



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 05.04.69 (P. 164897)

Pierwszeństwo: 08.04.68 Szwajcaria

Zgłoszenie ogłoszono: 01.04.74

Opis patentowy opublikowano: 15.03.1977

MKP C07c 97/12

Int. Cl.³ C07C 97/24

CZYTELNIA

Urząd Patentowy
Polski

Twórca wynalazku: _____

Uprawniony z patentu: Sandoz AG, Bazylea (Szwajcaria)

Sposób wytwarzania związków antrachinonowych

1

Przedmiotem wynalazku jest **sposób** wytwarzania związków antrachinonowych o wzorze 1, w którym jeden z podstawników R_1 oznacza atom wodoru, fluoru, chloru lub bromu, a drugi podstawnik R_1 oznacza atom wodoru lub obydwa podstawniki R_1 oznaczają atomy chloru.

Sposób według wynalazku polega na tym, że związek o wzorze 2, w którym Hal oznacza atom chlorowca, a R_1 ma wyżej podane znaczenie, poddaje się reakcji z 3, 5, 5-trójmetylocykloheksyloaminą.

Reakcję prowadzi się w znany sposób, na przykład w temperaturze 80—200°C, korzystnie 100—150°C, zwłaszcza 110—130 °C w środowisku organicznym, korzystnie w obecności środka wiążącego kwas.

Korzystnie stosuje się samą 3, 5, 5-trójmetylocykloheksyloaminę jako rozpuszczalnik i ewentualnie jako środek wiążący kwas lub też obojętny w stosunku do 3, 5, 5-trójmetylocykloheksyloaminy rozpuszczalnik wysokowrzący, na przykład wrzący w temperaturze 130—220°C taki, jak mono- i dwuchlorobenzen, dwumetyloformamid, dwumetyloacetamid, sulfotlenek dwumetylowy, eter glikolowy, a zwłaszcza nitrobenzen.

Jako środki wiążące kwas stosuje się na przykład nadmiar aminy, trzeciorzędową, mało lotną aminę, bardziej zasadową od 3, 5, 5-trójmetylocykloheksyloaminy, zasadową sól metalu, na przykład węglan sodowy lub potasowy lub wodorotlenek metalu al-

2

kalicznego. Jeżeli to konieczne, stosuje się katalizator z miedzi, taki jak miedź sproszkowana, tlenek miedziawy, chlorek miedziawy, tlenek miedziowy. Produkty reakcji można w znany sposób, na przykład przez odparowanie, zwłaszcza pod zmniejszonym ciśnieniem, destylację z parą wodną lub rozcieńczenie odpowiednim środkiem, na przykład niższym alkoholem, takim jak metanol, etanol, izopropanol lub węglowodorem, takim jak eter naftowy, ligroina, wyodrębnić, odsącać, ewentualnie przeemyć i wysuszyć.

Wytworzone związki o wzorze 1 są wartościowymi półproduktami do wytwarzania barwników, zwłaszcza barwników rozpuszczalnych w wodzie. Tak na przykład można zastąpić atom w położeniu 2 grupą sulfonową, przez reakcję związków o wzorze 1 z rozpuszczalnym w wodzie, obojętnym związkiem siarczynowym w środowisku wodno-organicznym, na przykład wodno-alkoholowym lub wodno-fenolowym- stosując fenol, krezol lub mieszaninę krezoli, przy czym stężony roztwór siarczyny stanowi fazę wodną, w temperaturze 100—150°C, zwłaszcza 120—130°C i pod ciśnieniem.

Poniższy przykład wyjaśnia bliżej sposób według wynalazku.

W następującym przykładzie części oznaczają części wagowe, a procenty oznaczają procenty wagowe. Temperatury podano w stopniach Celsjusza.

Przykład. Mieszaninę 38,1 część 1-amino-2,4-dwubromo-antrachinonu, 160 części 3, 5, 5-trójmety-

3

tylocykloheksyloaminy, 25 części bezwodnego octanu potasowego i 0,5 części chlorku miedziowego ogrzewa się tak długo w temperaturze 110—120°, aż zniknie z tej mieszaniny produkt wyjściowy. Następnie rozcieńcza się masę poreakcyjną metanolem, odsącza na zimno osad, przemywa metanolem i następnie wodą i suszy. Wytworzony produkt odpowiada wzorowi 3.

Tak wytworzony związek można poddać dalszej reakcji w następujący sposób:

10 części ewentualnie przekrystalizowanego produktu ogrzewa się w autoklawie z 50 częściami fenolu i 20 częściami 50% roztworu siarczynu potasowego w ciągu 16 godzin w temperaturze 130°. Fenol oddestylowuje się z parą wodną i wysala barwnik, odsącza, przemywa roztworem soli, uwalnia od

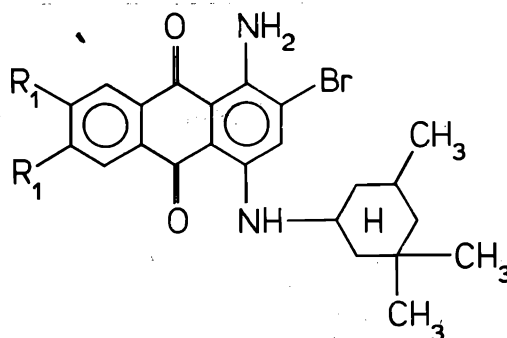
4

ewentualnie obecnych zanieczyszczeń nierozpuszczalnych w wodzie przez rozpuszczenie w gorącej wodzie, odsącza na gorąco, wysala i suszy. Tak wytworzony barwnik odpowiada wzorowi 4.

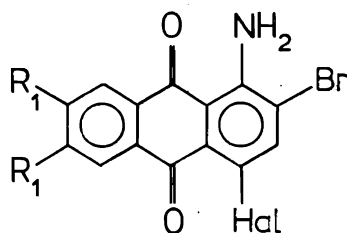
5

Zastrzeżenie patentowe

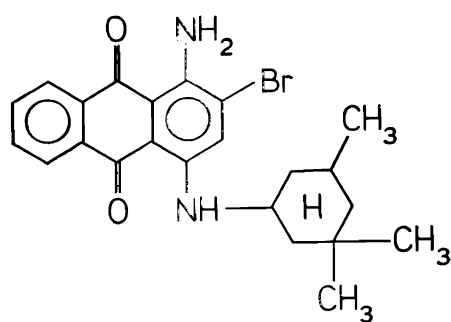
Sposób wytwarzania związków antrachinonowych o wzorze 1, w którym jeden z podstawników R_1 oznacza atom wodoru, fluoru, chloru lub bromu, a drugi podstawnik R_1 oznacza atom wodoru, lub obydwa podstawniki R_1 oznaczają atom chloru, **znamienny tym**, że związek o wzorze 2, w którym Hal oznacza atom chlorowca, a R_1 ma wyżej podane znaczenie, poddaje się reakcji z 3, 5, 5-trójmetylocykloheksyloaminą.



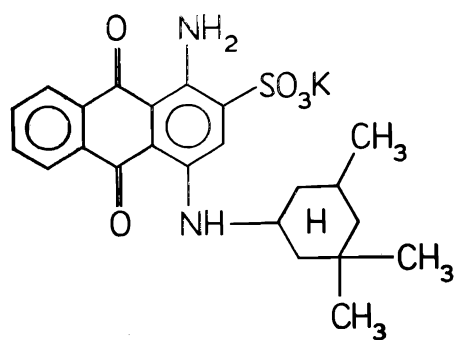
WZÓR 1



WZÓR 2



WZÓR 3



WZÓR 4