



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **240 743 A1**

4(51) C 07 C 143/822

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP C 07 C / 280 429 3	(22)	09.09.85	(44)	12.11.86
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71) VEB Chemiekombinat Bitterfeld, 4400 Bitterfeld, DD

(72) Götze, Marlis; Küffner, Hans; Merkel, Dieter, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Rauner, Wolfram, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Fuhrmann, Doris; Korthals, Hans-Peter, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem., DD

(54) **Verfahren zur Herstellung von 2-Hydroxynaphthalen-6-sulfonsäure-N-methyl-N-oxethylamid**

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 2-Hydroxynaphthalen-6-sulfonsäure-N-methyl-N-oxethylamid in hoher Ausbeute. Das 2-Hydroxynaphthalen-6-sulfonsäure-N-methyl-N-oxethylamid wird als Zwischenprodukt zur Herstellung von Azofarbstoffen verwendet. Als Ausgangsstoff dient der Benzensulfoester des 2-Hydroxynaphthalen-6-sulfonsäure-N-methyl-N-oxethylamids, der alkalisch gespalten wird. Die erwünschte Esterhydrolyse wird gegenüber der unerwünschten Amidhydrolyse durch die Zugabe eines Alkylphenyl-polyglykolethers beschleunigt.

Erfindungsanspruch:

Verfahren zur Herstellung von 2-Hydroxynaphthalen-6-sulfonsäure-N-methyl-N-oxethylamid durch alkalische Verseifung des Benzensulfoesters des 2-Hydroxynaphthalen-6-sulfonsäure-N-methyl-N-oxethylamids, **gekennzeichnet dadurch**, daß die alkalische Esterspaltung in Gegenwart von 2,5 bis 20 kg eines Alkylphenylpolyglykolethers aus einem Alkylphenol mit 9 bis 11 C-Atomen in der Seitenkette und 9 Mol Ethylenoxid pro kmol Benzensulfoester des 2-Hydroxynaphthalen-6-sulfochlorids erfolgt.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 2-Hydroxynaphthalen-6-sulfonsäure-N-methyl-N-oxethylamid, das vor allem als Zwischenprodukt zur Herstellung von Azofarbstoffen Verwendung findet.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Die Verwendung von 2-Hydroxynaphthalen-6-sulfonsäure-N-methyl-N-oxethylamid zur Herstellung von Farbstoffen ist bekannt (DE-AS 1 252 827).

Über die Herstellung des Zwischenproduktes selbst konnten in der Literatur keine Informationen gefunden werden. Für die Herstellung von Sulfonsäureamiden gibt es allgemeine und spezielle Vorschriften (US-PS 2 397 667; US-PS 2 426 882; HOUBEN-WEYL (1955), Bd. IX, 605; ULLMANN (1965), Bd. 16, 541).

Die Herstellung von Amiden der 2-Hydroxynaphthalen-6-sulfonsäure ist in der Literatur beschrieben. Für die Herstellung dieser Derivate wird an der Hydroxygruppe geschütztes

2-Hydroxynaphthalen-6-sulfonsäurechlorid entweder zunächst an der Hydroxygruppe verseift und dann umgesetzt (D.R.P. 278 091; D.R.P. 274 082) oder zum Beispiel der Benzensulfonsäureester des 2-Hydroxynaphthalen-6-sulfonsäurechlorids mit dem Amin umgesetzt und dann die Verseifung angeschlossen (GB-PS 859 027).

Die Darstellung von 2-Hydroxynaphthalen-6-sulfonsäure-N-methyl-N-oxethylamid sollte nach dem in der Literatur bekannten Wissensstand in folgender Weise möglich sein:

Umsetzung des 2-Hydroxynaphthalen-6-sulfonsäurechloridbenzensulfonsäureesters mit β -Methylaminoethanol in Gegenwart säurebindender Substanzen zum Benzensulfoester des 2-Hydroxynaphthalen-6-sulfonsäure-N-methyl-N-oxethylamids und dessen Verseifung im alkalischen Medium.

