

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

56417

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 22.XII.1966 (P 118 094)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 30.XI.1968

Kl. 12 q, 3

MKP C 07 c 84/58

UKD

Współtwórcy wynalazku: Teofil Tomczak, Tomasz Budzisz, Grzegorz Stopczyk

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania 2,5-dwuamino-4-chlorotoluenu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania 2,5-dwuamino-4-chlorotoluenu, stanowiącego półprodukt do otrzymywania pigmentów azowych.

Według najważniejszych spośród znanych dotychczas metod 2,5-dwuamino-4-chlorotoluen otrzymywano z N-nitrozo-N-o-toliloglicyny przez działanie suchym chlorowodorem w środowisku niektórych bezwodnych rozpuszczalników organicznych, z 1,4-dwuoksymu 2-metylo-5-chlorobenzochinonu przez redukcję chlorkiem cynawym wobec kwasu solnego lub z 2-amino-4-chloro-5-nitrotoluenu przez redukcję chlorkiem cynawym w środowisku kwasu octowego.

Stwierdzono, że jako produkt wyjściowy do wytwarzania 2,5-dwuamino-4-chlorotoluenu nadaje się łatwo dostępny 2-N-benzenosulfonyloamino-4-chloro-5-nitrotoluen.

Sposobem według wynalazku 2-N-benzenosulfonyloamino-4-chloro-5-nitrotoluen poddaje się hydrolizie za pomocą 70 — 90-procentowego kwasu siarkowego w temperaturze 110 — 150° C. Otrzymany roztwór 2-amino-4-chloro-5-nitrotoluenu w mieszaninie kwasów siarkowego i benzenosulfonowego redukuje się przez wkraplanie go przy ciągłym mieszananiu do wody o temperaturze 80 — 90° C, zawierającej opilki lub ostrużyny żeliwne. Mieszaninę poredukcyjną sączy się, a z odcieku wytrąca kwasem siarkowym siarczan 2,5-dwuamino-4-chlorotoluenu, który odsącza się, przemywa wodą i zoboję-

2

nia alkaliami w celu wydzielenia wolnej dwuaminy, którą odsącza się z roztworu poredukcyjnego.

Wynalazek ilustruje następujący przykład, w którym części oznaczają części wagowe:

Przykład: 327 części 2-N-benzenosulfonyloamino-4-chloro-5-nitrotoluenu dodaje się porcjami do 490 części 80-procentowego kwasu siarkowego w temperaturze 120 — 125° C. Produkt wyjściowy stopniowo rozpuszcza się, tworząc po pewnym czasie jednolity roztwór 2-amino-4-chloro-5-nitrotoluenu w mieszaninie kwasów siarkowego i benzenosulfonowego. Następnie otrzymany roztwór wkrapla się do 6000 części wody o temperaturze 90° C, do której dodano uprzednio 300 — 330 g opilków lub ostrużyn żeliwnych. Roztwór po redukcji, wykazujący wartość pH = 3 — 6, sączy się od szlamu poredukcyjnego i wykwasza kwasem siarkowym do wartości pH = 1. Wytrącony przy tym siarczan 2,5-dwuamino-4-chlorotoluenu odsącza się, odmywa dokładnie od soli żelaza, zobojętnia amoniakiem w zawiesinie wodnej, a następnie odsącza wolny 2,5-dwuamino-4-chlorotoluen. Wydajność wynosi około 80%.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania 2,5-dwuamino-4-chlorotoluenu, **znamienny tym**, że 2-N-benzenosulfonyloamino-4-chloro-5-nitrotoluen poddaje się hydro-

3

lizie za pomocą kwasu siarkowego, a otrzymaną mieszaninę reakcyjną, stanowiącą roztwór siarczanu 2-amino-4-chloro-5-nitrotoluen w wodnym roztworze kwasów siarkowego i benzenosulfonowego poddaje się redukcji w środowisku kwaśnym, po czym otrzymany 2,5—dwuamino-4-chlorotoluen wydziela się w znany sposób.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że reakcję hydrolizy 2-N-benzenosulfonyloamino-4-chloro-5-nitrotoluen prowadzi się w temperaturze 110 — 150° C. 10
3. Sposób według zastrz. 1 — 2, **znamienny tym**, że redukcję 2-amino-4-chloro-5-nitrotoluen prowadzi się za pomocą opiłków lub ostrużyn żeliwnych. 15

4

4. Sposób według zastrz. 1 — 3, **znamienny tym**, że redukcję 2-amino-4-chloro-5-nitrotoluen prowadzi się, wkraplając otrzymany po hydrolizie roztwór tego związku w wodnym roztworze kwasów siarkowego i benzenosulfonowego do wody z opiłkami lub ostrużynami żeliwnymi.
5. Sposób według zastrz. 1 — 4, **znamienny tym**, że redukcję 2-amino-4-chloro-5-nitrotoluen prowadzi się w temperaturze 80 — 90° C.
6. Sposób według zastrz. 1 — 5, **znamienny tym**, że 2,5-dwuamino-4-chloro-5-nitrotoluen wytrąca się z roztworu po redukcji w postaci siarczanu trudno rozpuszczalnego w rozcieńczonym kwasie siarkowym, który po oddzieleniu zobojętnia się w celu wydzielenia wolnej aminy.