

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWAURZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

61711

Patent dodatkowy
do patentu

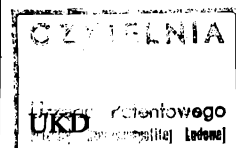
Kl. 12 p, 6

Zgłoszono: 04.VIII.1967 (P 122 050)

Pierwszeństwo:

MKP C 07 d, 51/78

Opublikowano: 5.I.1971



Współtwórcy wynalazku: Czesław Sosnowski, Lech Wojciechowski

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania 2,3-dwuchlorowcochinoksaliny i jej pochodnych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania 2,3-dwuchlorowcochinoksaliny i jej pochodnych o wzorze 1, w którym X oznacza atom chloru lub bromu, a Y oznacza atom wodoru, grupę nitrową, metylową, metoksyłową lub atom chlorowca.

Znany jest sposób wytwarzania związków o wzorze 1, w którym X i Y mają wyżej podane znaczenie, na drodze reakcji związku o wzorze 2, w którym Y ma wyżej podane znaczenie, a Z oznacza grupę hydroksylową, z trój- lub pięciochlorkiem względnie pięciobromkiem fosforu, przy czym górna granica wydajności, uzyskiwanej znanym sposobem, wynosi około 75%.

Stwierdzono, że reakcję bromowania lub chlorowania związku o wzorze 2, w którym Y i Z mają wyżej podane znaczenia, można przeprowadzić z wyższą wydajnością, jeżeli jako czynnik chlorujący lub bromujący zastosuje się tlenochlorek lub tlenobromek fosforu w obecności aminy III-rzęd. Obecność tej aminy jest konieczna, gdyż sam tlenochlorek fosforu, który jest znanym czynnikiem chlorującym, nie reaguje z dwuhydroksychinoksaliną lub jej pochodnymi podstawionymi w położeniu 6. Jako aminę III-rzęd. stosuje się korzystnie N,N-dwumetyloanilinę. Produkt reakcji otrzymuje się z wydajnością, przekraczającą 90%. Może on stanowić półprodukt do wytwarzania barwników reaktywnych.

Sposób według wynalazku ilustrują następujące przykłady:

Przykład I. Do 55 ml tlenobromku fosforu dodaje się 32,4 g 2,3-dwuhydroksychinoksaliny, a następnie w temperaturze 20° 20 ml N,N-dwumetyloaniliny. Tem-

2

peratura masy reakcyjnej wzrasta podczas dodawania N,N-dwumetyloaniliny samorzutnie do 30°. Całość podgrzewa się następnie do temperatury wrzenia i utrzymuje w tych warunkach w ciągu 3 godzin. Temperatura wrzenia wynosi na początku reakcji 115° i wzrasta stopniowo do 130°. Masę poreakcyjną wylewa się na drobno potłuczony lód. Wydzielony jasny osad odsącza się, przemywa kilkakrotnie wodą i suszy. Otrzymuje się 52 g 2,3-dwubromochinoksaliny o temperaturze topnienia 165—170°, co stanowi 93% wydajności.

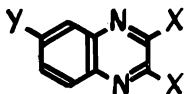
Przykład II. Do 50 ml tlenochloru fosforu dodaje się 42 g 2,3-dwuhydroksy-6-nitrochinoksaliny, a następnie w temperaturze 20° 20 ml N,N-dwumetyloaniliny. Temperatura masy reakcyjnej wzrasta podczas dodawania 2,3-dwuhydroksy-6-nitrochinoksaliny samorzutnie do 30°. Całość podgrzewa się następnie do temperatury wrzenia i utrzymuje w tych warunkach w ciągu 1,5 godziny. Temperatura wrzenia wynosi na początku reakcji 115° i wzrasta stopniowo do 123°. Masę poreakcyjną wylewa się na drobno potłuczony lód. Wydzielony żółtobrazowy osad odsącza się, przemywa kilkakrotnie wodą i suszy. Otrzymuje się 45 g 2,3-dwuchloro-6-nitrochinoksaliny o temperaturze topnienia 145—151°, co stanowi 92% wydajności.

Zastrzeżenie patentowe

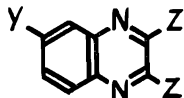
Sposób wytwarzania 2,3-dwuchlorowcochinoksaliny i jej pochodnych o wzorze 1, w którym X oznacza atom

chloru lub bromu, a Y oznacza atom wodoru, grupę nitrową, metylową, metoksyłową lub atom chlorowca, na drodze chlorowania lub bromowania 2,3-dwuhydroksychinoksaliny lub jej pochodnych podstawionych w

położeniu 6, **znamienny tym**, że chlorowanie lub bromowanie prowadzi się tlenochlorkiem lub tlenobromkiem fosforu w obecności aminy III-rzęd., korzystnie N,N-dwumetyloaniliny.



Wzór 1



Wzór 2