Bei der praktischen Realisierung dieser Synthesekonzeption wurde festgestellt, daß die alkalische Verseifung des Benzensulfoesters des

2-Hydroxynaphthalen-6-sulfonsäure-N-methyl-N-oxethylamids nur unvollständig verläuft. Die Umsetzung des Benzensulfoesters des 2-Hydroxynaphthalen-6-sulfonsäure-N-methyl-N-oxethylamids mit verdünnter Natronlauge bei Siedetemperatur muß bereits bei einem Umsatz von durchschnittlich 40% der Theorie abgebrochen werden. Eine weitere Ausbeuteerhöhung kann auch durch Verlängerung der Reaktionszeit und Erhöhung der Natronlaugekonzentration nicht erzwungen werden, weil mit der Bildung des erwünschten Endproduktes eine unerwünschte Nebenreaktion konkurriert, bei der eine zusätzliche Aufspaltung des Moleküles an der Amidgruppe erfolgt.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist die Auffindung eines Syntheseverfahrens für 2-Hydroxynaphthalen-6-sulfonsäure-N-methyl-N-oxethylamid, das die genannten Nachteile vermeidet.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Aufgabe der Erfindung war es, 2-Hydroxynaphthalen-6-sulfonsäure-N-methyl-N-oxethylamid in möglichst hoher Ausbeute herzustellen und das Verfahren so zu gestalten, daß die konkurrierende Amidhydrolyse weitestgehend unterdrückt wird. Es wurde nun gefunden, daß die erwünschte Esterhydrolyse gegenüber der unerwünschten Amidhydrolyse beschleunigt werden kann, wenn die Umsetzung in Gegenwart geringer Mengen von Alkylphenylpolyglykolethern durchgeführt wird. Unter diesen Bedingungen entsteht das

2-Hydroxynaphthalen-6-sulfonsäure-N-methyl-N-oxethylamid in einer Ausbeute von 80 % der Theorie.

Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren wird der Benzensulfoester des 2-Hydroxynaphthalen-6-sulfonsäure-N-methyl-N-oxethylamids in überschüssiger 5%iger Natronlauge und in Gegenwart von 2,5 bis 20 kg eines Alkylphenylpolyglykolethers (aus einem Alkylphenyl mit 9 bis 11 C-Atomen in der Seitenkette und 9 Mol Ethylenoxid) pro kmol Benzensulfoester des 2-Hydroxynaphthalen-6-sulfochlorids zum Sieden erhitzt. Es entsteht eine klare Lösung. Aus dieser Lösung wird das 2-Hydroxynaphthalen-6-sulfonsäure-N-methyl-N-oxethylamid durch Zugabe von Schwefelsäure gefällt und durch Absaugen isoliert.

Ausführungsbeispiel

Beispiel 1

200 l Wasser werden in einem stählernen Rührapparat vorgelegt. Unter Rühren werden 30,6 kg Benzensulfoester des 2-Hydroxynaphthalen-6-sulfonsäurechlorids eingetragen. Nun werden portionsweise 6,7 kg Natriumhydrogencarbonat zugegeben. Zu dieser Suspension läßt man innerhalb von 30 Minuten 6 kg β -Methylaminoethanol bei Raumtemperatur zulaufen. Nach der Zugabe von 0,5 kg eines Alkylphenylpolyglykolethers aus einem Alkylphenol mit 9 bis 11 C-Atomen in der Seitenkette und 9 Mol Ethylenoxid wird auf 60 bis 65°C geheizt und 3 Stunden bei dieser Temperatur nachgerührt. Das Reaktionsgemisch wird anschließend auf 90 bis 95°C aufgeheizt. Innerhalb 30 Minuten werden 25 kg Natronlauge (50%ig) zugegeben. Bei dieser Temperatur wird 3 Stunden nachgerührt. Nach Zugabe von 5 kg Bleicherde wird bei 90°C über ein Druckfilter klärfiltriert. Bei Raumtemperatur wird dann innerhalb 1 Stunde mit 20 kg 50%iger Schwefelsäure auf pH 1 bis 2 gestellt. Es wird noch mindestens 1 Stunde nachgerührt und das angefallene Produkt über eine Nutsche abgesaugt. Es entsteht 2-Hydroxynaphthalen-6-sulfonsäure-N-methyl-N-oxethylamid in einer Ausbeute von 80 % der Theorie.

Beispiel

Es wird analog Beispiel 1 verfahren, es werden jedoch 1,5 kg eines Alkylphenylpolyglykolethers aus einem Alkylphenol mit 9 bis 11 C-Atomen in der Seitenkette und 9 Mol Ethylenoxid eingesetzt. Es entsteht 2-Hydroxynaphthalen-6-sulfonsäure-N-methyl-N-oxethylamid in einer Ausbeute von 80 % der Theorie.