



URZĄD
PATENTOWY
PRL

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr ———

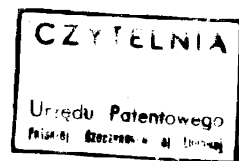
Int. Cl.⁴ C07D 471/04

Zgłoszono: 86 10 20 (P. 261958)

Pierwszeństwo ———

Zgłoszenie ogłoszono: 88 05 12

Opis patentowy opublikowano: 1989 11 30



Twórcy wynalazku: Romuald Bartnik, Jerzy Lesiak

Uprawniony z patentu tymczasowego: Uniwersytet Łódzki,
Łódź (Polska)

Sposób otrzymywania nowego składnika biernego do wytwarzania barwników azowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania nowego składnika biernego do wytwarzania barwników azowych, kwasu 4-hydroksy-2-metylo-1-pirydo[1,2-a]perimidynokarboksylowego o wzorze 1.

Sposobem według wynalazku 2-perimidynylooctan etylu o wzorze 2 poddaje się reakcji z diketenem w pirydynie, po czym na uzyskany 1-acetoacetoniloperimidyn-2-ylooctan etylu działa się etanolanem sodu w pirydynie. Uzyskany w toku syntezy jako związek przejściowy 1-acetoacetoniloperimidyn-2-ylooctan etylu jest również nowym związkiem.

Wynalazek ilustruje następujący przykład, w którym procenty oznaczają procenty wagowe, a stopnie temperatury podano w stopniach Celsjusza.

Przykład . W kolbie okrągłodennej o pojemności 250 cm³, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, umieszczono 2,54 g (0,01 mola) 2-perimidynylooctanu etylu, 10 cm³ bezwodnej pirydyny i dodano stopniowo, przy intensywnym mieszaniu, 1 g (około 0,012 mola) diketenu. Egzotermiczna reakcja zachodzi natychmiastowo, po krótkim czasie wypada krystaliczny produkt. Po godzinnym ogrzewaniu i mieszaniu w temperaturze 80 — 90° dodano 100 cm³ wody i po dokładnym wymieszaniu odsączono surowy produkt. Otrzymano 3,20 g 1-acetoacetoniloperimidyn-2-ylooctanu etylu o temperaturze topnienia 158 — 165°. Wydajność wyniosła 96%. Surowy produkt oczyszczono przez krystalizację z etanolu, uzyskując związek koloru żółtego o postaci igieł o temperaturze topnienia 159 — 164°.

Analiza dla wzoru C₁₉H₁₈N₂O₄:

obliczono	C 67,4,	H 5,4	i N 8,3%
otrzymano	C 67,4,	H 5,4	i N 8,2%

IR (KBr) cm⁻¹: 1720 (C=O), 1630 i 1620 (C=C, C=N), 1580, 1380, 1285, 1170 i 1100 (C—O), 705.

W kolbie okrągłodennej o pojemności 250 cm³ z chłodnicą zwrotną zabezpieczoną przed wilgocią umieszczono 3,38 g (0,01 mola) otrzymanego opisanym wyżej sposobem 1-acetoacetoniloperimidyn-2-ylooctanu etylu w 20 cm³ bezwodnej pirydyny, a następnie dodano stopniowo, przy intensywnym mieszaniu, roztwór etanolanu sodowego uzyskany w reakcji 0,5 g sodu w 20 cm³

etanolu. Mieszaninę reakcyjną ogrzewano przez 1 godzinę w temperaturze 80 — 90° przy intensywnym mieszaniu, po czym dodano 80 cm³ wody i zobojętniono kwasem octowym. Krystaliczny produkt odasączono, przemyto wodą i osuszono. Uzyskano 2,54 g żółtego produktu o temperaturze topnienia 275 — 279° (z rozkładem). Wydajność wyniosła 86%. Produkt analitycznie czysty uzyskano po krystalizacji z dimetyloformamidu.

Analiza dla wzoru C₁₇H₁₂N₂O₃:

obliczono C 69,9, H 4,2 i N 9,6%

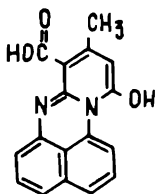
otrzymano C 69,7, H 4,2 i N 9,6%

IR (KBr) cm⁻¹: 1680 (C = O), 1630 (C = C, C = N), 1580, 1410, 990, 705

¹H — NMR (CF₃COOH), δ (ppm): 7,0 — 7,35 (m, 4H, CH arom., C — 6, 7, 8, 9); 6,4 — 6,5 (m, 2H, CH_{arom.}, C — 5, 10); 6,3 (s, 1H, CH — 3); 2,3 (s, 3H, CH₃-).

Zastrzeżenie patentowe

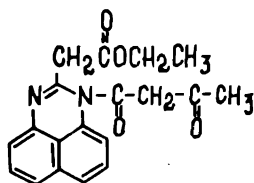
Sposób otrzymywania nowego składnika biernego do wytwarzania barwników azowych, kwasu 4-hydroksy-2-metylo-1-pirydo[1,2-a]perimidynokarboksylowego o wzorze 1, **znamienny tym**, że 2-perimidynylooctan etylu o wzorze 2 poddaje się reakcji z diketnem w pirydynie, po czym na uzyskany 1-acetoacetyloperimidyn-2-ylooctan etylu działa się etanolanem sodu w pirydynie.



WZÓR 1



WZÓR 2



WZÓR 3