

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

48293

Patent dodatkowy
do patentu

Kl. 12 p 7/01

Zgłoszono: 07.VI 1962 (P 99 009)

Pierwszeństwo:

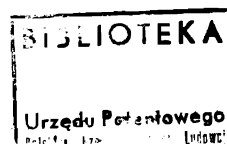
MKP ~~000~~

~~DOEP~~ ~~1/12~~
CO7d 51/36
UKD

Opublikowano: 29.VI.1964

Twórca wynalazku: mgr inż. Eliza Hrehorowicz

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)



Sposób wytwarzania 2, 4, 6-trójlchloro-5-cyjanopirymidyny

1

2,4,6-trójlchloro-5-cyjanopirymidyna (wzór I) jest związkiem nowym nieopisanym dotąd w literaturze chemicznej. Jest to bezbarwne ciało krystaliczne o temperaturze topnienia 124°C, łatwo rozpuszczalne w większości rozpuszczalników organicznych takich jak węglowodory alifatyczne i aromatyczne, eter, dioksan, aceton, chlorowcowe pochodne węglowodorów, alkohole itp. W temperaturze powyżej 100°C, przy zmniejszonym ciśnieniu (5 mm Hg) sublimuje w postaci pięknie wykształconych bezbarwnych igieł.

Związek ten znalazł zastosowanie przy syntezie barwników reaktywnych, przeznaczonych do barwienia i jedwabiu wiskozowego, jedwabiu naturalnego, wełny i włókna syntetycznego opartego na poliamidach.

Sposób otrzymywania 2,4,6-trójlchloro-5-cyjanopirymidyny, polega na działaniu tlenochlorkiem fosforu w obecności aromatycznych amin trzeciorzędowych (np. N,N-dwumetyloaniliny) na amid kwasu 2,4,6-trójlhydroksypirymidyno-5-karboksylowego (wzór II) w temperaturze 90—120°C.

W operacji tej zachodzi wymiana grup wodorotlenowych w położeniach 2,4,6 na chlor, przy równoczesnym odwodnieniu grupy amidowej (-CONH₂) znajdującej się w położeniu 5, która przechodzi w grupę cyjanową.

2

Trzeciorzędowa amina spełnia rolę katalizatora i może być regenerowana z odcieków przez zalkalizowanie.

Przykład. Do 488 ml tlenochlorku fosforu, przy ruchu mieszadła dodaje się 150 g sproszkowanego amidu kwasu 2,4,6-trójlhydroksypirymidyno-5-karboksylowego. Następnie do zawiesiny wkrapla się w ciągu 1,5 — 2 godzin 156 ml N,N-dwumetyloaniliny. Całość w ciągu 1 godziny ogrzewa się do 95°C i temperaturę tę utrzymuje się w ciągu 13—16 godzin. Przy końcu reakcji temperaturę można podwyższyć do 120°C. Po tym czasie masę reakcyjną wylewa się wolno do około 1 kg drobno potłuczonego lodu przy intensywnym mieszaniu. Wydzielony produkt filtruje się po kilku minutach, przemycia około 2 l wody i suszy na powietrzu.

Otrzymuje się 140 — 150 g produktu surowego.

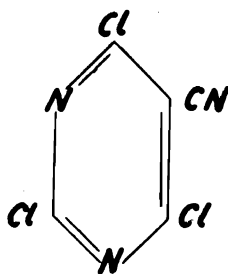
Produkt surowy jest barwy żółtej, rozpuszcza się w acetonie tworząc roztwór o zabarwieniu żółtym lub zielonkawym i zawiera około 90% produktu 100%-ego.

Można go oczyścić znanymi sposobami, np. przez krystalizację z węglowodorów aromatycznych (benzen, toluen) lub alifatycznych (eter naftowy itp.) przez rozpuszczenie w acetonie i wytrącenie produktu wodą w temperaturze bliskiej 0°C lub przez sublimowanie w temperaturze 100 — 110°C przy ciśnieniu 5 mm Hg.

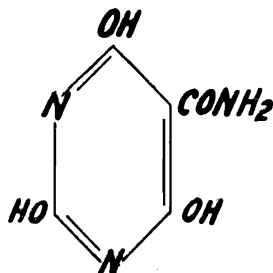
Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania 2,4,6-trójkloro-5-cyjanopirymidyny znamienny tym, że na amid kwasu 2,4,6-trójhdroksypirymidyno-5-karboksylowego, w obecności aminy trzeciorzędowej jako katalizatora,

działa się w temperaturze 90 — 120°C tlenochlorkiem fosforu, przy czym następuje równocześnie wymiana grup hydroksylowych w położeniach 2,4,6 na chlor i przekształcenie grupy amidowej (-CONH₂) znajdującej się w położeniu 5 w grupę cyjanową (-CN).



Wzór 1



Wzór 2