



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 45480

Kl. 12 q, 37

Instytut Przemysłu Organicznego*)

Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania kwasu 1-amino-4-bromoantrachinono-2-sulfonowego

Patent trwa od dnia 29 września 1960 r.

Według znanych dotychczas sposobów, kwas 1-amino-4-bromoantrachinono-2-sulfonowy tak zwany „kwas bromoaminowy”, stanowiący półprodukt do otrzymywania barwników kwasowych, wytwarza się przez bromowanie kwasu 1-aminoantrachinono-2-sulfonowego pod postacią drobno krystalicznej, igiełkowatej zawiesiny soli sodowej w środowisku wodnym za pomocą bromu rozpuszczonego w kwasie solnym i podchlorynu.

Reakcja bromowania nie idzie jednokierunkowo, lecz wskutek częściowego podstawienia grupy sulfonowej powstają w niej ubocznie 1-amino-2-bromoantrachinon i 1-amino-2,4-dwubromoantrachinon w ilości co najmniej 5% w stosunku do „kwasu bromoaminowego”.

Podawane w literaturze wydajności „kwasu

bromoaminowego” w stosunku do wyjściowego 1-aminoantrachinonu nie przekraczają 79,5%.

Stwierdzono, że można uniknąć powstawania nierozpuszczalnych produktów ubocznych, a tym samym podnieść wydajność kwasu bromoaminowego do granic niemal teoretycznych, jeśli bromowaniu poddać nie zawiesinę wodną soli sodowej kwasu 1-aminoantrachinono-2-sulfonowego, lecz wodny roztwór wolnego kwasu 1-aminoantrachinono-2-sulfonowego i jeśli bromowanie przeprowadzać w nitrobenzenie.

W tych warunkach brom działa za pośrednictwem rozpuszczalnika organicznego, w którym jest rozpuszczony, w sposób wybitnie selektywny, hamując podstawienie grupy sulfonowej w rdzeniu antrachinonowym.

Ponieważ według współczesnych metod sulfonowanie 1-aminoantrachinonu przeprowadza się w nitrobenzenie za pomocą kwasu chlorosulfonowego, sposób bromowania według wynalazku bardzo upraszcza cały proces technologiczny.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są Stanisław Galinowski i Stanisław Światły.

ny, eliminując konieczność destylacji próżniowej nitrobenzenu z masy reakcyjnej po sulfonowaniu i konieczność wyodrębniania soli sodowej kwasu 1-aminoantrachinono-2-sulfonowego przed bromowaniem.

Wystarczy masę reakcyjną po sulfonacji 1-aminoantrachinonu w nitrobenzenie wylać na wodę i bezpośrednio bromować. Do bromowania zbędne jest rozpuszczenie kwasu w kwasie solnym, natomiast wskazane jest rozcieńczenie go nitrobenzenem. Dla zaoszczędzenia bromu połowę jego ilości można zastąpić podchlorynem, lub lepiej chlorem gazowym, zgodnie z równaniem $2RH + Br_2 + Cl_2 = 2RBr + 2HCl$.

Po zakończeniu reakcji masa reakcyjna nie zawiera żadnych zanieczyszczeń o charakterze nierozpuszczalnym, to też wystarczy pozostawić ją do odstania, zdekantować górną warstwę wodną, zawierającą roztwór wolnego „kwasu bromoaminowego” i wyodrębnić ten ostatni pod postacią soli sodowej przez wysolenie.

Przykład. Ogrzewa się mieszaninę 1 części 1-aminoantrachinonu z 10 częściami nitrobenzenu do temperatury 140°C i w tej temperaturze wkrapla się 0,6 części kwasu chlorosul-

fonowego. Po całkowitym zsulfonowaniu wylewa się masę reakcyjną na 40 części wody i w temperaturze około 10°C wkrapla się mieszaninę 0,36 części bromu w 1 części nitrobenzenu, po czym wprowadza się 0,16 części chloru z butli (na wadze). Masę reakcyjną pozostawia się do odstania, następnie dekantuje się górną warstwę wodną i wysala ją 2 częściami soli kuchennej. Wysolony „kwas bromoaminowy” odsącza się i suszy. Wydajność „kwasu bromoaminowego” wynosi 1,7 części, co stanowi wydajność niemal teoretyczną.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania kwasu 1-amino-4-bromoantrachinono-2-sulfonowego, tak zwanego „kwasu bromoaminowego” metodą bromowania, znamienny tym, że bromowaniu poddaje się wodny roztwór wolnego kwasu 1-aminoantrachinono-2-sulfonowego w obecności nitrobenzenu, działającego jako moderator procesu bromowania.

Instytut Przemysłu
Organicznego

BIBLIOTEKA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej