

COY 143/80



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 45652

Kl. 12 q, 6/03

Zakłady Przemysłu Barwników „Boruta“*)

Zgierz, Polska

Sposób wytwarzania dwuetyloamidu kwasu 2-amino-1-metoksy-4-benzenosulfonowego

Patent trwa od dnia 13 października 1960 r.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania dwuetyloamidu kwasu 2-amino-1-metoksy-4-benzenosulfonowego, używanego jako zasada czerwieni naftoelanowej ITR.

Dwuetyloamid kwasu 2-amino-1-metoksy-4-benzenosulfonowego wytwarza się z o-anizydyny przez jej acetylowanie, traktowanie kwasem chlorosulfonowym otrzymanej acetylo-o-anizydyny, kondensację otrzymanego 2-acetyloamino-1-metoksy-4-benzenosulfochloru z dwuetyloaminą i wreszcie odacetylowanie tego ostatniego związku do dwuetyloamidu kwasu 2-amino-1-metoksy-4-benzenosulfonowego według schematu I.

Przedewszystkim metoda ta wymaga stosowania jako produktu wyjściowego o-anizydyny, która jest produktem stosunkowo dro-

gim. Poza tym przemiana przebiega przy stosowaniu procesu acetylacji i odacetylowania, co wymaga stosowania kosztownego urządzenia odpornego na działanie kwasu octowego, który jest przy tym stosowany tylko do przejściowego blokowania grupy aminowej i nie wchodzi w skład produktu końcowego. Wskutek tego opisana wyżej i dotychczas stosowana metoda wytwarzania dwuetyloamidu kwasu 2-amino-1-metoksy-4-benzenosulfonowego jest kosztowna.

Przewodnią myślą wynalazku jest wytwarzanie wyżej wymienionego dwuetyloamidu kwasu 2-amino-1-metoksy-4-benzenosulfonowego, stosując jako produkt wyjściowy znacznie tańszą sól sodową kwasu 1-chloro-2-nitro-4-benzenosulfonowego i pomijając dzięki temu kosztowny proces acetylacji.

Sposób według wynalazku polega na tym, że sól sodowa kwasu 1-chloro-2-nitro-4-benzenosulfonowego metoksyduje się przez jej trak-

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

towanie roztworem wodorotlenku sodowego w alkoholu metylowym, a otrzymaną sól sodową 2-nitro-1-metoksy-4-benzenosulfonowego przeprowadza się w 2-nitro-1-metoksy-4-benzenosulfochlorek, a ten ostatni kondensuje się następnie z dwuetyloaminą otrzymując dwuetyloamid kwasu 2-nitro-1-metoksy-4-benzenosulfonowego, który w końcu redukuje się na dwuetyloamid kwasu 2-amino-1-metoksy-4-benzenosulfonowego. Przemiany przebiegają według schematu nr II.

Należy tu zaznaczyć, że zwykle dotychczas stosowana metoda przemiany soli sodowej kwasu sulfonowego w chlorek 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 pokojowej, co znacznie upraszcza przebieg tego procesu.

Ostatnią przemianę związku nitrowego na aminę przeprowadza się według wynalazku kwaśnym siarczkiem sodowym. Zastosowanie do redukcji kwaśnego siarczku sodowego pozwala w sposób prosty na otrzymywanie produktu końcowego o wymaganym stopniu czystości, co jest rzeczą trudno osiągalną przy stosowaniu innych środków redukujących.

Przykład. Do 1500 części wagowych 4,6%-owego roztworu metylanu sodowego dodaje się 350,2 części wagowe suchej soli sodowej kwasu 1-chloro-2-nitro-4-benzenosulfonowego i miesza w ciągu 20 godzin, utrzymując mieszaninę reakcyjną w stanie wrzenia. Następnie odsąca się wytworzoną sól sodową kwasu 2-nitro-1-metoksy-4-benzenosulfonowego, którą po wysuszeniu stopniowo wprowadza się do 850 części wagowych kwasu chlorosulfonowego w temperaturze 25–30°C i miesza w ciągu 20 godzin, po czym wydziela się 2-nitro-1-metoksy-4-benzenosulfochlorek przez wyłanie mieszaniny reakcyjnej na lód i odsączenie.

Wilgotną pastę sulfochloru kondensuje się następnie z 84 częściami wagowymi dwuetyloaminy w temperaturze około 20°C. Po zakończeniu procesu kondensacji mieszaninę reakcyjną zakwasza się kwasem solnym do reakcji kwaśnej na papierek Kongo, a otrzymany dwuetyloamid kwasu 2-nitro-1-metoksy-4-benze-

nosulfonowego po odsączeniu poddaje się redukcji 500 częściami wagowymi około 22%-owego kwaśnego siarczku sodowego przy wartości pH poniżej 10 w temperaturze 45–50°C. Po zakończeniu redukcji masę reakcyjną rozcieńcza się około 2000 częściami wagowymi wody i zakwasza około 350 częściami wagowymi 60%-owego kwasu siarkowego. Po zagrzaniu do temperatury 90°C i dodaniu około 5 części wagowych węgla aktywnego roztwór filtruje się, a następnie z przesączu wydziela dwuetyloamid kwasu 2-amino-1-metoksy-4-benzenosulfonowego przez zobojętnienie sodą.

Wydajność sumaryczna wynosi około 60% wydajności teoretycznej.

Otrzymany produkt końcowy posiada pożądaną czystość, tak iż odpowiada wymaganiom stawianym zasadzie czerwieni naftoelanowej ITR.

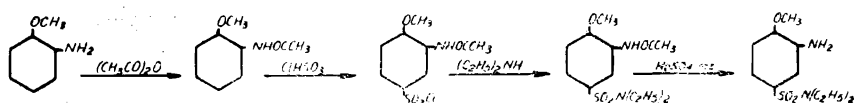
Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania dwuetyloamidu kwasu 2-amino-1-metoksy-4-benzenosulfonowego, znamieny tym, że sól sodową kwasu 1-chloro-2-nitro-4-benzenosulfonowego traktuje się roztworem wodorotlenku sodowego w alkoholu metylowym, otrzymaną sól sodową kwasu 2-nitro-1-metoksy-4-benzenosulfonowego przekształca się w 2-nitro-1-metoksy-benzenosulfochlorek, ten ostatni kondensuje się z dwuetyloaminą i wreszcie dwuetyloamid kwasu 2-nitro-1-metoksy-4-benzenosulfonowego redukuje się na dwuetyloamid kwasu 2-amino-1-metoksy-4-benzenosulfonowego.
2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że sól sodową kwasu 2-nitro-1-metoksy-4-benzenosulfonowego przeprowadza się na 2-nitro-1-metoksy-4-benzenosulfochlorek działaniem kwasu chlorosulfonowego w temperaturze pokojowej.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tym, że redukcję dwuetyloamidu kwasu 2-nitro-1-metoksy-4-benzenosulfonowego na dwuetyloamid kwasu 2-amino-1-metoksy-4-benzenosulfonowego przeprowadza się za pomocą kwaśnego siarczku sodowego.

Zakłady Przemysłu Barwników
„Baruta”

Zastępca: mgr inż. Aleksander Samujłło
rzecznik patentowy

Schemat I



Schemat II

