



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 45279

Kl. 12 q, 6/03

Zakłady Przemysłu Barwników „Boruta“*)

Zgierz, Polska

Sposób wytwarzania 4-hydroksy-3-aminobenzenosulfonamidu

Patent trwa od dnia 29 stycznia 1960 r.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania 4-hydroksy-3-aminobenzenosulfonamidu, używanego jako produktu pośredniego w syntezie szeregu barwników, a w szczególności do syntezy barwników metalanowych.

Znane jest wytwarzanie 4-hydroksy-3-aminobenzenosulfonamidu przez traktowanie o-nitrochlorobenzenu kwasem chlorosulfonowym, kondensację otrzymanego 4-chloro-3-nitrobenzenosulfochloru z amoniakiem, hydrolizę otrzymanego amidu do 4-hydroksy-3-nitrobenzenosulfonamidu, a następnie redukcję do 4-hydroksy-3-aminobenzenosulfonamidu.

Sposób ten jest niedogodny ze względu na to, że o-nitrochlorobenzen jest produktem toksycznym i stosunkowo drogim. Poza tym podczas traktowania o-nitrochlorobenzenu kwa-

sem chlorosulfonowym powstają produkty uboczne, zanieczyszczające produkt reakcji.

E.L. Eliel i K.W. Nelson w Journal of Organic Chemistry 20, 1657 (1955) opisali sposób wytwarzania 4-chloro-3-nitrobenzenosulfochloru przez nitrowanie kwasu p-chlorobenzenosulfonowego i traktowanie produktu reakcji — wolnego kwasu 4-chloro-3-nitrobenzenosulfonowego kwasem chlorosulfonowym do 4-chloro-3-nitrobenzenosulfochloru.

Ten sposób otrzymywania 4-chloro-3-nitrobenzenosulfochloru nie nadaje się do otrzymywania w skali przemysłowej 4-hydroksy-3-aminobenzenosulfonamidu ze względu na to, że wydajność otrzymanego sulfochloru nie przekracza 18%, co w efekcie ograniczałoby wydajność amidu do około 5%. Dodatkową wadą tego sposobu jest konieczność suszenia produktu wyjściowego nad pięciotlenkiem fosforu.

Sposób według wynalazku polega na wytwarzaniu 4-hydroksy-3-aminobenzenosulfona-

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są inż. Jerzy Gąsior i inż. Jan Zimnicki.

midu z soli sodowej kwasu 4-chloro-3-nitrobenzenosulfonowego, co pozwala na otrzymanie odpowiedniego sulfochlorku z wydajnością około 90%, a jednocześnie eliminuje stosowanie toksycznego o-nitrochlorobenzenu.

Według wynalazku sól sodową kwasu 4-chloro-3-nitrobenzenosulfonowego wprowadza się w reakcję z kwasem chlorosulfonowym, w temperaturze około 100°C, a otrzymany 4-chloro-3-nitrobenzenosulfochlorurek przeprowadza się działaniem wodnego roztworu amoniaku w temperaturze 50°C w 4-chloro-3-nitrobenzenosulfonamid, a następnie w roztworze wodorotlenku sodowego poddaje się hydrolizie i otrzymany 4-hydroksy-3-nitrobenzenosulfonamid redukuje się do 4-hydroksy-3-aminobenzenosulfonamidu za pomocą żelaza i kwasu octowego.

Należy tu zaznaczyć, że zwykle dotychczas stosowana metoda przemiany soli sodowej kwasu sulfonowego w chlorurek kwasu sulfonowego polega na traktowaniu soli sodowej kwasów sulfonowych pięciochlorkiem fosforu. Metoda ta jest kłopotliwa ze względów technologicznych.

Według wynalazku stosuje się do tego celu kwas chlorosulfonowy w temperaturze około 100°C, co znacznie upraszcza przebieg tego procesu.

Przykład. Do 210 części kwasu chlorosulfonowego dodaje się 47,4 części soli sodowej kwasu 4-chloro-3-nitrobenzenosulfonowego, po czym ogrzewa się do temperatury 98—100°C i w tej temperaturze miesza w ciągu dwóch godzin. Następnie utworzony 4-chloro-3-nitrobenzenosulfochlorurek wydziela się przez wylanie mieszaniny reakcyjnej do wody z lodem. Wydajność wynosi około 90%. Wilgotny produkt wprowadza się porcjami do mieszaniny 50 części wody i 70 części 25% wody amoniakalnej

i miesza się w ciągu 6 godzin w temperaturze 40—50°C. Po odsączeniu osad 4-chloro-3-nitrobenzenosulfonamidu wprowadza się do 120 części 5% roztworu wodorotlenku sodowego i po kilku minutowym mieszaniu w temperaturze pokojowej odsącza od części nierozpuszczalnych. Do klarownego roztworu amidu dodaje się 50 części 45% roztworu wodorotlenku sodowego i ogrzewa w temperaturze 95—98°C w ciągu 10 godzin. Utworzony 4-hydroksy-3-nitrobenzenosulfonamid wydziela się przez zakwaszenie 60 częściami kwasu solnego i odsączenie. Pastę 4-hydroksy-3-nitrobenzenosulfonamidu redukuje się za pomocą 20 części opłęk żeliwnych i 1,5 części 50% kwasu octowego w temperaturze wrzenia. Otrzymany 4-hydroksy-3-aminobenzenosulfonamid, po oddzieleniu od tlenków żelaza, wydziela się z roztworu obojętnego. Wydajność wynosi około 60%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania 4-hydroksy-3-aminobenzenosulfonamidu, znamienny tym, że sól sodową kwasu 4-chloro-3-nitrobenzenosulfonowego wprowadza się w reakcję z kwasem chlorosulfonowym, w temperaturze około 100°C, a otrzymany 4-chloro-3-nitrobenzenosulfochlorurek przeprowadza się działaniem wodnego roztworu amoniaku w temperaturze około 50°C w 4-chloro-3-nitrobenzenosulfonamid, który następnie w roztworze wodorotlenku sodowego poddaje się hydrolizie, a otrzymany 4-hydroksy-3-nitrobenzenosulfonamid redukuje się do 4-hydroksy-3-aminobenzenosulfonamidu za pomocą żelaza i kwasu octowego.

Zakłady Przemysłu Barwników
„Boruta”

