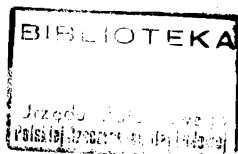


Warszawa, 30 marca 1935 r. ²

URZĄD PATENTOWY



C07c 115/00



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 21119.

Kl. 12 q, 10.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Sposób wytwarzania rozpuszczalnych w wodzie związków dwuazotaminowych.

Zgłoszono 8 marca 1934 r.

Udzielono 21 lutego 1935 r.

Pierwszeństwo: 9 marca 1933 r. (Niemcy).

Znane jest z literatury wytwarzanie rozpuszczalnych w wodzie związków dwuazotaminowych przez działanie związków dwuazotowych, niezawierających grup, nadających związkowi tym rozpuszczalność w wodzie, na aminy pierwszorzędowe o pewnej budowie, posiadające grupy, nadające związkowi tym rozpuszczalność w wodzie. Tego rodzaju rozpuszczalne w wodzie związki dwuazotowe, dzięki swej właściwości wytwarzania zpowrotem, przy traktowaniu ich kwasem, składników wyjściowych, zyskały znaczenie przemysłowe przy wytwarzaniu barwników w farbiarstwie i drukarstwie. Możliwość przeprowadzania kondensacji zależy jednak w znacznym stopniu od rodzaju podstawienia obu skład-

ników; w niektórych przypadkach, wskutek nieodpowiedniego podstawienia, kondensacja może nie nastąpić wogóle. I tak np. według sposobu niniejszego nie można kondensować związków dwuazotowych, zawierających podstawniki o charakterze elektrododatnim, jak grupę metylową i metoksyłową, z zasadami pierwszorzędownymi, podstawionymi kilkoma grupami sulfonowymi.

Wykryto, że rozpuszczalne w wodzie związki dwuazotaminowe, nadające się do wytwarzania nierozpuszczalnych w wodzie barwników, można również otrzymać działaniem związków dwuazotowych, zawierających grupy, nadające im rozpuszczalność w wodzie, na pierwszorzędowe aminy, nie-

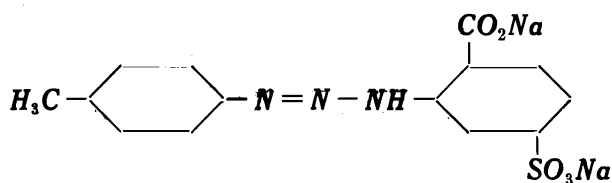
zawierające grup, nadających im rozpuszczalność w wodzie.

Sposób według wynalazku niniejszego stanowi cenne uzupełnienie opisanego powyżej znanego sposobu wytwarzania rozpuszczalnych w wodzie związków dwuazoaminowych, ponieważ umożliwia wytwarzanie licznych związków dwuazoaminowych, które dają się zaledwie z trudnością otrzymywać lub nie dają się zupełnie otrzymać według znanych sposobów wytwarzania związków omawianego typu.

Przy wykonywaniu sposobu według wynalazku niniejszego, w celu osiągnięcia kondensacji składników należy dobrać je tak, aby składnik dwuazowy posiadał podstawniki o charakterze bardziej elektroujemnym, niż amina pierwszorzędowa. I tak np. zasady, niezawierające wcale podstawników lub zawierające podstawniki tylko o charakterze słabo elektroujemnym, a więc np. zawierające alkyl i grupę alkoksylową albo tylko grupę alkoksylową, albo

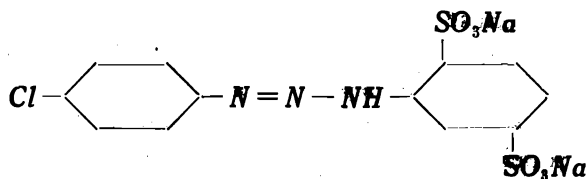
też co najwyżej jeden atom chlorowca, kondensują się znacznie łatwiej niż zasady, zawierające podstawniki o charakterze mocno elektroujemnym, np. podstawione grupami nitrowymi lub kilkoma atomami chlorowca. W tych przypadkach dla dobrego przebiegu reakcji należy dobrać składniki dwuazowe, podstawione grupami o charakterze mocno elektroujemnym, np. kwasy nitroanilino-jedno- i - dwusulfonowe.

