

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWAURZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

66464

Patent dodatkowy
do patentu _____

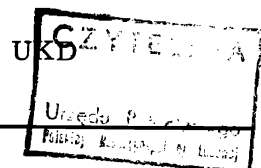
Zgłoszono: 09.IV.1968 (P 147 323)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 30.XI.1972

Kl. 22a,57/00

MKP C09b 57/00



Twórca wynalazku: Lech Wojciechowski

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa
(Polska)Sposób wytwarzania nowych heterocyklicznych pigmentów
o układzie skondensowanym

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nowych heterocyklicznych pigmentów o układzie skondensowanym, nierozpuszczalnych w wodzie, zawierających w cząsteczce pierścień ditiinowy, o ogólnym wzorze 1, w którym X oznacza atom wodoru lub chlorowca albo grupę nitrową, alkilo- lub acyloaminową, alkilową, alkoksylową, sulfamylową albo alkilomerkaptanową, a Y oznacza atom wodoru albo grupę nitrową, aminową, acyloaminową lub aroiloaminową.

Sposobem według wynalazku poddaje się 2,3-dwumerkaptochinoksalinę lub jej pochodną o ogólnym wzorze 2, w którym X ma wyżej podane znaczenie, reakcji kondensacji z 2,3-dwuchloro-1,4-naftochinonem lub jego pochodną o ogólnym wzorze 3, w którym Y ma wyżej podane znaczenie.

Reakcję prowadzi się w środowisku rozpuszczalnika organicznego, korzystnie w alkoholu etylowym, butylowym, propylowym, toluenie, chlorobenzenie itp., w obecności węgla lub kwaśnego węgla sodowego albo potasowego względnie pirydyny lub trzeciorzędowej aminy aromatycznej albo alifatycznej, jak dwumetyloanilina lub trójetanolamina. Otrzymuje się pigmenty barwy czerwonej, jaskrawobrunatnej lub zielonej, nie topiące się do temperatury 300°. Pigmenty te mogą być stosowane do wyrobu farb, lakierów i do barwienia mas plastycznych.

Sposób według wynalazku ilustrują następujące

2

przykłady, w których części oznaczają części wagowe:

Przykład I. 1 część 2,3-dwuchloro-5-nitro-1,4-naftochinonu zadaje się 15 częściami alkoholu propylowego, 5 częściami trójetanolaminy i 0,9 częściami 2,3-dwumerkaptochinoksaliny. Całość ogrzewa się w temperaturze wrzenia w ciągu 2—3 godzin, następnie sący, przemywa odsączony osad alkoholem i suszy. Otrzymuje się z wydajnością 90% nierozpuszczalną w wodzie 5-nitro-1,4-dwutia-1,4-dwuhydroantrachinono-(2,3-b)-chinoksalinę o barwie ciemnozielonej.

Związek ten można zredukować w znany sposób siarczkiem sodowym w wodzie, przy czym otrzymuje się 5-amino-1,4-dwutia-1,4-dwuhydroantrachinono-(2,3-b)-chinoksalinę o barwie czerwonej, którą można z kolei poddać reakcji acetylowania w znany sposób, otrzymując 5-acetyloamino-1,4-dwutia-1,4-dwuhydroantrachinono-(2,3-b)-chinoksalinę o barwie jasnobrażowej.

Przykład II. 1 część 6-bromo-2,3-dwumerkaptochinoksaliny zadaje się 25 częściami alkoholu butylowego, 2 częściami kwaśnego węgla potasowego i 1 częścią 5-amino-2,3-dwuchloro-1,4-naftochinonu. Całość ogrzewa się w temperaturze wrzenia w ciągu 3—4 godzin, następnie sący, przemywa odsączony osad wodą i suszy. Otrzymuje się z wydajnością 70—80% nierozpuszczalną w wodzie 5-amino-6' (lub 7')-chloro-1,4-dwutia-1,4-dwuhydroantrachinono-(2,3-b)-chinoksalinę o barwie czerwonej.

Związek ten można poddać reakcji acetylowania w znany sposób, przy czym otrzymuje się 5-acetyloamino-6' (lub 7')-chloro-1,4-dwutia-1,4-dwuhydroantrachinono-(2,3-b)-chinoksalinę o barwie jasnobrązowej.

