

URZĄD PATENTOWY
w WARSZAWIE
OPIS PATENTOWY

F28c 1/00

Nr 31437

Kl. 12 q, 10

MKP 607d

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt n. M. 115/00

607c 115/00

**Sposób wytwarzania stałych soli dwuazonowych
z 1-amino-4-nitrylobenzenów podstawionych w położeniu 2 i 5**

Zgłoszono 15 grudnia 1938

Udzielono 2 lutego 1943

Pierwszeństwo: 27 grudnia 1937 (Niemcy)

O możliwości wydzielania związków dwuazonowych za pomocą kwasu benzenojednosulfonowego dotychczas mało co wiadomo. Według patentu niemieckiego nr 572 268 przyjęto nawet, że kwas benzenojednosulfonowy nie reaguje wcale z roztworami soli dwuazonowych. W przeciwstawieniu do tego okazało się, że związki dwuazonowe z zasad o pewnym składzie tworzą z kwasem benzenosulfonowym sole, dające się wydzielić (porów. np. patenty niemieckie nr 532 685 (przykład VII) i nr 647 667 oraz francuski patent dodatkowy nr 47 549 do patentu nr 805 402).

Przy opracowaniu tej dziedziny okazało się, że znaczna liczba związków dwu-

azonowych o rozmaitym składzie nie daje się wydzielić w postaci soli benzenosulfonowych albo tylko w mierze technicznie niedostatecznej; inne związki dwuazonowe zaś dają się dobrze wydzielić, wykazują jednak wtedy rozpuszczalność, nie wystarczającą zupełnie do celów technicznych.

Obecnie stwierdzono, że sole dwuazonowe 1-amino-4-nitrylobenzenów, podstawionych w położeniu 2 i 5, można wydzielić z ich roztworów wodnych w postaci stałych soli benzenojednosulfonowych. Te sole dwuazonowe wykazują dobrą rozpuszczalność i trwałość. Po zmieszaniu ich ze zwykle stosowanymi środkami roz-

cieńszczającymi można je przerabiać na trwałe cenne sole nadające się do barwienia.

Przykład I. 100 części wagowych 1-amino-5-metylo-2-chloro-4-nitrylobenzenu dwuazuje się w temperaturze 20° — 25° C w 200 częściach wagowych kwasu nitrozylosiarkowego o 40% wagowych. Po ukończeniu dwuazowania wylewa się masę zdwuazowaną do 150 części wagowych lodu i 120 części wagowych wody, płucze naczynie, w którym odbywało się dwuazowanie, 80 częściami wagowymi wody, a do otrzymanego roztworu dodaje się 100 części wagowych siarczanu amonowego. Następnie przesącza się roztwór dwuazowy, zadaje ogrzanym do mniej więcej 65° C roztworem 104,4 części wagowych kwasu benzenojednosulfonowego w postaci soli sodowej w 180 częściach wagowych wody, przy czym należy dbać o dobre chłodzenie zewnętrzne, aby temperatura nie przekroczyła 20° C. Wydzielanie soli dwuazowej kończy się po dodaniu 200 części wagowych soli glauberskiej.

Po zwykłej przeróbce wykańczającej otrzymuje się z dobrą wydajnością sól kwasu benzenojednosulfonowego, stanowiącą po wysuszeniu białozółty proszek krystaliczny o dobrej rozpuszczalności i trwałości. Można ją ze zwykle stosowanymi środkami rozcieńczającymi przerabiać na sól do barwienia.

Przykład II. 100 części wagowych 1-amino-2,5-dwumetoksy-4-nitrylobenzenu dwuazuje się w temperaturze 10° — 15° C w 410 częściach wagowych 15%-owego kwasu solnego za pomocą 39,9 części wagowych azotynu sodowego, rozpuszczonego w 60 częściach wagowych wo-

dy. Po przesączeniu strąca się sól dwuazową z roztworu dwuazowego za pomocą ogrzanego do mniej więcej 65° C roztworu 97,4 części wagowych kwasu benzenojednosulfonowego w postaci soli sodowej w 170 częściach wagowych wody. Strącanie uzupełnia się przez dodanie 95 części wagowych soli glauberskiej.

Po zwykłej przeróbce wykańczającej otrzymuje się z dobrą wydajnością benzenosulfonian, stanowiący po wysuszeniu żółty proszek krystaliczny o dobrej rozpuszczalności i trwałości.

Sposób według wynalazku niniejszego można tą samą lub podobną metodą przeprowadzić również i przy zastosowaniu innych zasad o wymienionym składzie, np. 1-amino-2,5-dwuchloro-4-nitrylobenzenu, 1-amino-2-chloro-5-metoksy-4-nitrylobenzenu, 1-amino-2-bromo-5-metylo-4-nitrylobenzenu, 1-amino-2,5-dwumetylo-4-nitrylobenzenu, 1-amino-2,5-dwubromo-4-nitrylobenzenu, 1-amino-2,5-dwuetoksy-4-nitrylobenzenu.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania stałych soli dwuazonowych z 1-amino-4-nitrylobenzenów, podstawionych w położeniu 2 i 5, znamieny tym, że sole dwuazonowe wymienionych związków strąca się w postaci stałej z ich roztworów wodnych za pomocą soli kwasu benzenojednosulfonowego.

I. G. F a r b e n i n d u s t r i e
A k t i e n g e s e l l s c h a f t
Zastępca: M. Skrzypkowski
rzecznik patentowy