



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

57537

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12 q, 5

Zgłoszono: 04.VII.1966 (P 115 412)

Pierwszeństwo: _____

MKP C 07 c 87/62

Opublikowano: 30.VI.1969

UKD

Współtwórcy wynalazku: Irena Lenartowicz, Tomasz Budzisz

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania 2-N,N-dwuetanoloamino-4-acetyloaminoanizolu

1 Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania składnika biernego do syntezy azowych barwników zawieszinowych 2-N,N-dwuetanoloamino-4-acetyloaminoanizolu przez etanolowanie 2-amino-4-acetyloaminoanizolu etylenochlorohydryną w obecności ługu sodowego lub potasowego.

Sposób otrzymywania 2-N,N-dwuetanoloamino-4-acetyloaminoanizolu nie był dotychczas opisany w literaturze.

Wynalazek polega na tym, że do mieszaniny 2-amino-4-acetyloaminoanizolu i wodnego roztworu etylenochlorohydryny o stężeniu 40–60% wkrapla się stężony roztwór ługu (30–40%) sodowego lub potasowego w temperaturze 70–100°C. Otrzymany w wyniku reakcji etanolowania wodny roztwór 2-N,N-dwuetanoloamino-4-acetyloaminoanizolu może być bezpośrednio bez wydzielienia stosowany do syntezy barwników. W przypadku, gdy zachodzi konieczność użycia jako składnika biernego 2-N,N-dwuetanoloamino-4-acetyloaminoanizolu w postaci dwuestru kwasu octowego, po zakończeniu reakcji etanolowania oddestylowuje się z mieszaniny reakcyjnej wodę pod zmniejszonym ciśnieniem, a otrzymany olej 2-N,N-dwuetanoloamino-4-acetyloaminoanizolu rozcieńcza stężonym kwasem octowym. Uzyskany w ten sposób roztwór 2-N,N-dwuetanoloamino-4-acetyloaminoanizolu w kwasie octowym można stosować bez wydzielania tego półproduktu do procesu estryfikacji w syntezie barwnika.

2 Wynalazek ilustrują następujące przykłady, w których części oznaczają części wagowe:

Przykład I. 53,5 części 60% etylenochlorohydryny oraz 30,6 części 2-amino-4-acetyloaminoanizolu ogrzewa się do temperatury 80°C i w tej temperaturze wkrapla się powoli 40 części 40% ługu sodowego. Szybkość wkrapiania ługu reguluje się w ten sposób, aby temperatura mieszaniny utrzymywała się w granicach 80–90°C. Po wdropleniu ługu miesza się ją w temperaturze 80–90°C jeszcze w ciągu 1 godziny. Otrzymuje się produkt z wydajnością powyżej 90%.

Przykład II. 80,25 części 40% etylenochlorohydryny oraz 30,6 części 2-amino-4-acetyloaminoanizolu ogrzewa się do temperatury 80°C i w tej temperaturze wkrapla powoli 40 części 40% ługu sodowego, regulując szybkość wkrapiania ługu w ten sposób, aby utrzymywać temperaturę mieszaniny w granicach 80–90°C. Po zakończeniu wkrapiania ługu mieszanie kontynuuje się jeszcze w ciągu 1 godziny, utrzymując temperaturę 80–90°C. Otrzymuje się produkt z wydajnością powyżej 90%.

Przykład III. Z otrzymanego według przykładu I lub II wodnego roztworu 2-N,N-dwuetanoloamino-4-acetyloaminoanizolu oddestylowuje się pod zmniejszonym ciśnieniem wodę. Olej 2-N,N-dwuetanoloamino-4-acetyloaminoanizolu rozcieńcza się 80 częściami lodowatego kwasu octo-

3

wego. Otrzymuje się roztwór 2-N,N-dwuetanoloamino-4-acetyloaminoanizolu w kwasie octowym z wydajnością powyżej 90%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania 2-N,N-dwuetanoloamino-4-acetyloaminoanizolu, **znamienny tym**, że 2-amino-4-acetyloaminoanizol poddaje się procesowi eta-

4

nolowania za pomocą etylenochlorohydryny w temperaturze 70—100°C przez wkraplanie 30—40% ługu sodowego lub potasowego do mieszaniny zawierającej 2-amino-4-acetyloaminoanizol i 40—60% wodny roztwór etylenochlorohydryny, po czym z mieszaniny reakcyjnej wydziela się produkt przez oddestylowanie wody pod zmniejszonym ciśnieniem.

5