

3-(4-氨基苯基偶氮)苯磺酸钠的合成

刘福德* 文欣 韩宝成 杨志生
(天津理工学院化工系 天津 300191)

关键词 氨基苯基偶氮苯磺酸钠,氨基甲基苯基偶氮苯磺酸钠,合成

中图分类号: O621; TQ615

文献标识码: A

文章编号: 1000-0518(2002)04-0396-02

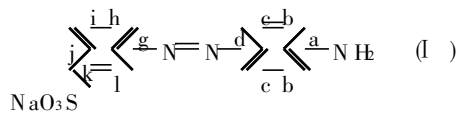
直接用重氮偶合法合成 3-(4-氨基苯基偶氮)苯磺酸钠 3-(4-氨基-3-甲基苯基偶氮)苯磺酸钠 2 个染料中间体. 无论在弱酸性还是碱性介质内主要发生 N 偶合反应,生成重氮氨基化合物,而不发生 C 偶合反应生成氨基偶氮苯类化合物. 在强酸性介质中,即使反应超过 20 h,重氮盐也不能消失,并且副产物多. 若采用重氮氨基化合物的转位方法合成这 2 个中间体,无论在酸性还是在碱性介质下转位副反应都很多,致使反应液呈黑色. 作者曾采用以 $-CH_2SO_3Na$ 保护偶合组分邻甲苯胺的氨基避免了重氮氨基化合物的生成,合成了 4-(4-氨基-3-甲基苯基偶氮)苯磺酸^[1]. 本文采用这种保护氨基的方法合成 3-(4-氨基苯基偶氮)苯磺酸钠, 3-(4-氨基-3-甲基苯基偶氮)苯磺酸钠 2 个中间体.

实验方法见文献 [1],不同的是本实验中重氮组分为间氨基苯磺酸,偶合组分分别为苯氨基甲磺酸钠、邻甲苯氨基甲磺酸钠.

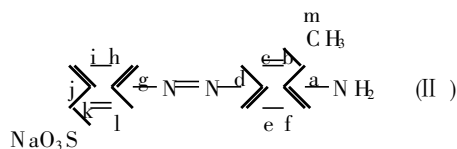
结果与讨论

合成得到 3-(4-氨基-3-甲基苯基偶氮)苯磺酸钠 (橙黄色粉末,收率 82%), 3-(4-氨基苯基偶氮)苯磺酸钠 (黄色粉末,收率 74%). 合成苯氨基 (或邻甲苯氨基)基甲磺酸钠时,反应体系控制 pH=9,如 pH 值太低,芳胺不能完全反应,收率下降. 重氮化反应及偶合反应控制反应温度在 10℃ 以下,偶合反应体系 pH 值在 7.0~7.5. 温度太高,重氮盐分解量增大; pH 值太高,重氮盐水解量也会增大,结果使得产品收率降低. 所得产品经水洗及甲醇洗至中性,80℃ 下干燥后,测 IR 光谱 (KBr 压片)^[2]及 ¹³C NMR.

3-(4-氨基苯基偶氮)苯磺酸钠, IR (KBr 压片), ν/cm^{-1} : 3 460, 3 396 (—NH), 3 069 (=CH), 1 602, 1 504 (苯环 C=C), 1 308 (N=N), 1 265 (G-N), 1 190, 1 037 (S=O). ¹³C NMR (内标: DMSO-D₆), W a. 151. 963, b. 113. 434, c. 123. 430, d. 142. 789, g. 153. 002, h. 125. 204, i. 128. 658, j. 126. 333, k. 148. 922, l. 117. 388. 各化学位移归属如 (I) 所示:



3-(4-氨基-3-甲基苯基偶氮)苯磺酸钠, IR (KBr 压片), ν/cm^{-1} : 3 435, 3 369 (—NH), 3 036 (=CH), 2 931 (—CH₃), 1 626, 1 572, 1 501 (苯环 C=C), 1 309 (N=N), 1 284 (G-N), 1 195, 1 044 (S=O). ¹³C NMR (内标: DMSO-D₆), W a. 151. 199, b. 123. 602, c. 121. 030, d. 143. 080, e. 117. 496, f. 113. 520, g. 152. 123, h. 125. 115, i. 128. 801, j. 126. 392, k. 148. 749, l. 117. 496, m. 17. 439. 各化学位移归属如 (II) 所示:



