



Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 14.12.77 (P. 203 017)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 29.01.79

Opis patentowy opublikowano: 31.07.1981

Int. Cl.³. C07C 147/12

CZYTELNIJA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Stanisław Stefaniak, Romuald Klimaszewski, Krystyna Straka
Uprawniony z patentu tymczasowego: Zakłady Chemiczne „Organika—Zachem”,
Bydgoszcz (Polska)

Sposób wytwarzania nowych N-acetyloaminoarylo- β - β -dwuchloroetylosulfonów

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania N-acetyloaminoarylo- β - β -dwuchloroetylosulfonów, które mają zastosowanie do produkcji barwników. Związki te, jak i sposób ich wytwarzania nie są znane.

Sposobem według wynalazku N-acetyloaminoarylo- β - β -dwuchloroetylosulfony otrzymuje się przez działanie w środowisku wodnym przy pH poniżej 7, na aminoarylo- β - β -dwuchloroetylosulfony, lub ich sole, bezwodnikiem względnie chlorobezwodnikiem kwasu octowego. Proces prowadzi się w zakresie temperatur 0°C–100°C. Wytworzony N-acetyloarylo- β - β -dwuchloroetylosulfon wydziela się z masy reakcyjnej w postaci stałej. Otrzymane na tej drodze produkty można stosować jako półprodukty do syntezy barwników różnych grup lub też do wytwarzania bardziej złożonych półproduktów barwnikarskich.

P r z y k ł a d I. 29 g chlorowodorku 3-aminofenylo- β - β -dwuchloroetylosulfonu rozpuszcza się w 200 ml wody i dodaje 3 g węgla aktywnego. Całość podgrzewa się do temperatury 60°C i filtruje od zanieczyszczeń. Po ochłodzeniu do temperatury otoczenia do filtratu dodaje się octan sodu w takiej ilości, aby pH masy reakcyjnej znajdowało się w granicach 3–4. Następnie dodaje się 25 ml bezwodnika kwasu octowego i miesza do zakończenia acetylacji, co trwa około 3 godzin. Otrzymany w reakcji 3-N-acetyloaminofenylo- β - β -dwuchloroetylosulfon wydziela się z masy reakcyjnej w postaci stałej. Po odfiltrowaniu, przemyciu wodą i wysuszeniu otrzymuje się 25 g białego krystalicznego produktu, który topnieje w temperaturze 144°C. W analogicznych warunkach uzyskuje się 3-N-acetylo-4-metoksyfenylo- β - β -dwuchloroetylosulfon i 2,4-dwumetylo-5-N-acetyloamino- β - β -dwuchloroetylosulfon.

P r z y k ł a d II. 26,8 g 3-amino-4-metylofenylo- β - β -dwuchloroetylosulfonu rozpuszcza się na gorąco w mieszaninie, przygotowanej z 30 ml lodowatego kwasu octowego i 30 ml kwasu solnego o gęstości 1,19, po czym roztwór wylewa się na 250 ml wody, koryguje pH do wartości 3–4 za pomocą octanu sodu i dodaje 20 ml chlorobezwodnika kwasu octowego. Całość ogrzewa się wolno do temperatury 70°C, utrzymując przez cały czas pH na ustalonym poziomie. Po zakończeniu acetylacji, zawiesinę reakcyjną chłodzi się do temperatury otoczenia, po czym wydzielony biały krystaliczny osad 3-acetyloamino-4-metylofenylo- β - β -dwuchloroetylosulfon filtruje się, przemycia niewielką ilością wody i suszy. Otrzymuje się 27 g produktu, który topnieje w temperaturze 145°C. W analogicznych warunkach otrzymuje się również 3-acetyloamino-4-chlorofenylo- β - β -dwuchloroetylosulfon.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania nowych N-acetyloaminoarylo- β,β -dwuchloroetylosulfonów, z n a m i e n n y t y m, że w środowisku wodnym przy pH poniżej 7 i w zakresie temperatur 0° – 100°C działa się na aminoarylo- β,β -dwuchloroetylosulfony, lub ich sole, bezwodnikiem lub chlorobezwodnikiem kwasu octowego.