} \right]_2$	0,6		4		4	3		
$\left[\text{Chemical structure of a sulfonamide with a 2,4-dichlorophenyl ring and a 2,4-dichlorophenyl group} \right]_2$	0,6		4		4	2		
	0,6		4		4	2 ⁻		

Tabelle 4 (Fortsetzung)

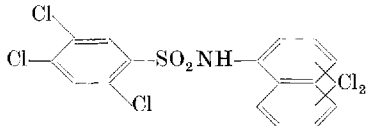
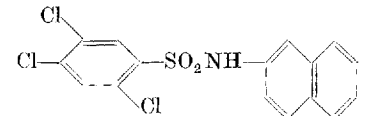
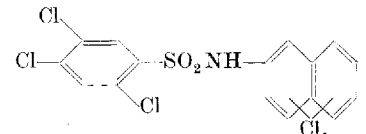
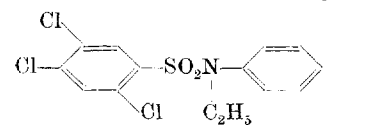
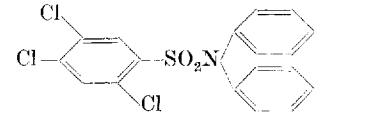
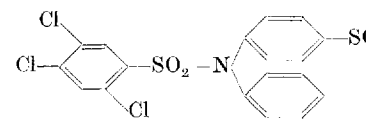
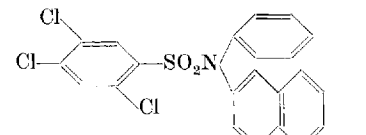
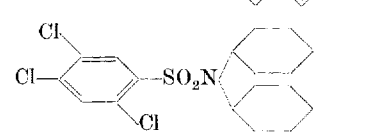
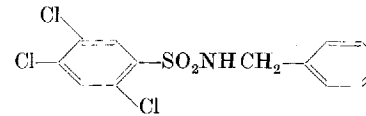
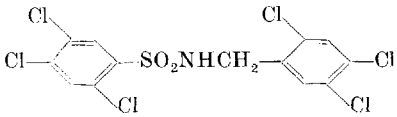
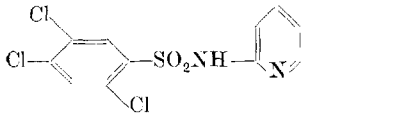
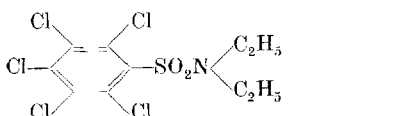
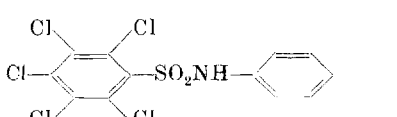
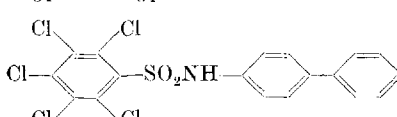
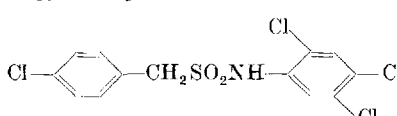
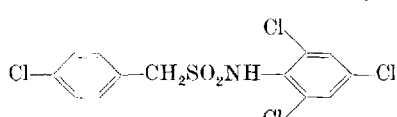
Formel	% Sulfonamid auf Wollgewicht ber. (Konz.)	Mottenschutz			Teppichkäfer-Schutz		
		o	3×w	5×w	o	3×w	5×w
	0,6	4		4	3-		
	0,6	4		4	3		
	0,6	4		4	3-		
	5,0	4					
	0,6 5,0	3 0	3 1				
	5,0	3					
	5,0	3					
	5,0	4					
	0,3	4	4				

Tabelle 4 (Fortsetzung)

Formel	% Sulfonamid auf Wollgewicht ber. (Konz.)	Mottenschutz			Teppichkäfer-Schutz		
		o	3×w	5×w	o	3×w	5×w
	0,3 5,0	4 1	4 2				
	5,0	4					
	5,0	4					
	1,0	2		4	4	4	4
	1,0	3		4	4		4
	0,3 0,6	2 0	2- 1		3		
	0,6	3		4	3-		

1. Formulierung und Applikation:

1.1. Färbe-Flotte: 10 Gewichtsteile des Sulfonamids wurden bei 120 °C in 70 Teilen Octandiol gelöst, mit einer Lösung von 1,5 Teilen NaOH in 11,5 Teilen Äthylcellosolve versetzt und dem Gemisch 7 Teile eines geeigneten Emulgators zugesetzt.

In einer Färbeflotte wurde das wollhaltige Material in Gegenwart von 10% Glaubersalz, mit einer Lösung, die z. B. 6% der obigen 10proz. Formulierung (entsprechend 0,6% Wirkstoff, berechnet auf Wollgewicht) enthielt, während 1 Stunde bei 92 °C behandelt. Nach 30 Minuten wurde mit verdünntem H₂SO₄ angesäuert.

1.2. Nachbehandlungsflotte: 10 Gewichtsteile des Sulfonamids wurden bei 120°C in 65 Teilen Octandiol gelöst, mit 15 Teilen Triäthanolamin versetzt und dem Gemisch 10 Teile eines geeigneten Emulgators zugesetzt.

In einer Nachbehandlungsflotte wurde das wollhaltige Material mit einer Lösung, die z. B. 6% der obigen 10proz. Formulierung enthielt, während 1 Stunde bei 55°C behandelt. Die Applikation erfolgte in Gegenwart von verdünnter Ameisensäure.

1.3. Chemisch-Reinigungsflotte: 10 Gewichtsteile des Sulfonamids wurden in 10 Teilen Isopropanol suspendiert, mit 5 Teilen Triäthanolamin versetzt, dazu 5 Teile Schwerbenzin gegeben und die Lösung auf 100 Teile mit Isopropanol verdünnt. Diese Formulierung wurde dem Chemisch-Reinigungsmittel beigegeben. Dauer der Behandlung 30 Minuten bei 20°C.

2. Prüfung auf Motten- bzw. Käferrecht: Zur Prüfung der Echtheit wurden Wollproben in gleicher Weise einmal in ungewaschenem Zustand (original = o) und nach 3- bzw. 5maliger Seifenwäsche bei 40°C (w) den Larven zum Zwangfraß ausgesetzt.

Als Köder wurde Pferde-Kot verwendet. Die Motten-Prüfung erfolgte bei 27°C und dauerte 14 Tage. Das Material galt als Motten- bzw. Käferrecht, wenn es sich nach 5maliger Seifenwäsche — nach DIN 57009 — bzw. nach 10maliger Chemisch-Wäsche als resistent gegen den Angriff von keratinfressenden Insekten erwies. Die Beurteilung war visuell.

Es bedeuten:

- 0 = ausgezeichneter Schutz,
- 1 = sehr guter Schutz,
- 2 = guter Schutz,
- 3 = nicht ausreichender Schutz,
- 4 = mangelhafter Schutz.

Helwan-Eltabbien (VAR), El Nasr Company for Manufacturing Coke & Chemicals und die Laboratorien des National Research Centre.

Bei der Redaktion eingegangen am 16. November 1965.