



(12) Ausschließungspatent

(11) DD 287 723 A5

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1

Patentgesetz der DDR

vom 27. 10. 1983

in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) C 09 B 43/00

DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) DD C 09 B / 332 620 6

(22) 14. 09. 89

(44) 07. 03. 91

(71) siehe (73)

(72) Schulze, Margit, Dipl.-Chem.; Hartmann, Horst, Prof. Dr. habil. Dipl.-Chem.; Berthold, Erika, DE

(73) Technische Hochschule „Carl Schorlemmer“, Leuna-Merseburg, Büro für Schutzrechte, Neuerungen und
Lizenzen, Otto-Nuschke-Straße, O - 4200 Merseburg, DE

(74) siehe (73)

(54) Verfahren zur Herstellung von 4,4'-Dialkyl- bzw. Diarylmercapto-polykisazo-anthracenen

(55) Polykisazo-anthracene; Dialkyl- bzw.

Diarylmercapto-azoanthracene;

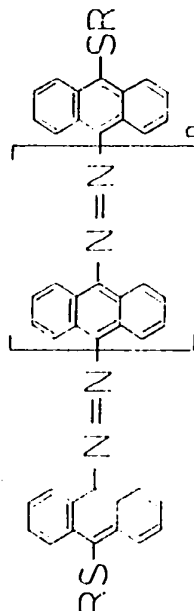
Dichloro-polykisazo-anthracene;

Dihydroxy-polykisazo-anthracene; aromatische

Azoverbindungen; Substitutionsreaktion, nucleophile;

Diazonium- bzw. tetrazoniumsalze; Farbstoffe;

Sensibilisatoren; pH-Indikatoren

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von
4,4'-Dialkyl- bzw. Diarylmercaptopolykisazo-anthracenen.Derartige Verbindungen besitzen Bedeutung als Farbstoffe
zum Anfärben von Fasern und Platten, als Sensibilisatoren
für elektrooptische Aufzeichnungsverfahren sowie alspH-Indikatoren in der analytischen Chemie. Mit der
Erfindung soll erreicht werden, die bisher unbekannten4,4'-Dialkyl- bzw. Diarylmercapto-polykisazo-anthracene
auf einfache Weise zu synthetisieren. Dies geschiehterfindungsgemäß dadurch, daß chloresubstituierte
Polykisazo-anthracene mit einem Mercaptan bei erhöhter
Temperatur in einem vorzugsweise dipolar aprotischenLösungsmittel zu 4,4'-Dialkyl- bzw.
Diarylmercapto-polykisazo-anthracenen I mit $n = 0, 1, 2, 3$
umgesetzt werden. Formel I

Erfindungsanspruch:

Verfahren zur Herstellung von 4,4'-Dialkyl- bzw. Diarylmercapto-polykisazo-anthracenen, gekennzeichnet dadurch, daß 4,4'-Dichloro-polykisazo-anthracene des Typs I, wobei $n = 0, 1, 2, 3$ sein kann, mit einem Mercaptan des allgemeinen Formeltyps II, wobei R einen beliebigen aliphatischen oder aromatischen Rest, der im erstgenannten Fall aus einfachen unverzweigten oder verzweigten Kohlenstoffketten von einem bis achtzehn Atomen und im zweitgenannten Fall aus einfachen unsubstituierten oder nahezu beliebig substituierten Phenylresten bestehen kann, darstellt, in einem vorzugsweise dipolar aprotischen Lösungsmittel wie DMF, DMSO, HMPT, CH_3CN bei Temperaturen um 100°C zu Verbindungen des Typs III, wobei n und R die gleiche Bedeutung wie in Formel I bzw. II besitzen, umgesetzt werden.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 4,4'-Dialkyl- bzw. Diarylmercapto-polykisazo-anthracenen. Derartige Verbindungen besitzen Bedeutung als Farbstoffe zum Anfärben von Fasern und Plasten, als Sensibilisatoren für elektrooptische Aufzeichnungsverfahren sowie als pH-Indikatoren in der analytischen Chemie.

Charakteristika der bekannten technischen Lösungen

Die beanspruchten 4,4'-Dialkyl- bzw. Diarylmercapto-polykisazo-anthracene sind bisher unbekannt.

