



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 45571

Kl. 12 q, 6/03

Instytut Przemysłu Organicznego *)

Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania kwasów N,N-dwumetyloaminobenzenosulfonowych

Patent trwa od dnia 9 sierpnia 1960 r.

Kwasy N,N-dwumetyloaminobenzenosulfonowe w postaci soli sodowych znajdują zastosowanie do standaryzacji barwników kadziowych oraz indygosoli. Dotychczasowe metody przemysłowe ich wytwarzania polegały głównie na metylowaniu kwasu sulfanilowego lub metanilowego przy pomocy chlorku metylu do kwasu N,N-dwumetylosulfanilowego lub N,N-dwumetylometanilowego. Metoda ta została ujawniona w raportach alianckich (FIAT 1313 t. I). Metoda metylowania kwasu sulfanilowego za pomocą siarczanu dwumetylu podana przez Houbena i Schreibera (Houben u. Schreiber Ber. 33, 2348—1920) nie znalazła zastosowania w przemyśle.

Również i metoda metylowania kwasu sulfanilowego za pomocą formaldehydu w obecności kwasu mrówkowego, opublikowana przez

Fierz — Dawida i Blangey'a (Fierz — Dawid i Blangey, Helv. Chimica Acta 23, 213, 1940) oraz Emersona, Neumana i Moundresa (Emerson, Neuman, Moundres. J. Am. Chem. Soc. 63, 972, 1941) wydaje się kłopotliwą, przy czym wydajność jest tu niezbyt zadawalająca.

W metodzie podanej w niemieckim opisie patentowym nr 44792 kwas N,N-dwumetyloaminobenzenosulfonowy można otrzymać przez sulfonowanie dwumetyloaniliny za pomocą 30%-owego oleum. W podanym w opisie patentowym przykładzie tok postępowania jest następujący: do sulfonatora wprowadza się 65 kg 30%-owego oleum i 10 kg dwumetyloaniliny. Temperatura sulfonacji wynosi 55—60° C. Nie podana jest wydajność. Jak wykazują badania przeprowadzone przez Kurakina (A. N. Kurakin, Z. Obščzej Chimii 18, 2089, 1948) oraz badania własne, otrzymuje się tą metodą wydajność równą 62% teorii.

Z prac przeprowadzonych nad metodą sulfonacji dwumetyloaniliny za pomocą oleum przez

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są mgr inż. Waldemar Topolski i mgr inż. Tomasz Budzisz.

Davidsona (A. Davidson, Intern. Dyestuffs, London, 1926, 54) i Kurakina (A. N. Kurakin, Z. Obszecznej Chimi, 18, 2089, 1948) wynika, że powstaje tutaj mieszanina izomerów meta i para. Przeprowadzone badania własne potwierdziły ten fakt.

Sposób według wynalazku polega na tym, że dwumetyloanilinę rozpuszcza się w monohydracie w temperaturze poniżej 30°C , a następnie wkrapla się oleum o zawartości około 60% wolnego SO_3 w takiej ilości, ażeby otrzymać w masie reakcyjnej stężenie wolnego SO_3 w granicach 20—40%. Temperatura w czasie wkraplania oleum nie może przekraczać 30°C . Następnie stopniowo podnosi się temperaturę masy sulfonacyjnej do $85\text{--}100^{\circ}\text{C}$ i utrzymuje tak długo, dopóki sulfonacja nie zajdzie do końca. Masę sulfonacyjną wylewa się do wody, poddaje wapniowaniu, a następnie sól wapniową przerabia na sodową w zwykły sposób. Uzyskana wydajność soli sodowej kwasów dwumetyloaminobenzenosulfonowych wynosi 90% teorii.

Sposób według wynalazku jest więc technologicznie prostszy, tańszy i wydajniejszy od wyżej opisanych metod.

Przykład: W sulfonatorze umieszcza się 590 części wagowych monohydratu, a następnie

dodaje 242 części wagowych dwumetyloaniliny przy mieszaniu i temperaturze nie przekraczającej 30°C . Następnie dodaje się 590 części wagowych 60%-owego oleum. W czasie dodawania oleum temperatura nie powinna przekroczyć 30°C . Po wkropleniu oleum temperaturę masy sulfonacyjnej podnosi się powoli do $85\text{--}100^{\circ}\text{C}$ i utrzymuje tak długo, dopóki cała ilość dwumetyloaniliny nie ulegnie sulfonacji. Następnie masę sulfonacyjną wylewa się do wody, wapniuje i soduje. Po wysuszeniu otrzymuje się 402 części wagowych soli sodowych kwasów N,N-dwumetyloaminobenzenosulfonowych. Stanowi to 90% wydajności teoretycznej.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania kwasów N,N-dwumetyloaminobenzenosulfonowych przez sulfonowanie dwumetyloaniliny za pomocą oleum, znamieny tym, że dwumetyloanilinę rozpuszcza się w monohydracie w temperaturze poniżej 30°C , po czym dodaje 60%-owego oleum i sulfonowanie prowadzi w temperaturze $60\text{--}100^{\circ}\text{C}$ utrzymując stężenie wolnego SO_3 w masie reakcyjnej w granicach 20—40%.

Instytut Przemysłu Organicznego