

URZĄD PATENTOWY

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ
OPIS PATENTOWY

Nr 15168.

Kl. 12 q 10.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt, n. M., Niemcy).**Sposób otrzymywania związków dwuazoaminowych.****Patent dodatkowy do patentu Nr 14190.**

Zgłoszono 13 lipca 1929 r.

Udzielono 2 grudnia 1931 r.

Najdłuższy czas trwania patentu do 21 lipca 1946 r.

W patencie głównym Nr 14190 opisano sposób otrzymywania związków dwuazoaminowych, polegający na tem, że dwuazozwiązkami działa się na pierwszorzędowe aminy szeregu benzenowego, zawierające grupy karboksylowe i jedną grupę sulfonową, lub kilka grup karboksylowych.

W tego rodzaju reakcjach powstawanie dwuazoaminozwiązków jest niezależne od charakteru użytych jako związki dwuazowe zasad; związki dwuazoaminowe tworzą się zawsze łatwo i wydajność ich jest bardzo dobra. Skoro jednak zamiast użytych w patencie głównym Nr 14190 kwasów aminosulfokarbonowych stosować pierwszorzędowe aminy szeregu benzenowego, zawierają-

ce kilka grup sulfonowych, a więc skoro uśiłowac zapomocą tych związków przez zadanie ich dwuazozwiązkami zwykłemi otrzymać dwuazoaminozwiązki, to okazało się, że dwuazoaminozwiązki nie tworzą się, albo też powstają z bardzo małą wydajnością.

Obecnie znaleziono, że z dwuazozwiązków i pierwszorzędowych amin szeregu benzenowego, które zawierają kilka grup sulfonowych, można otrzymać żądane dwuazoaminozwiązki z doskonałą wydajnością, skoro jako dwuazozwiązki stosować takie związki dwuazowe, które wskutek obecności podstawionych grup, jak NO_2 , Cl i t. d., nadających im charakter kwaśny, sprzęgają

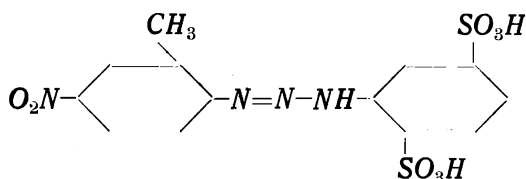
się energiczniej, jak np. nitro-dwuazobenzeny, nitrodwuazotolueny, dwunitrodwuazobenzeny, wielochlorowcodwuazobenzeny. Pod względem rozpuszczalności i pozostałych własności związki według wynalazku są ściśle podobne do związków opisanych w patencie Nr 14190, t. j. są one bardzo trwałe i po dodaniu kwasu rozkładają się na oba swe składniki, a mianowicie na dwuazozwiązek i aminę. W porównaniu z temi ostatniemi dwuazoaminozwiązki, zawierające kilka grup sulfonowych, posiadają tę wyższość, iż są łatwiej dostępne.

Przykład I. Roztwór dwuazowy otrzymany w sposób zwykły z $\frac{1}{10}$ cząsteczki molowej kwasu 2,5-dwuchloro-1-aminobenzenu-4-sulfonowego dodaje się powoli mieszając, do roztworu 36 cz. wag. ($\frac{1}{10}$ cząsteczki molowej) kwasu anilino-2,3-dwusulfonowego. Roztwór wtedy, zapomocą dodania octanu sodowego zobojętnia się do odczynu obojętnego przy próbie zapomocą papierka kongo. Utworzony dwuazoaminozwiązek wysala się, odsącza i suszy w cieple umiarkowanym.

Zamiast kwasu 2,5-dwuchloro-1'-aminobenzenu-4-sulfonowego można stosować kwas 2-amino-4'-metylo-1,1'-dwufenylosulfono-4-sulfonowy lub kwas 2-amino-4'-oksy-1,1'-dwu-fenylosulfono-3'-karbonowo-4-sulfonowy lub 2-amino-1,1'-dwufenylosulfon.

