

URZĄD PATENTOWY



COT d 51/40

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 14014.

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 12 grudnia 1927 r.

Udzielono 19 czerwca 1931 r.

Najdłuższy czas trwania patentu do 22 października 1943 r.

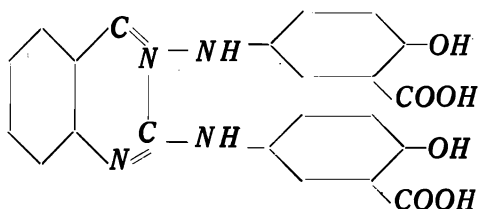
W patencie Nr 9567 opisano sposób otrzymywania produktów kondensacji szeregu benzodwuzynowego, który polega na tem, że 2.4-dwuchlorochinazolinę kondensuje się z 2 molami takich związków, które przy atomie azotu, siarki lub tlenu posiadają jeden lub więcej zdolnych do reakcji atomów wodoru z wyjątkiem wody, amonjaku, alkalicznych wodorosiarczków i jednowartościowych alkoholi alifatycznych.

Niżej podane przykłady wyjaśniają dalsze rozwinięcie wykonania sposobu powyższego.

Przykład I. 3060 części wagowych kwa-

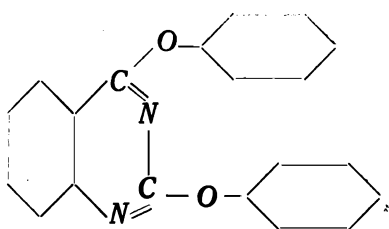
su 5-amino-2-oksybenzoesowego (100%-ego) zawiesza się w 56000 części wagowych wody i nadaje zapomocą sody oczyn słabokwaśny przy próbie na lakmus, przyczem kwas się rozpuszcza. W temp. 45°C, mieszając dokładnie, dodaje się 1990 części wagowych 2.4-dwuchlorochinazoliny (dokładnie sproszkowanej) i 50 części objętościowych acetonu. Kondensacja rozpoczyna się natychmiast, przyczem po dłuższym mieszanii w temp. 30°C masę reakcyjną ogrzewa się do 85°C. Skoro próba wzięta nie reaguje już z kwasem azotowym, wówczas produkt reakcji wysala się, odsącza i przemywa nieznaczną ilością wody.

Produkt kondensacji, któremu odpowiada wzór

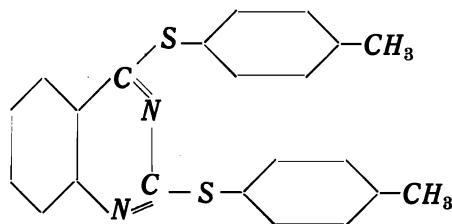


przedstawia proszek zielonawo-szary, który w wodzie zimnej trudno się rozpuszcza, zaś lepiej w wodzie gorącej. Po dodaniu nieco ługu sodowego produkt ten rozpuszcza się natychmiast; z roztworu alkalicznego kwasy mineralne wydzielają kwas wolny w postaci mułowatego osadu.

Przykład II. 20 części wagowych fenolanu sodowego wprowadza się do 50 g stopionego fenolu; następnie podnosi się temperaturę do 130° — 140°C i dodaje, powoli mieszając, 19,9 części wagowych 2,4-dwuchlorochinazoliny, przyczem następuje nagły znaczny wzrost temperatury. Dwuchlorochinazolina znika szybko; temperaturę jeszcze przez pewien czas utrzymuje się do 170°C, przyczem stop staje się płynny. Po ostudzeniu stop wyciąga się eterem, pozostałość odsącza i zarabia zimną wodą. Gdy otrzymana zawiesina posiada jeszcze odczyn słabo alkaliczny, wówczas dodaje się nieznaczna ilość, np., kwasu solnego, następnie powstały osad odsącza się od kwasu i przekrystalizowuje z kwasu octowego lodowatego. Otrzymuje się 2,4-dwu-(fenoksy)-chinazolinę w postaci bezbarwnych dużych romboedrycznych kryształów o wzorze:



Przykład III. 5,0 części wagowych tio-*p*-krezolu i 1,7 części wagowych bezwodnego octanu sodowego stapia się razem. W temperaturze 70°C dodaje się 2,0 części wagowych 2,4-dwuchlorochinazoliny, poczem stop zabarwia się żółto, a temperatura wzrasta do około 115°C. Temperaturę tę utrzymuje się przez pewien czas, poczem po ochłodzeniu stop wyciąga eterem, odsącza, a pozostałość rozpuszcza w 90%-ym kwasie octowym; z przesączonego roztworu octowego krystalizuje w postaci czysto-białych igiełek związek 2,4-dwu-(*p*-metylofenylo)-chinazolina o wzorze:



Przykład IV. W temperaturze 105°C stapia się 20 części wagowych 1-oksynaftalenu z 8,5 części wagowych octanu sodowego i dodaje porcjami 10,0 części wagowych 2,4-dwuchlorochinazoliny. Początkowo reakcja nie zachodzi; wkrótce jednak następuje szybki wzrost temperatury. Masę reakcyjną miesza się dokładnie i pod koniec reakcji utrzymuje się jeszcze przez pewien czas temperaturę 130—140°C. Powstałą gęstą masę po ochłodzeniu wyciąga się eterem, odsącza, rozpuszcza w nitrobenzeniu; z przesączonego roztworu wydziela się 2,4-dwu-(1-naftoksy)-chinazolina w postaci jasno czerwonego proszku, który badany pod mikroskopem przedstawia drobne igiełki. Związek ten jest nierozpuszczalny w wodzie. Skoro jego wodną zawiesinę zagotować z kwasem solnym, wówczas występuje zapach 1-oksynaftalenu.

Zastrzeżenie patentowe.

Odmiana sposobu otrzymywania produktów kondensacji szeregu benzodwuwazynowego, według patentu Nr 9567, znamienna tem, że do kondensacji stosuje się kwas 5-amino-2-oksybenzoesowy, lub fenol,

lub też 1-oksynaftalen albo tio-parakrezol.

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