



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

265 432

(11) (B1)

[13]

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 143/79

(22) Přihlášeno 01 03 88

(21) PV 1301-88.J

(40) Zveřejněno 12 01 89

(45) Vydáno 15 12 89

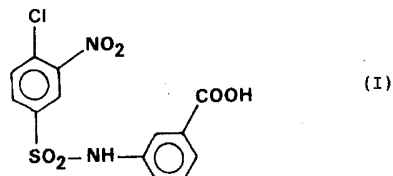
(75)

Autor vynálezu

BUZIK PAVEL ing., HELLEROVÁ ZDENA, LAŠÁK KAREL,
ŽALOUDEK JOSEF dipl. tech., Ústí nad Labem

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

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

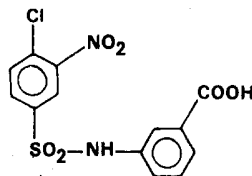


spočívá v tom, že se vodorozpustná sůl kyseliny 3-aminobenzoové nechá reagovat ve vodném prostředí s 2-nitrochlorbenzen-4-sulfonylchloridem při pH 2 až 9, s výhodou pH 5 až 7. Oblast výhodného pH se ve stanoveném rozmezí udržuje při syntéze regulačním pH-metrem s blokací nátoky hydroxidu sodného nebo se pracuje v prostředí vhodného pufru - např. hydrogenuhlíčitanu.

Vynález se týká 2-nitrochlorbenzen-4-(N,3'-karboxyfenyl)sulfonamidu a způsob jeho výroby.

Byla připravena sloučenina 2-nitrochlorbenzen-4-(N,3'-karboxyfenyl)sulfonamid, která může sloužit k dalším syntézám v oblasti chemie organických barviv a pigmentů nebo v oblasti přípravy protimolových prostředků.

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



(I)

spočívá v tom, že se vodorozpustná sůl kyseliny 3-aminobenzoové nechá reagovat s 2-nitrochlorbenzen-4-sulfonylchloridem ve vodném prostředí při pH 2 až 9, s výhodou pH 5 až 7.

Při vlastní syntéze se oblast výhodného pH uděluje ve stanoveném rozmezí prostřednictvím automatického regulačního pH-metru s blokadou nátoky hydroxidu sodného nebo se pracuje v prostředí vhodného pufru - např. hydrogenuhličitanu.

Provedení podle vynálezu upřesňují uvedené příklady.

P ř í k l a d 1

13,9 g 100% kyseliny 3-aminobenzoové se suspenduje ve 100 ml vody a rozpustí přidávkem roztoku hydroxidu sodného na pH 7,5. Rovnoměrně rychle se za účinného míchání a při teplotě 20 až 50 °C do vzniklého roztoku nadávkuje 25,6 g 100% 2-nitrochlorbenzen-4-sulfonylchloridu (0,1 mol) a vznikající kyselost se otupuje roztokem hydroxidu sodného o koncentraci $c(\text{NaOH}) = 10 \text{ mol/l}$ tak, aby průběžně vznikal roztok s pH 5 až 7.

Po několikahodinovém doreagování se reakční směs vyhřeje na teplotu 50 až 60 °C a za míchání se vykyselí kyselinou chlorovodíkovou o koncentraci $c(\text{HCl}) = 9 \text{ mol/l}$ na pH 1.

Suspenze látky vzorce I se odfiltruje a filtrační koláč se promyje teplou vodou do ztráty kyselé reakce filtrátů. Získá se 32 g 100% látky vzorce I o t.t. 252 až 254 °C.

P ř í k l a d 2

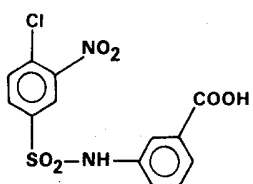
13,9 g 100% kyseliny 3-aminobenzoové se suspenduje ve 100 ml vody a rozpustí přidávkem 12,5 g hydrogenuhličitanu sodného. Rovnoměrně rychle se za účinného míchání a při teplotě 20 až 50 °C a pH 8 začne dávkovat 25,6 g 100% 2-nitrochlorbenzen-4-sulfonylchloridu (0,1 mol). Během dávkování a reakce se udržuje hladina pH na 5 až 7. Vlastní rychlost dávkování sulfonylchloridu musí být řízena i s ohledem na intenzitu pění reakční směsi.

Po několikahodinovém doreagování se reakční směs vyhřeje na teplotu 50 až 60 °C a za míchání se vykyselí kyselinou chlorovodíkovou na pH 1.

Pevný podíl látky vzorce I se odfiltruje a filtrační koláč se promyje teplou vodou do ztráty kyselé reakce filtrátů. Získá se 31,8 g 100% látky vzorce I s výše uvedenou t.t.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

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



(I)

2. Způsob přípravy 2-nitrochlorbenzen-4-(N,3'-karboxyfenyl)sulfonamidu vzorce I podle bodu 1, vyznačený tím, že se vodorozpustná sůl kyseliny 3-aminobenzoové nechá reagovat ve vodném prostředí s 2-nitrochlorbenzen-4-sulfonylchloridem při pH 2 až 9, s výhodou pH 5 až 7.