Przykład I. 22 g kwasu 4-sulfo-2-antraniłowego dwuazuje się w zwykły sposób; wytworzony roztwór dwuazowy zobojętnia się zapomocą ługu sodowego, poczem dodaje roztwór 22 g *p*-toluidyny w 100 cm³ alkoholu. Po upływie kilku minut związku dwuazowanego nie można już wykryć. Następnie mieszaninę reakcyjną alkaliczuje się węglanem sodowym i odsącza od nadmiaru toluidyny. Po dodaniu do przesączu soli kuchennej wydziela się związek dwuazoaminowy o wzorze:



Przykład II. 28 g kwasu anilino-2,5-dwusulfonowego dwuazuje się w zwykły sposób i dodaje do zawiesiny 15,5 g 5-chloro-2-toluidyny w 140 cm³ 10%-wego wodnego roztworu węglanu sodowego oraz 60 g łodu. Po upływie pół godziny nie moż-

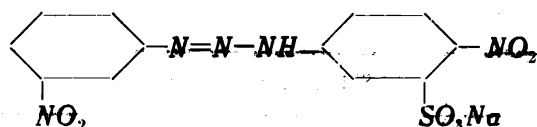
na już wykryć obecności związku dwuazowanego. Następnie odsącza się roztwór od substancyj nierozpuszczalnych, a z przesączu przez dodanie soli kuchennej wydziela się związek dwuazoaminowy o wzorze:



Przykład III. 22 g kwasu 4-nitro-anilino-2-sulfonowego dwuazuje się w zwykły sposób; nadmiar kwasu mineralnego zobojętnia się przez dodanie wodorotlenku

sodowego, poczem roztwór dwuazowy dodaje się do zawiesiny 14 g 3-nitro-aniliny w 100 cm³ wody, zawierającej 3 g octanu sodowego i 30 g łodu. Po upływie kilku go-

dzin związku dwuazowanego nie można już wykryć. Mieszaninę reakcyjną alkaliczując węglanem sodowym, odsącza osad z pomocą pompy ssącej i uwalnia od nadmiaru nitro-aniliny przez przemycie alkoholem. Wytworzony związek dwuazo-aminowy posiada budowę następującą:



W analogiczny sposób, jak w opisanych poprzednio przykładach, wytwarzano związki dwuazo-aminowe, kondensując:

Składnik dwuazowy	+	Pierwszorzędowa amina
kw. dwuazo-benzeno-2-sulfonowy	+	4-toluidyna
"	+	3-chloro-anilina
"	+	5-chloro-2-toluidyna
kw. dwuazo-benzeno-4-sulfonowy	+	3-chloro-anilina
kw. dwuazo-benzeno-2-karboksy-4-sulfonowy	+	4-toluidyna
"	+	2,4-dwumetylo-anilina
"	+	3-chloro-anilina
kw. dwuazo-benzeno-2-karboksy-5-sulfonowy	+	3-chloro-anilina
kw. dwuazo-benzeno-3-karboksy-5-sulfonowy	+	4-toluidyna
"	+	3-chloro-anilina
kw. dwuazo-benzeno-2,4-dwusulfonowy	+	4-toluidyna
"	+	3-chloro-anilina
"	+	4-chloro-2-toluidyna
"	+	5-chloro-2-toluidyna
kw. dwuazo-benzeno-2,5-dwusulfonowy	+	4-toluidyna
"	+	2,4-dwumetylo-anilina
"	+	2,4,5-trójmetrylo-anilina
"	+	4-anizydyna
"	+	2-chloro-anilina
"	+	3-chloro-anilina
"	+	4-chloro-anilina
"	+	4-chloro-2-toluidyna
kw. dwuazo-benzeno-3,5-dwusulfonowy	+	4-toluidyna
"	+	3-chloro-anilina
kw. dwuazo-benzeno-2-metylo-4,5-dwusulfonowy	+	3-chloro-anilina
kw. 1-dwuazo-naftaleno-3,6,8-trójsulfonowy	+	4-toluidyna
"	+	2,4-dwumetylo-anilina
kw. dwuazo-benzeno-4-nitro-2-sulfonowy	+	3-chloro-anilina
"	+	2,5-dwuchloro-anilina

Składnik dwuazowy	+	Pierwszorzędowa amina
kwasy dwuazowe - benzeno - 2 - nitro - 4 - sulfonowe	+	3-nitro-anilina
" " " "	+	5-nitro-2-toluidyna
" " " "	+	4-chloro-2-anizydyna
kwasy dwuazowe - benzeno - 5 - chloro - 2 - sulfonowe	+	3-chloro-anilina

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania rozpuszczalnych w wodzie związków dwuazo-aminowych, znamienny tem, że związkami dwuazowymi, zawierającymi grupy, nadające im rozpuszczalność w wodzie, oddziaływa się na aminy pierwszorzędowe, niezawierające grup, nadających im rozpuszczalność w

wodzie, dobierając przytem składniki tak, aby związek dwuazowy posiadał podstawniki o charakterze bardziej elektroujemnym, niż amina pierwszorzędowa.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.