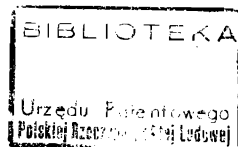


15 lipca 1924 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

CO7C 111/02

№ 95.

Kl. 12_q 10.Chemische Fabrik Griesheim-Elektron,
Frankfurt n/M (Niemcy).

MKP CO7C 111

**Sposób otrzymania nitrozoaminów pierwszorzędnych aromatycznych aminów,
względnie soli metali alkalicznych tychże aminów.**

Zgłoszono: 19 lutego 1920 r.

Udzielono: 9 maja 1924 r.

Pierwszeństwo: 28 sierpnia 1915 r. (Niemcy).

Wiadomo, że niektóre nitrozoaminy można otrzymać przy wprowadzaniu dwu- azo- lub czteroazozwiązków do cieczy alkalicznych. Wprawdzie w ten sposób otrzymane nitrozoaminy kilku nitromonaminów uzyskały techniczne znaczenie, lecz dające się otrzymać z aromatycznych czteroazozwiązków nitrozoaminy nie ukazały się dotąd w handlu, mimo że na te ciała jest zapotrzebowanie.

Przyczyna tego leży zdaje się w tem, że dotychczas niema sposobu, któryby pozwalał na technicznie korzystne otrzymywanie nitrozoaminów z aromatycznych czteroazozwiązków, jak n.p. z czteroazodwumetoksydowufenilu.

Wprawdzie jest opisane w niemieckim opisie patentowym 81206, Kl. 12, otrzymywanie nitrozoaminu z o-dwuanizydyny,

lecz, pominąwszy niedostateczną wydajność tego sposobu, ma on także tę wadę, że zużywa się przy nim niezwykle wielkie ilości ługu sodowego: 19,5 części Na OH na 1 część o-dwuanizydyny. Główna część alkali musi być odfiltrowana od nitrozoaminu w formie zanieczyszczonego ługu sodowego i, aby nie tracić drogiego wodorotlenku sodowego, musi go się uwalniać od domieszanej soli i przez odparowywanie zpowrotem odzyskiwać.

Znaleziono właśnie, że bardzo korzystnie można otrzymać nitrozoaminy pierwszorzędnych aromatycznych aminów, względnie ich soli, alkaliów, przy oddziaływaniu alkaliów żrących na arylo-sulfonaty odpowiednich dwuazo- względnie czteroazozwiązków, znajdujących się w wydzielonej stężonej formie. Ma się

tu możność użycia ługów żrących dowolnej koncentracji i z koncentracją tych ługów można iść tak wysoko, jak w żadnym innym wypadku, a co właśnie przy przerabianiu tetraazodwufenylowych związków jest korzystnym. Użycie arylosulfonatów dwuazozwiązków jest korzystnym. Użycie arylosulfonatów dwuazozwiązków w wydzielonej skoncentrowanej formie umożliwi mniejsze zużycie ilości ługów żrących, niż w dotychczasowych sposobach pracy i przez to oznacza ten nowy sposób znaczny postęp w przemyśle.

Przykład 1.

100 kg o-dwuanizydyny czteroazuje się zwykłym sposobem i miesza się z około 180 kg soli sodowej 1,5-dwusulfokwasu naftaliny. Powstały osad odsącza się na prasie i ostrożnie suszy. 30 kg tak powstałego dwumetoksydwufenylotetraazosulfonatu (zawartość o-dwuanizydyny około 33 procent) miele się z dowolną ilością np. 19 kg sproszkowanego wodorotlenku sodowego (około 1,92 części NaOH na 1 część dwuanizydyny). Następnie wkrapla się powoli przy ciągłym mieszaniu i chłodzeniu 4,7 l wody (lub odpowiednią ilość ługu sodowego). Teraz ogrzewa się, aż próba w wodzie rozpuszczona nie da więcej żadnego barwnika z β -naftolem. Po ostudzeniu otrzymuje się nitrozoamin bezpośrednio w formie suchego czekoladowo-brunatnego proszku.

Przykład 2.

Czteroazuje się benzydynę jak zwykle, wytrąca 1,5 dwusulfokwasem naftaliny, filtruje i suszy osad.

30 kg czteroazodwufenylosulfonatu (czysta zawartość około 29 % obliczone na benzydynę) miele się z 31 kg wodorotlenku sodowego, a następnie wkrapla się przy dobrym przerabianiu masy 7,8 l wody (lub odpowiednią ilość ługu sodowego). Potem ogrzewa się, aż reakcja tetraazowa zniknie. Po ostygnięciu otrzymuje się nitrozoamin jako suchy proszek.

Przykład 3.

3-nitro-4-amino-1-metylobenzol dwuazuje się i strąca 1,5 dwusulfokwasem naftaliny. Sulfonat może być wprowadzony w mokrym lub suchym stanie do ługu sodowego o dowolnym stężeniu. Nitrozoamin powstaje natychmiast i uzyskuje go się przez przesączenie lub w danym wypadku przez wysolenie.

Zamiast dwuazo-1,5-dwusulfonatów naftaliny mogą być użyte sole dwuazowe innych sulfokwasów szeregu benzolu lub naftaliny, o ile tylko są dostatecznie trudno rozpuszczalne lub dają się wysalać.

Z innymi dwuazozwiązkami przeprowadza się tę metodę w sposób odpowiedni.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymania nitrozoaminów pierwszorzędnych aromatycznych aminów względnie ich soli metali alkalicznych, tem znamienny, że oddziaływa się alkaliami żrącymi na arylosulfonaty odpowiednich dwuazo- albo czteroazozwiązków w wydzielonej, stężonej formie.