



GRAD PRO VYNÁLEZY
A OSBY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

261433
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 49/784

(22) Prihlášené 19 06 87

(21) (PV 4541-87.L)

(40) Zverejnené 15 06 88

(45) Vydané 15 05 89

(75)

Autor vynálezu

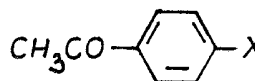
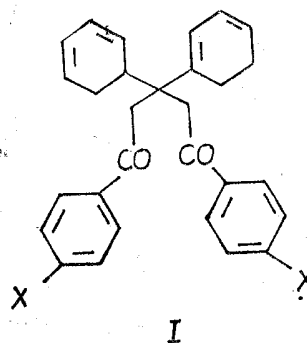
KURFÜRST ANTONÍN doc. ing. CSc., ZELENÝ JAN ing., PRAHA,
SCHWARZ MARIÁN ing., ŽIAR nad Hronom,
KUTHAN JOSEF prof. ing. DrSc., PRAHA

[54] Fotochromné 1,5-bis(subst. fenyl)-3,3-difenyl-1,5-pentadióny a spôsob ich výroby

1

Fotochromné 1,5-bis(subst.fenyl)3,3-difenyl-1,5-pentadióny obecného vzorca I, kde X je alkyl s počtom uhlíkov 1 až 2, alkoxyl s počtom uhlíkov 1 až 2 alebo halogén, majú fotochromné vlastnosti. Spôsob ich výroby spočíva v tom, že sa pôsobí bázou na zmes zlúčeniny II, kde X má vyššie uvedený význam a benzofenónu v bezvodom éteri, tetrahydrofuráne či dioxáne pri teplotách od -30 do +50 °C.

2



II

Vynález sa týka 1,5-bis(subst. fenyl)-3,3-difenyl-1,5-pentandiónu, všeobecného vzorca I, kde X je alkyl s počtom uhlíkov 1 až 2, alkoxy s počtom uhlíkov 1 až 2 alebo halogén.

Doposiaľ bol pripravený len derivát, v ktorom substituenty X sú vodíkové atómy a to z acetofenónu a benzofenónu pôsobením bázy.

Novo pripravené diketóny vykazujú v kryštalickom stave výraznú fotochromiu po ožiarení slnečným svetlom. Uvedené 1,5-diketóny sú potenciálnymi prekurzormi pre syntézu heterocyklických zlúčenín a môžu byť využité ako zložky fotochrómnych zmesí s aplikáciou vo výrobe fotomateriálov alebo materiálov pre mikroelektroniku. Nové diketóny môžu sa používať pre syntézu nových heterocyklických zlúčenín s fotochrómnymi vlastnosťami. Spôsob výroby 1,3,3,5-tetrafenyl-1,5-pentandiónu všeobecného vzorca I, kde X má vyššie uvedený význam podľa vynálezu, spočíva v pôsobení bázy na zmes zlúčeniny II, kde X má vyššie uvedený význam a benzofenónu. Ako bázy sa používajú hydridy, amidy alebo alkoxidy alkalickej kovov. Reakcia sa prevádza v bezvodom éteri, tetrahydrofuráne či dioxáne pri teplotách od -30 do $+50$ °C.

Spôsob výroby diketónov I a ich fotochrómne vlastnosti sú uvedené v nasledujúcich príkladoch.

Príklad 1

Spôsob výroby diketónu I ($X=CH_3$)

Do miešanej a chladenej suspenzie 8 g (0,2 mólu) amidu sodného bol priliaty roztok 9,0 g (0,05 mólu) benzofenónu a 13,4 g (0,1 mólu) p-metylacetofenónu v 25 ml éteru. Zmes bola miešaná 3 hodiny pri 0 °C a potom 2 dni pri laboratórnej teplote. Po rozložení vodou a extrakcii vodnej fázy benzénom boli spojené organické podiely destilované vodnou parou. Destilačný zvyšok bol vytrepán do benzénu, spojené organické podiely boli sušené síranom sodným a po vakuovom odparení rozpúšťadla bol získaný olej prevrstvený éterom. Bolo získané 4,5 g 1,5-bis(p-tolyl)-3,3-difenyl-1,5-pentadiónu

(21 %-ný výťažok) o teplote topenia 113 až 116 °C.

Príklad 2

Spôsob výroby diketónu I ($X=OCH_3$)

Do miešanej a chladenej suspenzie 8 g (0,2 mólu) amidu sodného bol priliaty roztok 9,0 g (0,05 mólu) benzofenónu a 15,0 g (0,1 mólu) p-metoxiacetofenónu v 25 ml éteru. Reakčná zmes bola spracovaná obdobným spôsobom ako v príklade 1, pričom bolo získané 4,1 g 1,5-bis(p-methoxyfenyl)-3,3-difenyl-1,5-pentadiónu (18 %-ný výťažok) o teplote topenia 156 až 157 °C.

Príklad 3

Spôsob výroby diketónu I ($X=Br$)

Do miešanej a chladenej suspenzie 8 g (0,2 mólu) amidu sodného bol priliaty roztok 9,0 g (0,05 mólu) benzofenónu a 19,9 g (0,1 mólu) p-brómacetofenónu v 25 ml éteru. Reakčná zmes bola spracovaná a produkt bol izolovaný obdobným spôsobom ako v príklade 1. Bolo získané 8,1 g 1,5-bis(p-bromfenyl)-3,3-difenyl-1,5-pentadiónu (45 %-ný výťažok), ktorý po rekryštalizácii zo zmesi benzén-petroléter mal teplotu topenia 195 až 196 °C. Analogicky bol pripravený 1,5-bis(p-fluorfenyl)-3,3-difenyl-1,5-pentadión ($X=F$) vo 26 %-nom výťažku s t. t. 174 až 177 °C.

Príklad 4

Fotochrómne vlastnosti látok I

Svetlom indukovaná farebná zmena u látok I bola pozorovaná v tuhom stave. Pri ožarovaní kryštalických vzoriek látok I pôsobením slnečného svetla sa potrebná doba expozície pohybuje od zlomkov sekúnd až po niekoľko minút. Rechovávaním farebných kryštálov v temne dochádza spätne behom niekoľkých hodín k strate farby. Obdobného efektu je možné dosiahnuť i pri rozpustení látky alebo pri jej zahriatí.

Látka I	Farba látky pred ožiarení	Farba látky po ožiarení
$X=H$	bezfarebná	fialová
$X=CH_3$	bezfarebná	červená

PREDMET VYNÁLEZU

1. Fotochromné 1,5-bis(subst. fenyl)-3,3-difenyl-1,5-pentadióny obecného vzorca I, kde X je alkyl s počtom uhlíkov 1 až 2, alkoxyl s počtom uhlíkov 1 až 2 alebo halogén.

2. Spôsob výroby 1,5-bis(subst. fenyl)3,3-difenyl-1,5-pentadiónov podľa bodu 1, vyznačený tým, že sa pôsobí zásou na zmes

derivátu obecného vzorca II, kde X má vyššie uvedený význam a benzofenónu v bezvodom éteri, tetrahydrofuráne či dioxáne pri teplotách od -30 do $+50$ °C.

3. Spôsob výroby podľa bodu 2, vyznačený tým, že sa ako bázy používajú hydridy, amidy alebo alkoxidy alkalických kovov.