



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

[11] 263949

[13] B1

[51] Int. Cl. 4
C 07 D 251/20

(21) PV 1671-88.Q
(22) Přihlášeno 27 04 87

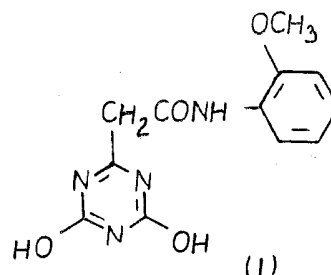
(40) Zveřejněno 16 09 88
(45) Vydáno 15 07 89

[75]
Autor vynálezu

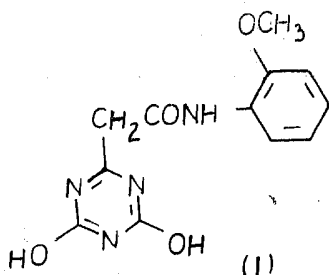
MUŽÍK FERDINAND dr. ing. CSc., CHRUDIM, RŮŽIČKA
JAROSLAV doc. ing. CSc., MARHAN JIŘÍ ing. CSc., BURGERT
LADISLAV ing. CSc., PARDUBICE

[54] Způsob přípravy 1,3,5-triazinové sloučeniny na bázi arylidu
acetocetové kyseliny

[57] Sloučenina vzorce I se připravuje kondenzací 2,4,6-trichlor-1,3,5-triazinu s acetoacet-2-anisididem ve vodném prostředí nebo v prostředí organického rozpouštědla v přítomnosti hydroxidu sodného nebo draselného. Reakce ve vodném prostředí se provádí v přítomnosti povrchově aktivních látek. Produkt kondenzace se rozpustí ve směsi etanol — koncentrovaná kyselina sírová a roztok se vlije do vody s ledem. Přípravená látka je meziprodukt pro přípravu organických barviv.

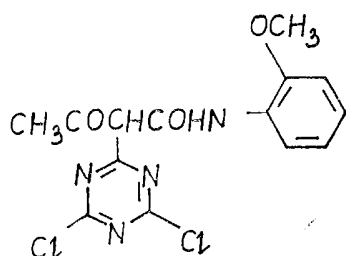


Vynález se týká způsobu přípravy 1,3,5-triazinové sloučeniny vzorce I



Příklad

19,63 dílu 2,4,6-trichlor-1,3,5-triazinu se rozpustí ve 150 dílech acetonu nebo 50 dílech dioxanu a roztok se za míchání vne- se do směsi vody a ledu. Do získané suspenze se za stálého míchání a při teplotě 0 až 5 °C připustí během 30 až 40 minut roztok 20,7 dílu acetoacet-2-anisididu ve 100 až 150 dílech hydroxidu sodného $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/l}$. Po skončené kondenzaci se suspenze okyslí přidávkou kyseliny chlorovodíkové, vyhřeje se na 60 až 90 °C, produkt odfiltruje a promyje vodou. Teplota tání surové substance 160 až 165 stupňů Celsia. V benzenu se za tepla rozpouští, přidávkou petroletheru nebo technického benzínu se získají krystalky t. t. 169 až 170 °C. Složení produktu vzorce



bylo potvrzeno hmotnostní spektroskopií a elementární analýzou.

Pro $\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{Cl}_2\text{N}_4\text{O}_3$ (mol. hmot. 355,17)

vypočteno:

47,34 % C, 3,41 % H, 19,96 % Cl, 15,77 % N,

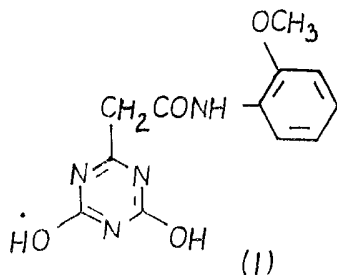
nalezeno:

47,84 % C, 3,76 % H, 20,16 % Cl, 15,60 % N.

Postup kondenzace lze modifikovat tím, že se reakce provede s vyloučením organického rozpouštědla, tj. ve vodném prostředí a za přidavku 3 až 5 % povrchově aktiv-

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

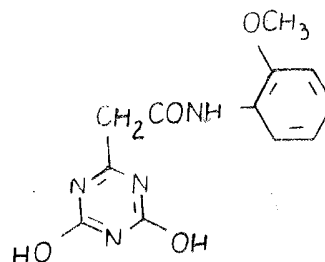
Způsob přípravy 1,3,5-triazinové sloučeniny na bázi arylidu acetoctové kyseliny vzorce I



kondenzací 2,4,6-trichlor-1,3,5-triazinu s acetoacetarylidem vzorce II

ní látky, například kondenzačních zplodin ethylenoxidu s vysokomolekulárními mastnými kyselinami či alkoholy s počtem atomů uhlíku C_{12} až C_{30} . Výhodný je např. kondenzát ethylenoxidu s kyselinou olejovou dostupný pod obchodním názvem Slovasol A.

Kondenzační produkt se dále dehaloguje a desacetyluje rozpuštěním ve směsi ethanolu a koncentrované kyseliny sírové v objemovém poměru 1 : 1. Po 45 minutách, kdy se již nevyvíjí chlorovodík a hydrolytická směs se vyjasní, vlije se roztok do vody s ledem, produkt se odfiltruje, promyje vodou, ethanolom a petroletherem. Výtěžek derivátu následujícího vzorce činí 85 až 90 % th.



Složení bylo potvrzeno molekulární spektroskopií a elementární analýzou.

Pro $\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_4$ (mol. hmot. 276,244)

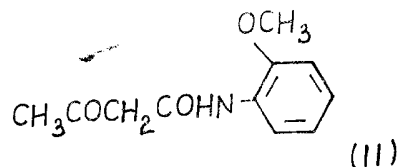
vypočteno:

52,17 % C, 4,38 % H, 20,28 % N,

nalezeno:

52,47 % C, 4,79 % H, 20,01 % N.

S diazoniovými sloučeninami, např. s diazotovaným dimethylesterem 2-aminotereftalové kyseliny kopuluje na koloristicky velmi vydatný žlutý pigment vysokých stálostí na světle a v organických rozpouštědlech.



ve vodném prostředí za použití hydroxidu sodného nebo draselného, popřípadě s použitím organického rozpouštědla, jako aceton nebo dioxan a hydrolýzou získaného produktu vyznačený tím, že se kyanurchlorid, acetoacetarylid a hydroxid sodný nebo draselný použijí v molárním poměru 1 : 1 :

: 2 a reakce ve vodném prostředí se provede v přítomnosti povrchově aktivních látek, jako kondenzátů ethylenoxidu s vyššími mastnými kyselinami či alkoholy s počtem atomů uhlíku C_{12} až C_{30} , vzniklý produkt

se po okyselení suspenze a zahřátí na 60 až 90 °C izoluje, načež se rozpustí ve směsi ethanol — koncentrovaná kyselina sírová v objemovém poměru 1 : 1 a roztok vlije do vody s ledem.