

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

67745

Patent dodatkowy
do patentu

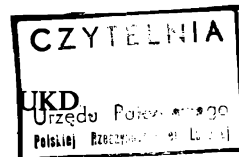
Kl. 22a,57/00

Zgłoszono: 26.VII.1969 (P 151 588)

Pierwszeństwo:

MKP C09b 57/00

Opublikowano: 16.VII.1973



Współtwórcy wynalazku: Andrzej Kujawski, Witold Hahn

Właściciel patentu: Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników,
Zgierz (Polska)

Sposób wytwarzania nowych pigmentów organicznych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nowych pigmentów organicznych pochodnych kwasu 1,4-dwutia-2-cyklohekseno-2,3-dwukarboksylowego. Są to związki o ogólnym wzorze 1, w którym X oznacza atom wodoru lub pierścień fenyłowy, a Ar oznacza grupę 1,4-fenylenową lub 1,4-antrachinonyłową.

Sposobem według wynalazku otrzymuje się pigmenty o ogólnym wzorze 1 na drodze kondensacji N-(chlorokarbonylofenylo)-imidu kwasu 1,4-dwutia-2-cyklohekseno-2,3-dwukarboksylowego lub jego fenyłowej pochodnej o ogólnym wzorze 2, w którym X ma wyżej podane znaczenie, z p-fenylendwuaminą lub 1,4-dwuaminoantrachinonem. Reakcja przebiega korzystnie w środowisku toluenu w obecności środka wiążącego chlorowódor, jak pirydyna, w temperaturze wrzenia.

Stosowany do wykonywania opisanego wyżej sposobu N-(chlorokarbonylofenylo)-imid kwasu 1,4-dwutia-2-cyklohekseno-2,3-dwukarboksylowego lub jego fenyłową pochodną otrzymuje się przez kondensację bezwodnika tego kwasu albo jego fenyłowej pochodnej o ogólnym wzorze 3, w którym X ma wyżej podane znaczenie, z kwasem p-aminobenzoesowym i następnie działanie na otrzymany N-(karboksyfenylo)-imid kwasu 1,4-dwutia-2-cyklohekseno-2,3-dwukarboksylowego chlorkiem tionylu.

Omawiane pigmenty barwią tworzywa sztuczne, jak np. polichlorek winylu. Odznaczają się wysokimi odpornościami na działanie rozpuszczalników organicznych i czynników termicznych.

2

Wynalazek ilustrują następujące przykłady, w których procenty oznaczają procenty wagowe:

Przykład I. 13,2 g bezwodnika kwasu 5-fenyl-1,4-dwutia-2-cyklohekseno-2,3-dwukarboksylowego i 6,8 g kwasu p-aminobenzoesowego dodaje się do 65 ml kwasu octowego lodowatego i ogrzewa w ciągu 3 godzin w temperaturze wrzenia. W czasie ogrzewania następuje wydzielanie się osadu. Po ostygnięciu masy reakcyjnej do temperatury pokojowej odsącza się wydzielony osad i suszy w temperaturze 60°C. Otrzymuje się 13,5 g związku o wzorze 4, w którym X oznacza grupę fenyłową.

7,7 g otrzymanego opisanym wyżej sposobem N-(p-karboksyfenylo)-imidu kwasu 5-fenyl-1,4-dwutia-2-cyklohekseno-2,3-dwukarboksylowego i 70 g chlorku tionylu ogrzewa się w ciągu 1 godziny w temperaturze wrzenia. Następnie oddestylowuje się pod zmniejszonym ciśnieniem około 3/4 chlorku tionylu, dodaje do masy reakcyjnej 150 ml toluenu i oddestylowuje resztę nieprzereagowanego chlorku tionylu oraz 50 ml toluenu. Do uzyskanego chlorku kwasowego dodaje się 2 ml pirydyny oraz 2,4 g 1,4-dwuaminoantrachinonu. Przy intensywnym mieszaniu ogrzewa się masę reakcyjną w ciągu 1 godziny w temperaturze wrzenia. Wydzielony brunatnoczerwony osad odsącza się po ostygnięciu masy reakcyjnej do temperatury pokojowej i przemywa metanolem. Otrzymuje się 9,5 g pigmentu o ogólnym wzorze 1, w którym X oznacza pierścień fenyłowy, a Ar oznacza resztę 1,4-antrachinonyłową. Wydajność procesu wynosi około 82%.

Przykład II. Postępuje się sposobem, podanym w przykładzie I, lecz zamiast 1,4-dwuaminoantrachinonu używa się 1,08 g p-fenilenodwuaminy. Otrzymuje się 5,5 g żółtego pigmentu o ogólnym wzorze 1, w którym X oznacza pierścień fenyłowy, a Ar oznacza grupę 1,4-fenilenową. Wydajność procesu wynosi około 70%.

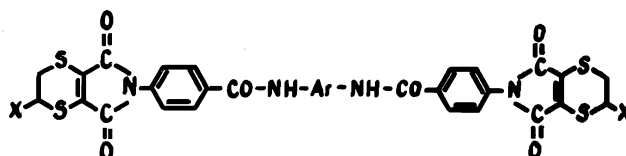
Przykład III. Postępuje się sposobem, podanym w przykładzie I, lecz zamiast bezwodnika kwasu 5-fenilo-1,4-dwutia-2-cyklohekseno-2,3-dwukarboksylowego używa się 9,4 g bezwodnika kwasu 1,4-dwutia-2-cyklohekseno-2,3-dwukarboksylowego, a zamiast 1,4-dwuaminoantrachinonu — 1,08 g p-fenilenodwuaminy. Otrzymuje się 4 g żółtego pigmentu o ogólnym wzorze 1, w którym X oznacza atom wodoru, a Ar oznacza grupę 1,4-fenilenową. Wydajność procesu wynosi około 80%.

Zastrzeżenia patentowe

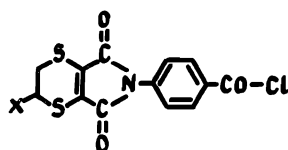
1. Sposób wytwarzania nowych pigmentów organicznych o ogólnym wzorze 1, w którym X oznacza atom

wodoru lub pierścień fenyłowy, a Ar oznacza grupę 1,4-fenilenową lub 1,4-antrachinonyłową, **znamienny tym**, że N-(chlorokarbonylofenylo)-imid kwasu 1,4-dwutia-2-cyklohekseno-2,3-dwukarboksylowego lub jego fenyłową pochodną o ogólnym wzorze 2, w którym X ma wyżej podane znaczenie, poddaje się reakcji kondensacji z p-fenilenodwuaminą lub 1,4-dwuaminoantrachinonem.

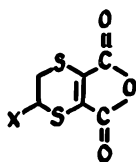
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosuje się N-(chlorokarbonylofenylo)-imid kwasu 1,4-dwutia-2-cyklohekseno-2,3-dwukarboksylowego lub jego fenyłową pochodną, otrzymane przez kondensację bezwodnika tego kwasu albo jego fenyłowej pochodnej o ogólnym wzorze 3, w którym X ma wyżej podane znaczenie, z kwasem p-aminobenzoowym i następnie działanie chlorkiem tionylu na otrzymany N-(karboksyfenylo)-imid kwasu 1,4-dwutia-2-cyklohekseno-2,3-dwukarboksylowego lub jego fenyłową pochodną o ogólnym wzorze 4, w którym X ma wyżej podane znaczenie.



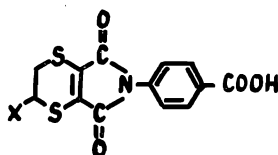
Wzór 1



Wzór 2



Wzór 3



Wzór 4