Przykład II. 152 cz. wag. 5-nitro-2-amino-1-metylobenzenu przeprowadza się w sposób zwykły w roztworze kwasu solnego zapomocą azotynu sodowego w sól dwuazoniową. Przesączony roztwór kwaśny wlewa się szybko w temperaturze 20°C do obojętnego roztworu soli sodowej, otrzymanej z 360 części wagowych (nieco więcej niż wypada z obliczenia) technicznego kwasu anilino-2,5-dwusulfonowego w 1000 cz. wag. wody. Kwaśny odczyn roztworu zobojętnia się octanem sodowym do odczynu obojętnego (przy próbie zapomocą papierka kongo) i produkt reakcji wysala zapomocą o-

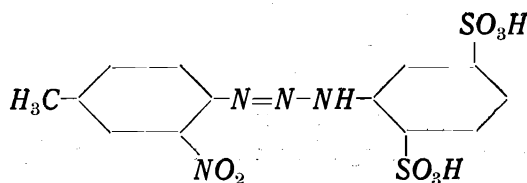
koło 20% soli kuchennej. Powstały dwuazoaminozwiązek, o wzorze:



po pewnym czasie odsącza się, odwirowuje i suszy w temperaturze umiarkowanej, poczem otrzymuje się żółtopomarańczowy proszek, bardzo łatwo rozpuszczalny w wodzie, który rozkłada się szybko i ilościowo pod działaniem słabych i mocnych kwasów, względnie środków kwaśnych wszelkiego rodzaju, na swe składniki. Produkt ten nie wybucha przy uderzeniu, jest odporny na tarcie i gorąco. Jego zdolność zapalania się jest bardzo nieznaczna.

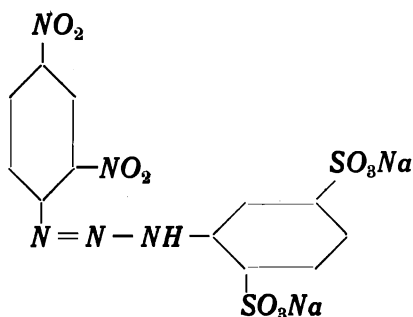
Zupełnie w podobny sposób otrzymuje się dwuazoaminozwiązek o podobnych własnościach, skoro opisanym powyżej roztworem chlorku dwuazoniowego działa się na roztwór anilino-2,4-dwusulfonianu sodowego.

Przykład III. 152 cz. wag. 3-nitro-4-amino-1-metylobenzenu przeprowadza się jak w przykładzie I w sól dwuazoniową. Roztworem tym działa się na obojętny roztwór, zawierający nieco większą, niż obrachowana, ilość kwasu anilino-2,5-dwusulfonowego. Po zobojętnieniu kwaśnego roztworu octanem sodowym osadza się przy wysalaniu solą kuchenną dwuazoaminozwiązek w postaci żółtych blaszek. Powstały produkt odsącza się, odwirowuje i suszy w temperaturze 60°C. Wydajność teoretyczna. Otrzymany związek, o wzorze:



jest bardzo łatwo rozpuszczalny w wodzie i rozszczepia się już pod działaniem słabych kwasów szybko i ilościowo na sól dwuazoniową i kwas anilino-2.5-dwusulfonowy.

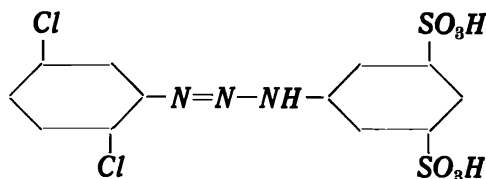
W sposób podobny do roztworu wodnego soli dwuazowej 183 cz. wag. 2.4-dwunitroaniliny wlewa się w obecności octanu sodowego obojętny roztwór soli sodowej. Zapomocą wysolenia otrzymuje się po ukończonem sprzęganiu o wydajności prawie że ilościowej dwuazoaminowiadzwiązek o wzorze:



Związek ten posiada wybitną trwałość.

Przykład IV. 162 cz. wag. 2.5-dwunitroaniliny dwuazuje się w sposób zwykły. Roztwór dwuazowy wlewa się do obojętnego roztworu równoważnej ilości kwasu anilino-3.5-dwusulfonowego. Po skończonem sprzęganiu otrzymuje się zapomocą

wysalania obojętnego roztworu solą kuchenną odnośny związek dwuazoaminowy, o wzorze:



Związek ten przedstawia żółty proszek o dobrej rozpuszczalności i dostatecznej trwałości.

Zastrzeżenie patentowe.

Odmiana sposobu według patentu Nr 14190, znamienna tem, że w celu otrzymania dwuazoaminowiadzwiązków działa się dwuazozwiązkami, energicznie sprzęgającymi się wskutek obecności podstawionych grup, jak NO_2 , Cl i t. d., nadających im charakter kwaśny, na pierwszorzędowe aminy szeregu benzenowego, zawierające kilka grup sulfonowych.

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