



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

234 606

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 09 01 84
(21) (PV 172-84)

(51) Int. Cl.³ C 07 C 143/58

(40) Zveřejněno 31 08 84
(45) Vydáno 01 01 87

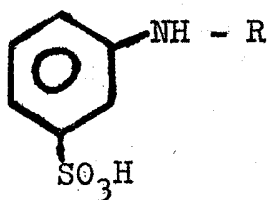
(75)

Autor vynálezu KRAJTL SVATOPLUK ing.,
VRBA ZDENĚK ing. CSc., PARDUBICE

(54) Způsob přípravy N-monoalkyl-metanilových kyselin

Způsob přípravy N-monoalkylmeta-
nilových kyselin, kde alkyl obsahuje 1
až 3 atomy uhlíku, spočívá v alkylaci
N-sulfometanilové kyseliny ve vodně
alkalickém prostředí. Vzniklý produkt se
podrobí hydrolýze.

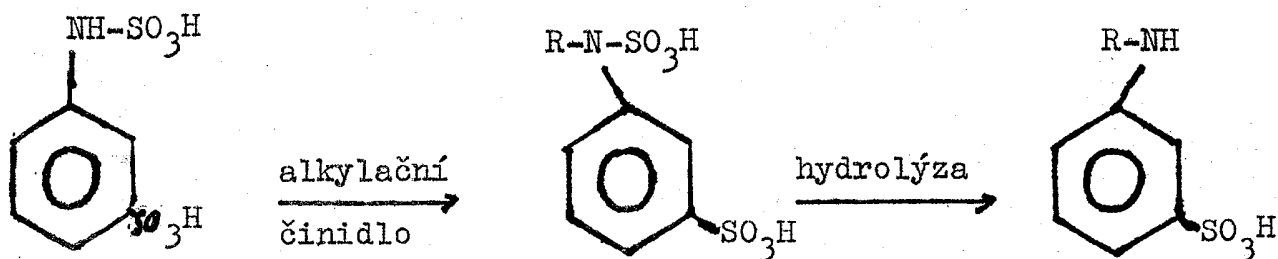
Vynález se týká způsobu přípravy N-monoalkylmetanilových kyselin obecného vzorce



kde R je lineární nebo rozvětvený alkyl s 1 až 3 atomy uhlíku.

Dosavadní způsob přípravy spočíval buďto v alkylation kyseliny metanilové nebo v sulfonaci síranu N-monoalkylanilinu. Při alkylation kyseliny metanilové vzniká směs mono- a dialkyl-derivátu, kterou lze rozdělit jen s obtížemi. Při sulfonaci vzniká směs všech tří polohových izomerů, z toho o-izomér vzniká v malém množství a lze jej oddělit, hlavním produktem sulfonace je směs p- a m-izoméru v poměru 1 : 1 až 3 : 7. Z této směsi lze v některých případech oddělit p-izomér v dostatečné čistotě, ovšem m-izomér je vždy znečištěn p-izomérem.

Nyní bylo zjištěno, že lze připravit čistou N-monoalkylmetanilovou kyselinu alkylation N-sulfometanilové kyseliny a následnou hydrolyzou produktu.



kde R je lineární nebo rozvětvený alkyl s 1 až 3 atomy uhlíku.

Kyselina N-sulfometanilová se připraví například reakcí kyseliny metanilové s kyselinou chloresulfonovou v bezvodém pyridinu. Alkylace se provádí mono- a dialkyldestery kyseliny sírové ve vodném prostředí za přítomnosti látek umožňujících dosažení $\text{pH} > 12$, jako například hydroxidu sodného, hydroxidu draselného a pod. Hydrolyza produktu po alkylationi se provádí v kyselém prostředí. Při hydrolyze nesmí být přítomno alkylační činidlo, jinak vznikne příslušný dialkylderivát.

Nový způsob přípravy N-monoalkylmetanilových kyselin umožňuje získat čisté produkty, což výše uvedenými známými postupy nelze dosáhnout, protože směsi mono- a dialkylderivátů nebo p-a-m-isomerů lze dělit velice těžko, v některých případech je to prakticky nemožné.

N-monoalkylmetanilové kyseliny se používají na přípravu N-monoalkyl-3-aminofenolů, které jsou surovinami pro přípravu triarylmetanových barviv. Tato brilantní barviva se používají v různých průmyslových odvětvích, v textilním průmyslu pro barvení vlny a polyakrylonitrilu.

V následujícím příkladě jsou dány různé množství.

Příklad 1

Příprava kyseliny N-sulfometanilové:

Do 110 dílů bezvodého pyridinu bylo přikapáno 24 dílů kyseliny chloresulfonové a přidáno 17,3 dílů kyseliny metanilové. Reakční směs byla zahřívána k varu 30 minut, po ochlazení na teplotu 50°C byla nalita do roztoku 34 dílů bezvodého uhličitánu sodného v 270 dílech vody. Pyridin byl odstraněn destilací s vodní parou.

Alkylace a hydrolyza:

V roztoku kyseliny N-sulfometanilové bylo rozpuštěno 20 dílů hydroxidu sodného. Pak bylo přidáno 29 dílů dimylesteru kyseliny sírové a reakční směs byla zahřívána k varu 20 h. Po ochlazení byla okyselena přidávkem 50 dílů koncentrované kyseliny chlorovodíkové. Po 2 h zahřívání na teplotu 80°C byla reakční směs odpařena do sucha a anorganické soli byly odstraněny trojnásobným vyvařením vždy se 100 díly etanolu. Odpařením spojených etanolických extraktů bylo

získáno 12,7 dílů 100 % látky, což je 68 % teorie.

234 606

Příklad 2.

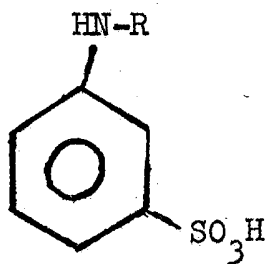
Alkylace a hydrolýza:

Do alkalického roztoku kyseliny N-sulfometanilové, který byl připraven výše uvedeným postupem, bylo přidáno 44 dílů etylesteru kyseliny sírové. Reakční směs byla zahřívána k varu 30 h, po ochlazení byla zpracována jako v předcházejícím příkladě. Bylo získáno 14,07 dílů 100 % látky, což je 75,1 % teorie.

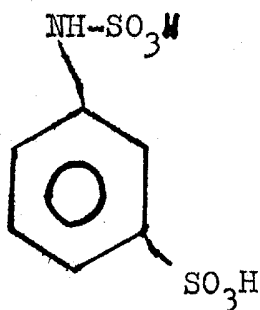
Příklad 3:

V roztoku kyseliny N-sulfometanilové, který byl připraven výše uvedeným způsobem, bylo rozpuštěno 20 dílů hydroxidu draselného a roztok byl odpařen na poloviční objem. Pak bylo přidáno 45 dílů diisopropylesteru kyseliny sírové a reakční směs byla zahřívána 30 h k varu. Po ochlazení byla zpracována stejným způsobem jako v příkladě 1 a 2. Bylo získáno 17,5 dílů 100 % látky, což je 81,5 % teorie.

Způsob přípravy N-monoalkylmetanilových kyselin obecného vzorce



kde R je lineární nebo rozvětvený alkyl s počtem uhlíků 1 až 3, vyznačený tím, že se alkyluje N-sulfometanilová kyselina vzorce



ve vodném alkalickém prostředí při pH ^{větší} větší než 12 a vzniklý produkt se podrobí hydrolyze.