Przykład III. 1 część 6-chloro-2,3-dwumerkaptochinoksaliny zadaje się 15 częściami chlorobenzenu, 10 częściami pirydyny, podgrzewa do temperatury 60—80° i dodaje 1 część 2,3-dwuchloro-5-nitro-1,4-naftochinonu. Całość ogrzewa się w temperaturze wrzenia w ciągu 2—3 godzin, następnie sączy, przemywa odsączony osad alkoholem i suszy. Otrzymuje się z wydajnością około 90% nierozpuszczalną w wodzie 5-nitro-6' (lub 7')-chloro-1,4-dwutia-1,4-dwuhydroantrachinono-(2,3-b)-chinoksalinę o barwie ciemnozielonej.

Postępując sposobami podanymi w powyższych przykładach i stosując jako związki wyjściowe podane poniżej w tabeli pochodne chinoksaliny i 1,4-naftochinonu, można otrzymać np. pigmenty o następujących barwach:

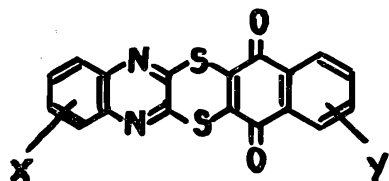
pochodna 2,3-dwumerkaptochinoksaliny	pochodna 2,3-dwuchloro-1,4-naftochinonu	barwa otrzymanego pigmentu
2,3-dwumerkaptoksalina	2,3-dwuchloro-5-nitro-1,4-naftochinon	biełkitno-zielona
5-etyloamino-2,3-dwumerkaptochinoksalina	5-acetyloamino-2,3-dwuchloro-1,4-naftochinon	brązowa
5-acetyloamino-2,3-dwumerkaptochinoksalina	5-benzoiloamino-2,3-dwuchloro-1,4-naftochinon	brązowa
5-metylo-2,3-dwumerkaptochinoksalina	6-naftoiloamino-2,3-dwuchloro-1,4-naftochinon	brązowa

pochodna 2,3-dwumerkaptochinoksaliny	pochodna 2,3-dwuchloro-1,4-naftochinonu	barwa otrzymanego pigmentu
6-metoksy-2,3-dwumerkaptochinoksalina	5-amino-2,3-dwuchloro-1,4-naftochinon	czerwona
2,3-dwumerkaptoksalina	2,3-dwuchloro-1,4-naftochinon	zielona
6-etylmerkapto-2,3-dwumerkaptochinoksalina	5-nitro-2,3-dwuchloro-1,4-naftochinon	ciemnozielona

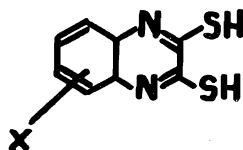
Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania nowych heterocyklicznych pigmentów o układzie skondensowanym o ogólnym wzorze 1, w którym X oznacza atom wodoru lub chlorowca albo grupę nitrową, alkilo- lub acyloaminową, alkilową, alkoksylową, sulfamylową lub alkilomerkaptanową, a Y oznacza atom wodoru lub grupę nitrową, aminową, acyloaminową lub aroiloaminową, na drodze reakcji kondensacji merkaptanów z chlorowcopochodnymi, **znamienny tym**, że na 2,3-dwumerkaptochinoksalinę lub jej pochodną o ogólnym wzorze 2, w którym X ma wyżej podane znaczenie, działa się 2,3-dwuchloro-1,4-naftochinonem lub jego pochodną o ogólnym wzorze 3, w którym Y ma wyżej podane znaczenie.

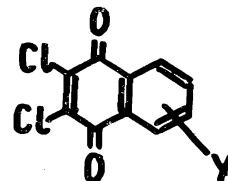
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że reakcję prowadzi się w środowisku rozpuszczalnika organicznego, korzystnie w alkoholu etylowym, butylowym, propylowym, toluenie, chlorobenzenu itp., w obecności węgla lub kwaśnego węgla sodowego albo potasowego względnie pirydyny lub trzeciorzędowej aminy aromatycznej albo alifatycznej, jak dwumetyloanilina lub trójetanolamina.



Wzór 1



Wzór 2



Wzór 3