



OPIS PATENTOWY
PATENTU TYMCZASOWEGO

73147

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 03.03.1971 (P. 146631)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 20.05.1975

Kl. 12p,10/10

MKP C07d 49/38

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórca wynalazku: Jerzy Szadowski

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Łódzka, Łódź (Polska)

Sposób wytwarzania nowych acylowych pochodnych
6-amino-1,2-naftoilenobenzimidazolu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nowych acylowych pochodnych 6-amino-1,2-naftoilenobenzimidazolu o wzorze ogólnym przedstawionym na rysunku, w którym X oznacza resztę karbonylową, trójazynylową albo resztę alifatycznego lub aromatycznego kwasu dwukarboksylowego o budowie $-CO-R-CO-$, gdzie R oznacza resztę alkilenową o łańcuchu od 0 — 2 atomów węgla, albo resztę fenyleneową lub naftylenową, zaś $n=2$, gdy X jest resztą karbonylową albo resztą kwasu dwukarboksylowego, lub $n=3$, gdy X jest resztą trójazynylową.

Nowe acylowe pochodne 6-amino-1,2-naftoilenobenzimidazolu o wzorze ogólnym przedstawionym na rysunku, w którym X i n mają wyżej podane znaczenie, wytwarzane są według wynalazku przez zmieszanie roztworu 6-amino-1,2-naftoilenobenzimidazolu w nitrobenzenie z roztworem fosgeny, lub chlorku alifatycznego lub aromatycznego kwasu dwukarboksylowego, albo chlorku cyjanuru, w rozpuszczalniku organicznym o temperaturze wrzenia powyżej $110^{\circ}C$ i ogrzewanie mieszaniny w temperaturze wrzenia aż do zakończenia wydzielania się chlorowodoru. Wydzielony podczas reakcji osad odsącza się, a następnie przemycza kolejno nitrobenzenem i metanolem, po czym oczyszcza się wilgotny osad, traktując go gorącym wodnym roztworem kwasu solnego oraz roztworem wodorotlenku sodowego w celu usunięcia nieprzereagowanych substratów. Następnie osad odsącza się i przemycza wodą, po czym przemycza alkoholem i suszy.

2

Stwierdzono, że acylowe pochodne 6-amino-1,2-naftoilenobenzimidazolu wytworzone według wynalazku zabarwiają farby olejne, lakiery i tworzywa sztuczne na kolor żółty, oliwkowy i brunatny.

Przykłady. Sposób według wynalazku wyjaśniają bliżej przykłady, nie ograniczając jego zakresu. Składniki wymienione w przykładach podane są w częściach wagowych.

Przykład I. Do roztworu 17,1 części 6-amino-1,2-naftoilenobenzimidazolu w 300 częściach nitrobenzeny dodano roztwór 2,5 części fosgeny w 100 częściach toluenu. Mieszaninę ogrzewano w temperaturze wrzenia aż do zaprzestania wydzielania się chlorowodoru. Utworzony osad odsączone, przemyczo kolejno 100 częściami nitrobenzeny i 50 częściami metanolu. Osad oczyszczono ogrzewając do wrzenia z 500 częściami 1 %-owego kwasu solnego, odsączone ponownie i przemyczo kolejno 300 częściami 2 %-owego roztworu wodorotlenku sodowego i 300 częściami wody oraz 50 częściami metanolu, po czym wysuszono w temperaturze $80 - 100^{\circ}C$. Otrzymano 14,5 części karbonylo-di-(6-amino-1,2-naftoilenobenzimidazolu) w postaci brunatnożółtego proszku o temperaturze topnienia powyżej $350^{\circ}C$, zabarwiającego farbę olejną na kolor żółty, a polichlorek winylu na kolor zielonkawożółty.

Analiza: obliczono C — 74,50%, H — 3,38%,
N — 14,10%;
oznaczono C — 74,05%, H — 3,12%,
N — 13,84%.

Przykład II. Do roztworu 17,1 części 6-amino-1,2-naftoilenobenzimidazolu w 300 częściach nitrobenzenu dodano roztwór 3,1 części chlorku cyjanuru w 100 częściach ksylenu. Dalej postępowano jak w przykładzie I. Otrzymano 13,5 części 2,4,6-tri-(6-amino-1,2-naftoilenobenzimidazolu)-1,3,5- trójazyny w postaci brunatnego proszku o temperaturze topnienia powyżej 350°C zabarwiającego farbę olejną na kolor brunatny, a polichlorek winylu na kolor żółtobrunatny.

