

3 marca 1930 r.

Cofa 51/48



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIŚ PATENTOWY

Nr 11353.

Kl. 12 p 7.

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

Sposób otrzymywania produktów kondensacji szeregu benzodwuzynowego.

Patent dodatkowy do patentu Nr 9567.

Zgłoszono 21 grudnia 1927 r.

Udzielono 2 grudnia 1929 r.

Najdłuższy czas trwania patentu do 22 października 1943 r.

W patencie dodatkowym Nr 9835, drugim dodatkowym do patentu Nr 9567, opisano odmianę sposobu otrzymywania produktów kondensacji szeregu benzodwuzynowego, polegającą na tem, że 2.4-dwuchlorowochinazolinę kondensuje się z dwiema różnemi cząsteczkami molowemi takich związków, które przy atomie azotu, tlenu lub siarki posiadają zdolny do reakcji atom wodoru.

Poniżej podano dalsze przykłady wykonania powyższego sposobu.

Przykład I. Roztwór przezroczysty, otrzymany zapomocą umiarkowanego ogrzewania 19,9 cz. wag. 2.4-dwuchlorochinazoliny w 130 cz. objętościowych dwu-

oksanu, wkrapla się w temperaturze 50 — 55° do mieszanego dokładnie roztworu, otrzymanego z 21,9 cz. wag. kwasu 4-nitro-1-amino-benzeno-3-sulfonowego w 800 cz. wody, za dodaniem niezbędnej do rozpuszczenia ilości roztworu sodowego. Gdy po pewnym czasie nie można już stwierdzić obecności kwasu nitroanilinosulfonowego roztwór mający kwaśny odczyn (przy próbie na kongo) zobojętnia się rozcieńczonym roztworem sodowym i dodaje następnie 30 cz. wag. 20%-ego wodnego roztworu dwumetyloaminy. Podnosi się temperaturę do 80 — 85°, utrzymując ją przez czas pewien na poziomie 85° i daje się ochłodzić. Zapomocą wysalania roztworu zakwaszonego do

kwaśnego (przy próbie na kongo) odczynu, wydziela się nowy produkt z 1 cząsteczki molowej 2.4-dwuchlorochinazoliny, 1 cząsteczki molowej kwasu 4-nitro-1-amino-benzeno-3-sulfonowego i 1 cząsteczki molowej dwumetyloaminy, jako żółtawy sproszkowany osad; jest on trudnorozpuszczalny w czystej wodzie, łatwo natomiast po dodaniu ługu sodowego, przyczem roztwór zabarwia się na świecący czerwono-żółty kolor. Roztwór ługu sodowego po dodaniu kwasu solnego jest zupełnie bezbarwny.

Związek nie reaguje z kwasem azotowym.

Przykład II. Roztwór 19,9 cz. wag. 2.4-dwuchlorochinazoliny w 160 cz. obj. acetonu wkrapla się w temperaturze 45,50° do mieszanego dokładnie roztworu 34,1 cz. wag. kwasu 1-amino-8-oksynaftaleno-3.6-dwusulfonowego (kwaśnej soli sodowej) w 600 cz. obj. wody, który ma odczyn słabokwaśny (przy próbie na kongo). Skoro po pewnym czasie utworzy się całkowicie opisany w przykładzie I i zawierający jeszcze ruchomy atom chloru produkt pośredni z jednej cząsteczki 2.4-dwuchlorochinazoliny, 1 cząsteczki kwasu 1-8-aminonaftolo-3.6-dwusulfonowego, zobojętnia się ostrożnie żółty roztwór 10%-ym roztworem sody.

Tymczasem rozpuszcza się 27,8 cz. wag. soli sodowej kwasu 4-amino-4'-oksyazobenzono-3'-karbonowego w 700 cz. obj. wody. Do tego ogrzanego do 70–80°, mieszanego dokładnie roztworu wkrapla się obojętny roztwór powyższego produktu pośredniego. Temperaturę rzeczoną utrzymuje się je-

szcze przez pewien czas. Skoro nie uda się stwierdzić obecności związku aminoazowego lub tylko nieznacznej jego ilości, zapomocą próby dwuazowej i wlewania do roztworu sody, natenczas rozcieńcza się nieznaczną ilością wody i wysala. Produkt kondensacji z 1 cząsteczki dwuchlorochinazoliny, 1 cząsteczki kwasu 4-amino-4'-oksyazobenzono-3'-karbonowego jest żółtobrunatnym jasnym proszkiem, rozpuszczalnym w wodzie umiarkowanie, a łatwo po dodaniu nieco sody, barwiąc roztwór na intensywny kolor żółty o czerwonym odcieniu. Nowy związek nie reaguje z kwasem azotowym. Zamiast kwasu 1-amino-8-oksynaftaleno-3.6-dwusulfonowego można stosować inne dowolne kwasy aminonaftalosulfonowe lub amino-arylo-pyrazolony. Kwas 4-amino-4'-oksyazobenzono-3'-karbonowy daje się również zastąpić innym aminoazozwiązkiem, np. kwasem-4-amino-3-metoksy-azobenzono-3'-karbonowym lub też aminoarylopyrazolonami lub aminoarylo-azo-aceto-octowoarylidami i t. d.

Zastrzeżenie patentowe.

Odmiana wykonania sposobu według patentu Nr 9567, znamienna tem, że do reakcji stosuje się tu specjalnie dwuchlorochinazoliny.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.