

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

56839

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 03.X.1966 (P 116 710)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 10.II.1969

Kl. 12 o, 23/01

MKP C 07 *c 113/56*

UKD

Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Jerzy Gąsior, doc. Stanisław Galinowski, mgr inż. Jeremiasz Jeszka

Właściciel patentu: Zakłady Przemysłu Barwników „Boruta” Przedsiębiorstwo Państwowe, Zgierz (Polska)

Sposób wytwarzania kwasu 1,4-dwuaminoantrachinono-2-sulfonowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania kwasu 1,4-dwuaminoantrachinono-2-sulfonowego.

Znany sposób wytwarzania kwasu 1,4-dwuaminoantrachinono-2-sulfonowego polega na działaniu paratoluenosulfamidem na kwas 1-amino-4-bromoantrachinono-2-sulfonowy i następnie zmydleniu kwasem siarkowym pośredniego kwasu 1-amino-4-paratoluenosulfonyloaminoantrachinono-2-sulfonowego.

Znane jest również wytwarzanie kwasu 1,4-dwuaminoantrachinono-2-sulfonowego przez amonolizę kwasu 1-amino-4-bromoantrachinono-2-sulfonowego wodnym roztworem amoniaku lub ciekłym amoniakiem w obecności miedzi lub jej soli lub przez działanie siarczynem sodowym na sól sodową 4-aminoantrachinono-1-oksamidu w obecności dwutlenku manganowego w rozcieńczonym roztworze wodorotlenku sodowego.

Znane są również metody polegające na sulfonowaniu leukowiazku 1,4-dwuaminoantrachinonu kwasem siarkowym lub na reakcji stechiometrycznych ilości dwuaminoantrachinonu i kwasu siarkowego w obojętnym rozpuszczalniku organicznym w podwyższonej temperaturze około 200°C.

Wyżej opisane znane sposoby są niedogodne ze względu na stosowanie aparatury ciśnieniowej, przebieganie w kilku etapach, albo wymagają trudnodostępnych surowców lub dają zanieczyszczony, końcowy produkt.

2

Wynalazek eliminuje te niedogodności i umożliwia wytwarzanie kwasu 1,4-dwuaminoantrachinono-2-sulfonowego o dużym stopniu czystości i zadowalającej wydajności.

5 Stwierdzono, że kwas 1,4-dwuaminoantrachinono-2-sulfonowy można otrzymywać przez przegrupowanie pod wpływem podwyższonej temperatury kwasu 1-aminoantrachinono-4-sulfaminowego wytwarzanego działaniem kwasu chlorosulfonowego na 1,4-dwuaminoantrachinon w środowisku obojętnym rozpuszczalników organicznych takich jak np. chlorobenzen, dwu-, trój, lub polichlorobenzeny, nitrobenzen, czterochloroetan itp. z wydzieleniem równoważnych ilości chlorowodoru. Dodatek zasad trzeciorzędowych tworzących kompleksy z trójtlenkiem siarki (np. pirydyna i inne) działa jako przenośnik tego związku i sprzyja upłynnieniu masy reakcyjnej.

10 Według wynalazku 1,4-dwuaminoantrachinon rozpuszcza się w rozpuszczalniku organicznym, następnie w temperaturze poniżej 60°C dodaje potrzebną ilość kwasu chlorosulfonowego, po czym utworzoną mieszaninę kwasu sulfaminowego ogrzewa się do temperatury 120–160° w ciągu 2–4 godzin.

15 Następnie masę reakcyjną miesza się z wodą, zobojętnia wodnym roztworem węglaanu sodu lub wodą amoniakalną, oddziela warstwę organiczną od warstwy wodnej lub oddestylowuje rozpuszczalnik organiczny z parą wodną. Otrzymany roz-

3

twór soli sodowej lub amonowej kwasu 1,4-dwuaminoantrachinono-2-sulfonowego oczyszcza się za pomocą węgla aktywnego i wytrąca kwas 1,4-dwuaminoantrachinono-2-sulfonowy przez wysolenie lub wykwaszenie kwasem solnym.

Kwas 1,4-dwuaminoantrachinono-2-sulfonowy lub jego sole stosuje się między innymi jako cenne półprodukty pośrednie w syntezie szeregu barwników.

Przykład I. Do 2380 części wagowych chlorobenzenu dodaje się 80 części wagowych pirydyny, następnie 238 części wagowych 1,4-dwuaminoantrachinonu i przy ciągłym mieszaniu wkrapla się 500 części wagowych kwasu chlorosulfonowego. W czasie dodawania kwasu chlorosulfonowego temperatura wzrasta samorzutnie do około 100°C i energicznie wydziela się chlorowodór.

Masę reakcyjną ogrzewa się do wrzenia pod chłodnicą zwrotną i utrzymuje w tej temperaturze w ciągu 2—4 godzin, po czym oddestylowuje się azeotropowo chlorobenzen.

Następnie masę reakcyjną zadaje się wodą amoniakalną i odsącza dobrze rozpuszczalną sól amonową kwasu 1,4-dwuaminoantrachinono-2-dwusulfonowego od nierozpuszczalnych w wodzie produktów ubocznych. Z przesącza wytrąca się wolny kwas 1,4-dwuaminoantrachinono-2-sulfono-

4

wy przez wykwaszenie kwasem solnym. Otrzymuje się około 220 części wagowych produktu suchego, co stanowi około 60% wydajności teoretycznej.

Przykład II. Do 2000 części wagowych ortodwuchlorobenzenu dodaje się 238 części wagowych 1,4-dwuaminoantrachinonu wkrapla się 360 części wagowych kwasu chlorosulfonowego, przy czym wydziela się chlorowodór i masę reakcyjną ogrzewa następnie przez 2 godziny w temperaturze 150—160°C.

Sposób wydzielania i wydajność produktu gotowego są identyczne jak w przykładzie I.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania kwasu 1,4-dwuaminoantrachinono-2-sulfonowego z 1,4-dwuaminoantrachinonu, **znamienny tym**, że na 1,4-dwuaminoantrachinon działa się kwasem chlorosulfonowym w środowisku obojętnych rozpuszczalników organicznych ewentualnie w obecności trzeciorzędowej zasady organicznej i utworzony kwas 1-aminoantrachinono-4-sulfaminowy poddaje przegrupowaniu przez ogrzewanie do temperatury 120—160°C, do kwasu 1,4-dwuaminoantrachinono-2-dwusulfonowego, który wyosobnia się i oczyszcza w znany sposób.