Analiza: obliczono C — 73,51%, H — 3,27%,
N — 18,06%;
oznaczono C — 73,30%, H — 2,89%,
N — 18,10%.

Przykład III. Do roztworu 17,1 części 6-amino-1,2-naftoilenobenzimidazolu w 300 częściach nitrobenzenu dodano roztwór 3,2 części chlorku oksalilu w 100 częściach chlorobenzenu. Dalej postępowano jak w przykładzie I. Otrzymano 12,5 części cksalilo-di-(6-aminonaftoilenobenzimidazolu) w postaci żółtego proszku o temperaturze topnienia powyżej 350°C zabarwiającego farbę olejną na kolor oliwkowy, a polichlorek winylu na kolor zielonkawożółty.

Analiza: obliczono C — 73,09%, H — 3,27%,
N — 13,44%;
oznaczono C — 72,48%, H — 2,87%,
N — 13,20%.

Przykład IV. Do roztworu 17,1 części 6-amino-1,2-naftoilenobenzimidazolu w 300 częściach nitrobenzenu dodano roztwór 3,9 części dwuchlorku kwasu bursztynowego w 100 częściach chlorobenzenu. Dalej postępowano jak w przykładzie I. Otrzymano 15 części bursztynylo-di-(6-amino-1,2-naftoilenobenzimidazolu) w postaci zielonkawobrunatnego proszku o temperaturze topnienia powyżej 350°C zabarwiającego farbę olejną na kolor brunatny, a polichlorek winylu na kolor żółty.

Analiza: obliczono C — 73,60%, H — 3,71%,
N — 9,83%;
oznaczono C — 73,05%, H — 3,14%,
N — 10,05%.

Przykład V. Do roztworu 17,1 części 6-amino-1,2-naftoilenobenzimidazolu w 300 częściach nitrobenzenu dodano roztwór 5,1 części chlorku tereftaloilu w 100 częściach chlorobenzenu. Dalej postępowano jak w przykładzie I. Otrzymano 17 części

tereftalilo-di-(6-amino-1,2-naftoilenobenzimidazolu) postaci oliwkowożółtego proszku o temperaturze topnienia powyżej 350°C zabarwiającego farbę olejną na kolor brunatnawożółty, a polichlorek winylu na kolor żółty.

Analiza: obliczono C — 75,40%, H — 3,45%,
N — 11,9%;
oznaczono C — 75,18%, H — 3,27%,
N — 11,64%.

Przykład VI. Do roztworu 17,1 części 6-amino-1,2-naftoilenobenzimidazolu w 300 częściach nitrobenzenu dodano roztwór 6,4 części dwuchlorku kwasu naftalenodwukarboksylowego-1,4 w 100 częściach chlorobenzenu. Dalej postępowano jak w przykładzie I. Otrzymano 16,5 części 1,4-naftylilo-di-(6-amino-1,2-naftoilenobenzimidazolu) w postaci żółtawobrunatnego proszku o temperaturze topnienia powyżej 350°C zabarwiającego farbę olejną na kolor żółtawobrunatny, a polichlorek winylu na kolor żółty.

Analiza: obliczono C — 76,50%, H — 3,71%,
N — 11,29%;
oznaczono C — 76,05%, H — 3,82%,
N — 10,90%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania nowych acylowych pochodnych 6-amino-1,2-naftoilenobenzimidazolu o wzorze ogólnym przedstawionym na rysunku, w którym X oznacza resztę karbonylową, trójazynylową albo resztę alifatycznego lub aromatycznego kwasu dwukarboksylowego o budowie -CO-R-CO-, gdzie R oznacza resztę alkilenową o łańcuchu od 0 — 2 atomów węgla albo resztę fenylenową lub naftylenową, zaś n=2, gdy X jest resztą karbonylową albo resztą kwasu dwukarboksylowego, lub n=3 gdy X jest resztą trójazynylową, **znamienny tym**, że roztwór 6-amino-1,2-naftoilenobenzimidazolu w nitrobenzenie miesza się z roztworem fosgeny, lub chlorku alifatycznego lub aromatycznego kwasu dwukarboksylowego, albo chlorku cyjanuru w rozpuszczalniku organicznym w temperaturze wrzenia powyżej 110°C i ogrzewa mieszaninę we wrzeniu aż do zaprzestania wydzielania się chlorowodoru, po czym wydzielony osad odsącza się, przemywa kolejno rozpuszczalnikami organicznymi, rozcieńczonym kwasem, rozcieńczonym ługiem i alkoholem oraz suszy.

