



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

203777

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 04 05 79

(21) (PV 3060-79)

(40) Zveřejněno 30 06 80

(45) Vydáno 15 06 83

[51] Int. Cl.³
C 07 C 33/22
(C 07 C 33/22,
113/00)

(75)

Autor vynálezu

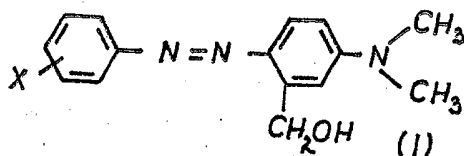
HRABÁK FRANTIŠEK ing. DrSc. a LOKAJ JAN ing. CSc., PRAHA

(54) 2-Arylazo-5-dimethylaminobenzylalkoholy a způsob jejich výroby

1

Vynález se týká 2-arylazo-5-dimethylaminobenzylalkoholů a způsobu jejich výroby. 2-Arylazo-5-dimethylaminobenzylalkoholy podle vynálezu nebyly dosud připraveny. Jsou vhodné pro výrobu barevných akrylátů a methakrylátů obsahujících aminoskupinu a v literatuře nebyly dosud popsány.

Předmětem vynálezu jsou 2-arylazo-5-dimethylaminobenzylalkoholy obecného vzorce I,



v němž X je Cl, Br nebo skupina NO₂.

Způsob výroby 2-arylazo-5-dimethylaminobenzylalkoholu podle vynálezu spočívá v tom, že se na mol X-benzendiazoniumchloridu nebo X-benzendiazoniumsulfátu, přičemž X má stejný význam jako ve vzorci I, působí 0,3 až 1 molem 3-dimethylaminobenzylalkoholu ve vodně alkoholickém roztoku v teplotním rozmezí od 0 do 30 °C.

Sloučeniny obecného vzorce I lze připravit kopulací X-benzendiazoniumchloridu nebo X-benzendiazoniumsulfátu s 3-dimethyl-

2

aminobenzylalkoholem ve vodně alkoholickém roztoku. Molární poměr 3-dimethylaminobenzylalkohol (X-benzendiazonijská sůl) se může měnit v rozmezí od 0,3 do 1,0, obvykle však bývá 0,6 až 0,8. Vodný roztok diazonijské soli s pH upraveným na 6 až 7 bývá 2 až 15% a alkoholický roztok 3-dimethylaminobenzylalkoholu 10 až 30%. Roztok diazonijské soli se až do přidání 3-dimethylaminobenzylalkoholu chladí na teplotu 0 až 5 °C. Po smíšení obou roztoků se nechá směs v klidu při teplotě místnosti. Ze směsi se vyloučí v pevném stavu barevný 2-arylazo-5-dimethylaminobenzylalkohol, který se dále čistí krystalizací nebo přesrážením.

Způsoby přípravy 2-arylazo-5-dimethylaminobenzylalkoholů obecného vzorce I jsou objasněny dále v příkladech provedení.

Příklad 1

K 1,28 g 2-chloranilinu se přidá 17 cm³ vody a 2,5 cm³ konc. HCl, vzniklý roztok se ochladí na 0 °C a při této teplotě se k němu za míchání přidává roztok 0,69 g NaNO v 1,5 cm³ vody. Nasyceným vodným roztokem Na₂CO₃ se potom při teplotě 0 až 5 °C upraví pH směsi na hodnotu cca 6,5. Směs se přefiltruje a k filtrátu se za míchání přilije roztok 1 g 3-dimethylaminobenzylalkoholu ve

4 cm³ ethanolu. Z reakční směsi se začíná okamžitě vylučovat sytě oranžový 2-(2-chlorfenyl)azo-5-dimethylaminobenzylalkohol (1,92 g, 100% výtěžek). Surový produkt se rozpustí v acetonu a z acetonového roztoku se nalitím do nasyceného vodného roztoku NaCl vyloučí azoalkohol s teplotou tání 107 až 108 °C. Analýsa: C₁₅H₁₆ClN₃O, mol. hmot. 289,79; nalezeno 61,80 % C, 5,72 % H, 14,44 proc. N; vypočteno 62,17 % C, 5,57 % H, 14,50 % N.

Příklad 2

Směs 1,38 g 2-nitroanilinu, 10 cm³ H₂O a 6 cm³ konc. H₂SO₄ se ochladí na 0 °C a diazotuje roztokem 1,5 g NaNO₂ v 7 cm³ vody za současného přidávání 15 g ledu. Nasyceným vodným roztokem Na₂CO₃ se potom upraví pH na hodnotu 7. Po přefiltrování směsi se při teplotě 10 ± 0,5 °C přidá za míchání roztok 1,2 g 3-dimethylaminobenzylalkoholu v 10 cm³ C₂H₅OH. Vyloučený tmavě červený 2-(2-nitrofenyl)azo-5-dimethylaminobenzylalkohol (2,20 g, 92% výtěžek) se čistí jako v předcházejícím případě a čistý má teplotu tání 142 °C. Analýsa: C₁₅H₁₆N₄O₃,

mol. hmot. 300,31; nalezeno 60,10 % C, 5,51 proc. H a 18,57 % N; vypočteno 59,99 % C, 5,37 % H, 18,66 % N.

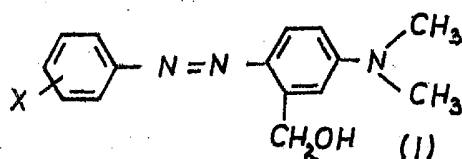
Příklad 3

Stejným způsobem jako v příkladu 2 se připraví z 1,72 g 4-bromanilinu diazoniová sůl, která se kopuluje s 1,1 g 3-dimethylaminobenzylalkoholu. Získaný červenofialový 2-(4-bromfenyl)azo-5-dimethylaminobenzylalkohol (1,86 g, 70% výtěžek) má po přečištění teplotu tání 82 až 84 °C. Analýsa: C₁₅H₁₆BrN₃O, mol. hmot. 334,24; nalezeno 53,31 % C, 4,82 % H, 12,16 % N; vypočteno: 53,90 % C, 4,83 % H, 12,57 % N.

2-Arylazo-5-dimethylaminobenzylalkoholy jsou dobře rozpustné v acetonu, dimethylformamidu, dimethylsulfoxidu, chloroformu a 1,4-dioxanu, málo rozpustné v benzenu, etheru a tetrachlormethanu, a prakticky nerozpustné v alifatických uhlovodících a ve vodě. Působením chloridů nenasycených kyselin, například akrylové a methakrylové, je lze přeměnit v odpovídající estery, které mohou nalézt využití jako komonomery pro výrobu barevných polymerních materiálů.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. 2-Arylazo-5-dimethylaminobenzylalkoholy obecného vzorce I,



v němž X je Cl, Br nebo skupina NO₂.

2. Způsob výroby 2-arylazo-5-dimethylaminobenzylalkoholů obecného vzorce I podle bodu 1, vyznačený tím, že se na mol X-benzendiazoniumchloridu nebo X-benzendiazoniumsulfátu, přičemž X má stejný význam jako ve vzorci I, působí 0,3 až 1 molem 3-dimethylaminobenzylalkoholu ve vodně alkoholickém roztoku v teplotním rozmezí od 0 do 30 °C.