

URZĄD PATENTOWY



CO7c 91/44

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 21028.

Kl. 12 q, 1/02.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n.M., Niemcy).

Sposób wytwarzania 3, 4, 5, 6-czterochlorowco-2-amino-1-oksybenzenu.

Zgłoszono 12 lipca 1934 r.

Udzielono 25 stycznia 1935 r.

Pierwszeństwo: 2 listopada 1933 r. (Niemcy).

Według Th. Zincke'go (Berichte der deutsch. chem. Gesellsch. 21, 1888, 2724) ma powstawać czterochloro- 2 -amino- 1 -oksybenzen w wyniku chlorowania chlorowodoru 2-amino-1-oksybenzenu w lodowatym kwasie octowym. Badania wykazały jednak, że analizowany produkt nie stanowi substancji jednolitej, lecz że jest to mieszanina chlorowodorów o-aminofenolów o rozmaicie wysokim stopniu chlorowania. Zincke nie otrzymał więc czterochloro-o-aminofenolu. Bures i Havlinova opisują (C. 1929, II, 1403), że czterochloro-o-aminofenol otrzymuje się, jako produkt uboczny, przy zmydłaniu czterochloro-acetylo-o-anizydyny zapomocą ługu so-

dowego. Na podstawie znanej literatury nie można było opracować technicznego sposobu otrzymywania czterochloro-2-amino-1-oksybenzenu.

Obecnie stwierdzono, że 3, 4, 5, 6-czterochlorowco-2-amino-1-oksybenzen można otrzymać z bardzo dobrą wydajnością i o doskonałej czystości sposobem technicznym, przeprowadzając łatwodostępny 3, 4, 6-trójkloro- 2 -amino- 1 -oksybenzen przez działanie fosgenem w odpowiedni oksazon, który następnie przemienia się przez chlorowcowanie, np. chlorowanie lub bromowanie, w dwuwoderek (2, 3)-2-okso-4, 5, 6, 7-czterochlorobenzoksazolu względnie dwuwoderek (2, 3)-2-okso-4, 5, 7-trójklo-

ro - 6 - bromobenzoksazolu, i zmydlając wreszcie pierścień oksazolowy. W ten sposób otrzymuje się 3, 4, 5, 6-czterochloro-2-amino-1-oksybenzen względnie 3, 4, 6-trójkloro-5-bromo-2-amino-1-oksybenzen. Otrzymane substancje służą jako produkty pośrednie do wytwarzania barwników i preparatów farmaceutycznych.

Przykład I. 42,5 części wagowych 3, 4, 6-trójkloro-2-amino-1-oksybenzeny rozpuszcza się w roztworze 8 części wagowych stałego wodorotlenku sodowego w 1600 częściach wagowych wody, a następnie do wytworzonego roztworu doprowadza się w temperaturze 0° — 5°C fosgen dopóty, aż wzięta próbka nie daje się już dwuazować. Wydzielony dwuwodurek (2, 3)-2-okso-4, 5, 7-trójklorobenzoksazolu odsącza się zapomocą pompy ssącej i przeemywa wodą. Otrzymaną pastę rozpuszcza się na ciepło w roztworze 18 części wagowych węglanu sodowego w 1150 częściach wagowych wody; następnie do otrzymanego roztworu wprowadza się w temperaturze 20° — 25°C chlor gazowy aż do kwaśnego odczynu przy próbie na kongo. Podczas chlorowania wydziela się produkt reakcji. Po ukończeniu chlorowania produkt reakcji ogrzewa się w ciągu jednej godziny do 80° — 85°C , poczem dodaje taką ilość węglanu sodowego, aby papierek tak zwany „brylantowy” został zabarwiony na kolor mocno czerwony; następnie dodaje się 5 części wagowych krystalicznego siarczynu sodowego, miesza w ciągu mniej więcej $\frac{1}{4}$ godziny, a na koniec przesącza. Otrzymany przesącz zakwasza się na ciepło do słabokwaśnego odczynu przy próbie na kongo, a wydzielony przytem dwuwodurek (2, 3)-2-okso-4, 5, 6, 7-czterochlorobenzoksazolu odsącza się zapomocą pompy ssącej.

Otrzymany związek gotuje się razem z roztworem 28 części wagowych stałego wodorotlenku sodowego w 750 częściach

wagowych wody w ciągu dwóch godzin pod chłodnicą zwrotną. Ciecz reakcyjną zakwasza się kwasem solnym do słabokwaśnego odczynu przy próbie na kongo, a następnie odsącza zapomocą pompy ssącej wydzielony 3, 4, 5, 6-czterochloro-2-amino-1-oksybenzen, przeemywa go i suszy. Wydajność otrzymanego związku wynosi 44 części wagowe = 90% ilości teoretycznej w stosunku do użytego trójkloro-2-amino-1-oksybenzeny.

Przykład II. Dwuwodurek (2, 3)-2-okso-4, 5, 7-trójklorobenzoksazolu, otrzymany według przykładu I z 42,5 części wagowych 3, 4, 6-trójkloro-2-amino-1-oksybenzeny, rozpuszcza się na ciepło w roztworze 18 części wagowych węglanu sodowego w 1150 częściach wagowych wody. Następnie do roztworu dodaje się kroplami 35 części wagowych bromu, po dwóch godzinach ogrzewa do 85°C i postępuje dalej według przykładu I. Otrzymany dwuwodurek (2, 3)-2-okso-4, 5, 7-trójkloro-6-bromobenzoksazolu (o punkcie topnienia 266°C) zmydla się według przykładu I i otrzymuje z dobrą wydajnością 3, 4, 6-trójkloro-5-bromo-2-amino-1-oksybenzen.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania 3, 4, 5, 6-czterochlorowco-2-amino-1-oksybenzeny, znamienny tem, że 3, 4, 6-trójkloro-2-amino-1-oksybenzen przeprowadza się zapomocą fosgenu w oksazon, który przez chlorowanie przemienia się w dwuwodurek (2, 3)-2-okso-4, 5, 6, 7-czterochlorowcobenzoksazolu, poczem zmydla się pierścień oksazolowy.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.

Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.