2001-05-29 收稿, 2001-10-19 修回

天津市 21 世纪青年科学基金资助课题 (963705711)

通讯联系人: 刘福德,男,1965 年生,硕士,副教授; E-mail: liufude@eyou.com; 主要从事精细化学品合成及工艺方面的研究

参 考 文 献

- 1 LIU Fu-De(刘福德), LU Jun-Rui(卢俊瑞), YANG Zhi-Sheng(杨志生). *Chin J Appl Chem* (应用化学) [J], 1998, 15(5): 106
- 2 CHEN De-Heng(陈德恒). *The Analysis of Organic Structure*(有机结构分析) [M]. Beijing(北京): Science Press (科学出版社), 1985 135

Synthesis of Sodium 3-(4-Aminophenylazo) benzenesulfonate

LIU Fu-De*, WEN Xin, HAN Bao-Cheng, YANG Zhi-Sheng

(Department of Chemical Engineering, Tianjin Institute of Technology, Tianjin 300191)

Abstract The 3-(4-aminophenylazo) benzenesulfonic sodium and 3-(4-amino-3-methylphenylazo) benzenesulfonic sodium have been synthesized via protecting NH₂ group in aniline *o*-toluidine by -C₆H₄SO₃Na and characterized by IR and ¹³C NMR.

Keywords sodium aminophenylazobenzenesulfonate, sodium amino-methylphenylazo benzenesulfonic, synthesis

中国化学会和巴斯夫公司共同设立 “中国化学会-巴斯夫公司青年知识创新奖” 和“中国化学会-巴斯夫公司青年国际会议交流资助项目”

近日,中国化学会和巴斯夫公司经过认真讨论,决定共同设立“中国化学会-巴斯夫公司青年知识创新奖(以下简称‘创新奖’)”和“中国化学会-巴斯夫公司青年国际会议交流资助项目(以下简称‘交流项目’)”。奖励与资助旨在:进一步加强巴斯夫公司和中国化学界的联系,鼓励中国青年化学工作者开拓创新的科学研究工作及为科研人员到国外参加知名的国际科学会议,汲取、更新知识提供机会。

“创新奖”的对象是从事石油化工、高分子材料、精细化工、天然产物及有机合成、表面及胶体化学、生物工程(农作物保护剂、饲料添加剂)的研究工作,年龄在45周岁以下的优秀的青年科学家。其条件是:在其研究领域中,确有新的发现或创新发展,观点明确、数据完整、结论可靠;或其研究工作及成果在相应的应用领域中,有独创和革新,可解决相应技术难题,对生产及经济发展有一定意义;或在研究工作中提出新的理论或观点,确属首创,有一定的发展潜力。要求必须是在国内,由本人独立完成或主持的研究工作。

奖励自2002年开始实行,每两年评选一次,奖励优秀青年科学家4名,奖励金额为每人10000美元,其中包括科研经费8000美元和个人奖励2000美元。

“交流项目”用于资助被国际会议接受的口头报告或担任即将担任国际组织相应学科专业委员会委员及国家代表职务,从事石油化工、高分子材料、精细化工、天然产物及有机合成、表面及胶体化学、生物工程(农作物保护剂、饲料添加剂)研究工作,年龄在45周岁以下的优秀的青年科学家。

资助自2001年开始实行,每年资助5~10位人员,费用包括国际往返机票、会议注册费和会议期间住宿费。“创新奖”申请和“交流项目”中,担任即将担任国际组织相应学科专业委员会委员及国家代表职务者申请资助,与中国化学会办公室联系;“交流项目”中,参加学术报告者与BASF(中国)有限公司科技合作部联系。

中国化学会办公室