

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(11) 264 698

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 143/80

(21) PV 1299-88.W
(22) Přihlášeno 01 03 88

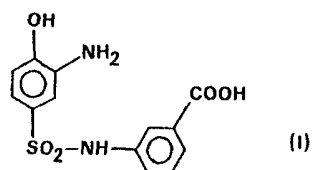
(40) Zveřejněno 15 11 88
(45) Vydáno 14 12 90

(75)
Autor vynálezu

BUZIK PAVEL ing., JESENSKÝ MILOŠ ing., RAMPAS RUDOLF,
ŽALOUDEK JOSEF dipl. tech., Ústí nad Labem

(54) 2-aminofenol-4-(N,3'-karboxyfenyl)sulfonamid a způsob jeho výroby

(57) Řešení spadá do oblasti chemie organických barviv. Cílem řešení je sloučenina 2-aminofenol-4-(N,3'-karboxyfenyl)sulfonamid a způsob její přípravy. Způsob přípravy 2-aminofenol-4-(N,3'-karboxyfenyl)sulfonamidu vzorce I



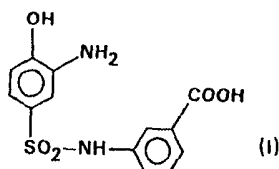
spočívá v tom, že se 2-nitrofenol-4-(N,3'-karboxyfenyl)sulfonamid redukuje ve vodném prostředí směsí železa a kyseliny chlorovodíkové nebo směsí železa a železnatých solí kyseliny chlorovodíkové nebo sírové při teplotě 90 až 100 °C.

Vynález se týká 2-aminofenol-4-(N,3-karboxyfenyl)sulfonamidu a způsobu jeho výroby.

K barvení vlny a polyamidu se používají kovokomplexní azobarviva, kde se jako aktivní komponenty používá 2-aminofenol-4-sulfonamid nebo 2-aminofenol-4-N-metylsulfonamid.

Nyní byla připravena sloučenina 2-aminofenol-4-(N,3-karboxyfenyl)sulfonamid, která má obdobné použití.

Způsob přípravy 2-aminofenol-4-(N,3-karboxyfenyl)sulfonamidu vzorce I

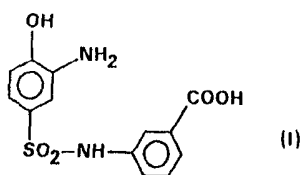


spočívá v tom, že se ve vodném prostředí redukuje 2-nitrofenol-4-(N,3-karboxyfenyl)sulfonamid směsí železa a kyseliny chlorovodíkové nebo směsí železa a železnatých solí kyseliny chlorovodíkové nebo sírové při teplotě 90 až 100 °C.

Vzniklá směs suspenze aminolátky a redukčních produktů (redukční kaly) se oddělí tak, že se aminolátka převede alkalizací hydroxidem sodným do roztoku a pevná suspenze se izoluje filtrací. Látka vzorce I se vyloučí z roztoku vykyselením vhodnou kyselinou, např. kyselinou chlorovodíkovou.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. 2-aminofenol-4-(N,3-karboxyfenyl)sulfonamid vzorce I



Průběh konverze není provázen vedlejšími reakcemi. Po izolaci se získá látka vzorce I s teplotou tání 253 až 255 °C. Diazotační a následnou kopulační titrací této látky byla potvrzena přítomnost aromaticky vázaného aminu a stanovena relativní molární hmotnost 308.

Provedení podle vynálezu upřesňuje dále uvedený příklad.

Příklad

Do 60 ml vody se za stálého míchání vnese 40 g železných pilin, vyhřeje na 80 °C a pomalu se přidají 4 ml kyseliny chlorovodíkové o koncentraci $c(\text{HCl}) = 9 \text{ mol/l}$. Reakční směs se vyhřeje na teplotu 85 až 90 °C a nechá se při této teplotě 30 minut míchat.

Potom se teplota upraví na 95 až 100 °C a zvolna se vnese během 4,5 hodin 33,8 g 100% 2-nitrofenol-4-(N,3-karboxyfenyl)sulfonamidu (0,1 mol). Po nadávkování se nechá směs 3 hodiny doreagovat při teplotě 100 °C.

Po ukončení redukce se suspenze převede do roztoku hydroxidem sodným o koncentraci $c(\text{NaOH}) = 10 \text{ mol/l}$ a případným naředěním vodou. Po alkalizaci má roztok konečné pH 11 až 12,5.

Roztok se vyhřeje na 100 °C, krátce se vymíchá a redukční kaly se oddělí filtrací. Filtrát se ochladí na teplotu 10 až 20 °C, zvolna se vykyslí kyselinou chlorovodíkovou a produkt se izoluje filtrací. Filtrační koláč se promyje vodou do ztráty kyselé reakce filtrátů.

Získá se 26 g produktu vzorce I s výše uvedenou t. t.

2. Způsob přípravy 2-aminofenol-4-(N,3-karboxyfenyl)sulfonamidu vzorce I podle bodu 1, vyznačený tím, že se ve vodném prostředí redukuje 2-nitrofenol-4-(N,3-karboxyfenyl)sulfonamid směsí železa a kyseliny chlorovodíkové nebo směsí železa a železnatých solí kyseliny chlorovodíkové nebo sírové při teplotě 90 až 100 °C.