

URZĄD PATENTOWY



6070 115/00

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 20454.

Kl. 12 q, 10.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Sposób otrzymywania stałych, trwałych preparatów dwuazowych.

Zgłoszono 7 lutego 1933 r.

Udzielono 27 sierpnia 1934 r.

Pierwszeństwo: 13 lutego 1932 r. (Niemcy).

Wykryto, że można otrzymywać cenne, trwałe preparaty dwuazowe w postaci stałej poddając dowolne roztwory soli dwuazonowych reakcji wymiany z kwasami sulfonowymi szeregu cyklicznego, zawierającymi przy azocie jedną lub większą liczbę acylowanych grup aminowych. Tego rodzaju acylowane kwasy aminowe można otrzymywać sposobami znanymi, działając na kwasy amino-benzeno-sulfonowe lub aminonaftalenosulfonowe lub odpowiednie kwasy sulfonokarbonowe albo na ich sole kwasem mrówkowym, lodowatym kwasem octowym, chlorkiem acetylowym, bezwodnikiem kwasu octowego, chlorkiem benzoylowym, sulfochlorkiem toluenowym lub podobnie

acydylująco działającymi związkami. Zamiast pochodnych benzenowych i naftalenowych można stosować kwasy aminosulfonowe o innych układach pierścieniowych, np. kwasy aminokarbazolosulfonowe, amincantracenosulfonowe, aminoacenaftenosulfonowe oraz homologi i produkty podstawienia tych związków. Otrzymane w ten sposób preparaty dwuazowe są to dobrze krystalizujące związki, bezbarwne do żółtych, które, pomimo zdolności łatwego osadzania się, posiadają dostateczną rozpuszczalność i wykazują wybitną trwałość w postaci stałej, jako takie lub zmieszane z odpowiednimi środkami, służącymi do nastawiania i rozcieńczania, np. z siarczanem

sodowym, z siarczanem glinowym lub z substancjami podobnymi.

Przykład I. 142,5 części wagowych 4-chloro-2-amino-1-metylobenzenu możliwie stężonego przeprowadza się w sposób znany w sól dwuazoniową w roztworze kwasu solnego zapomocą 69 części wag. azotynu sodowego. Do roztworu tego wprowadza się w temperaturze poniżej 20°C nieco więcej, niż obrachowaną ilość 1-acetyloaminobenzenu-4-sulfonianu sodowego, który rozpuszcza się, dając roztwór przezroczysty; wkrótce zaczyna się obficie wydzielanie się żółto zabarwionych kryształów. Przez ochłodzenie do 0°C krystalizację tę można przeprowadzić do końca. Powstałą masę krystaliczną odwirowuje się i kryształy, otrzymane w ten sposób, suszy w temperaturze poniżej 50°C. Sucha sól dwuazoniowa kwasu 1-acetyloaminobenzenu-4-sulfonowego jest bardzo dobrze rozpuszczalna w wodzie, w stanie stałym, jako taka lub w mieszaninie ze zwykłymi środkami rozcieńczającymi jest wybitnie trwała, nie jest wybuchowa i jest niewrażliwa na tarcie, jest mało palna i nadaje się bardzo do celów kolorystycznych.

Zastępując kwas 1-acetyloaminobenzenu-4-sulfonowy równoważnymi ilościami kwasu 4'-toluenosulfonyloaminobenzenu-4-sulfonowego, dającego się otrzymać działaniem sulfochlorku 4-toluenowego na kwas aminobenzenu-4-sulfonowy, albo zastępując go kwasem 1-acetyloaminonaftaleno-4-sulfonowym, lub kwasem 1-acetyloaminonaftaleno-5-sulfonowym, otrzymuje się podobne sole dwuazoniowe kwasu 4'-tolueno-sulfonyloaminobenzenu-4-sulfonowego lub kwasu 1-acetyloaminonaftaleno-4-(względnie)-5-sulfonowego.

Przykład II. 152 części wagowych 5-

nitro-2-amino-1-metylobenzenu przeprowadza się w roztworze kwasu solnego zapomocą 69 części wagowych azotynu sodowego w sól dwuazoniową. Do tego roztworu soli dwuazowej dodaje się stężonego roztworu nieco więcej, niż obrachowaną ilość kwasu 2-acetylo-amino-benzenu-4-sulfo-1-karbonowego, przyczem sól dwuazoniową osadza się obficie w postaci pięknych kryształów, którą się wyosabia w sposób, opisany w przykładzie I.

Przykład III. 137 części wagowych kwasu aminobenzenu-o-karbonowego dwuazuje się, jak zwykle, 69 częściami wagowymi azotynu sodowego. Roztwór dwuazowy zadaje się obrachowaną ilością kwasu 1-benzenosulfonyloaminonaftaleno-5-sulfonowego, przyczem sól dwuazowa wydziela się obficie w postaci krystalicznej. Wydajność jest prawie że ilościowa.

W sposób podobny zapomocą aromatycznych i heterocyklicznych kwasów acyloaminosulfonowych można przekształcić związki dwuazoniowe *p*-nitroaniliny, *m*-chloroaniliny, 4-nitro-2-chloroaniliny i dwuanizydyny.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania stałych, trwałych preparatów dwuazowych, znamienny tem, że dowolne związki dwuazoniowe poddaje się reakcji wymiany z kwasami sulfonowymi szeregu cyklicznego, zawierającymi przy azocie jedną lub większą liczbę acylowanych grup aminowych.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.