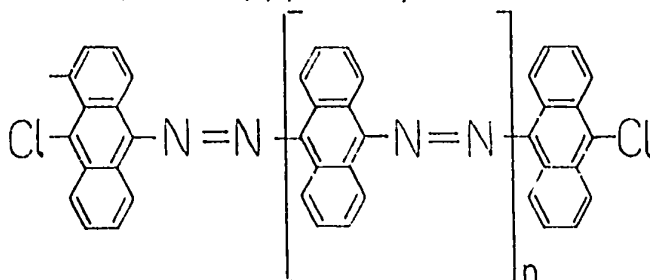
Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, die bisher nicht bekannten und als Farbstoffe zum Anfärben von Fasern und Plasten, als Sensibilisatoren sowie pH-Indikatoren einsetzbaren 4,4'-Dialkyl- bzw. Diarylmercapto-anthracene auf einfache Weise zugänglich zu machen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Aufgabe der Erfindung ist es, die bisher nicht bekannten 4,4'-Dialkyl- bzw. Diarylmercapto-polykisazo-anthracene auf einfachem Wege aus leicht verfügbaren und unbedenklich handhabbaren Ausgangsstoffen in hoher Reinheit und guten Ausbeuten zugänglich zu machen.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die leicht und bequem zugänglichen 4,4'-Dichloro-polykisazo-anthracene der Formel I, wobei $n = 0, 1, 2, 3$ sein kann,

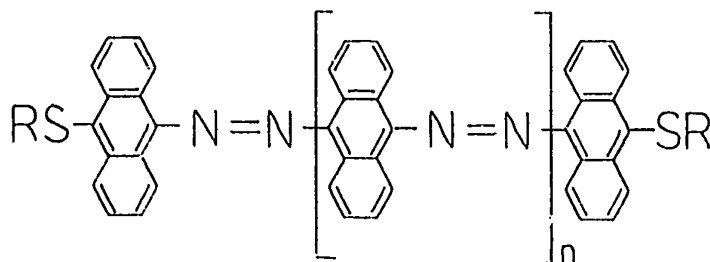


mit einem Mercaptan der allgemeinen Formel II,



II

wobei R einen beliebigen aliphatischen oder aromatischen Rest, der im erstgenannten Fall aus einfachen unverzweigten oder verzweigten Kohlenstoffketten von einem bis achtzehn Atomen und im zweitgenannten Fall aus einfachen unsubstituierten oder nahezu beliebig substituierten Phenylresten bestehen kann, darstellt, in einem vorzugsweise dipolar aprotischen Lösungsmittel wie DMF, DMSO, AMPT, CH_3CN bei Temperaturen um 100°C zu Verbindungen des allgemeinen Formeltyps III,



III

wobei n und R die gleiche Bedeutung wie in Formel I bzw. II besitzen, umgesetzt werden.

Ausführungsbeispiele

Nachstehend wird die Erfindung anhand der in Tabelle 1 aufgeführten und gemäß der allgemeingültigen Darstellungsvorschrift synthetisierten Verbindungen erläutert.

0,1 mol 4,4'-Dichloro-polykisazo-anthracen werden in 100 ml DMF mit 20 ml des entsprechenden Mercaptans versetzt und unter Rückfluß gekocht. Der Reaktionsverlauf wird dünnschichtchromatographisch so lange verfolgt, bis keine Ausgangsverbindung mehr nachweisbar ist. Zu diesem Zeitpunkt wird die Reaktionslösung erkalten gelassen und in 100 ml Eisessig gegeben. Anschließend wird vom ausgefallenen Niederschlag abgesaugt und zur Reinigung aus Methanol umkristallisiert.

Tabelle 1
4,4'-Dialkyl- bzw. Diarylmercapto-polykisazo-anthracene der Formel III

R	n	F _p °C	Ausb. (% d. Th.)
n-C ₄ H ₉ -	0	331-333	51
n-C ₁₂ H ₂₅ -	0	298-299	63,5
C ₆ H ₅ -	0	303-304	70
C ₆ H ₅ -CH ₂ -	0	311-315	68,5
n-C ₄ H ₉ -	1	299-300	61
n-C ₁₂ H ₂₅ -	1	311-312	61,5
C ₆ H ₅ -	1	329-333	60
C ₆ H ₅ -CH ₂ -	1	314-315	60,5
n-C ₄ H ₉ -	2	295-298	63,5
n-C ₁₂ H ₂₅ -	2	319-323	69
n-C ₆ H ₅ -	2	301-304	61
C ₆ H ₅ -CH ₂ -	2	331-332	61,5
n-C ₄ H ₉ -	3	311-313	69
n-C ₁₂ H ₂₅ -	3	349-353	67,5
C ₆ H ₅ -	3	329-332	63
C ₆ H ₅ -CH ₂ -	3	301-303	61,5