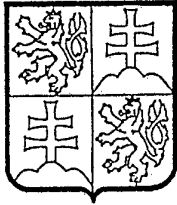


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

PATENTOVÝ SPIS 276 460

(21) Číslo přihlášky : 802-88.A

(22) Přihlášeno : 09 02 88

(30) Prioritní data :

(40) Zveřejněno : 18 03 92

(47) Uděleno : 24 04 92

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku : 17 06 92

(13) Druh dokumentu : B6

(51) Int. Cl.⁵ :
C 07 D 311/06

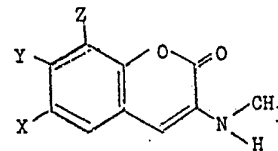
(73) Majitel patentu : UK-PRÍRODOVEDECKÁ FAKULTA, BRATISLAVA

(72) Původce vynálezu : DONOVALOVÁ JANA RNDr., BANSKÁ BYSTRICA,
GÁPLOVSKÝ ANTON RNDr. CSc.,
HRNČIAR PAVOL prof. RNDr. DrSc, BRATISLAVA

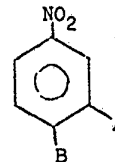
(54) Název vynálezu : Spôsob výroby 3-(N-metylamino)-6-X-7-Y-8-Z-2H-1-
-benzopyrán-2-ónových zlúčenín

(57) Anotace :

Spôsob výroby 3-(N-metylamino)-6-X-7-Y-8-Z-2H-1-benzopyrán-2-ónových zlúčenín všeobecného vzorca (I) kde X,Y,Z má význam uvedený v popise, ktoré doteraz neboli pripravené. Uvedené zlúčeniny majú použitie ako svetelné stabilizátory pre polyméry a laserové médium do blízkej UV oblasti. Zlúčeniny všeobecného vzorca (I) sa pripravujú metodou demetylácie príslušného 3-(N,N-dimetylamino)-6-X-7-Y-8-Z-2H-1-benzopyrán-2-ónu pôsobením UV žiarenia ($\lambda_{exc} > 290 \text{ nm}$) za prítomnosti substituovaných nitrobenzénov všeobecného vzorca (II).



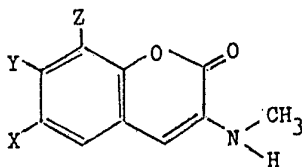
/I/



/II/

Vynález sa týka spôsobu výroby substituovaných 3-(N-metylamino)-6-X-7-Y-8-Z-2H-1-benzopyrán-2-ónových zlúčenín, ktoré doteraz neboli pripravené. Uvedené zlúčeniny možno použiť ako fotostabilizátory pre polyméry a laserové médium do blízkej UV oblasti. Výhodou týchto zlúčenín je, že sú bezfarebné a nespôsobujú zafarbenie polyméru.

Predmetom vynálezu je spôsob výroby substituovaných 3-(N-metylamino)-6-X-7-Y-8-Z-2H-1-benzopyrán-2-ónových zlúčenín všeobecného vzorca (I)

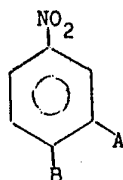


kde predstavuje X vodík, chlór alebo nitro skupinu

Y vodík, bróm alebo metoxy skupinu

Z vodík, chlór alebo metoxy skupinu

pôsobením UV žiarenia ($\lambda_{exc.} > 290$ nm) na 3-(N,N-dimetylamino)-6-X-7-Y-8-Z-2H-1-benzopyrán-2-ónové zlúčeniny za prítomnosti substituovaných nitrobenzénov všeobecného vzorca (II)



kde predstavuje A vodík alebo nitro skupinu

B vodík, chlór alebo nitro skupinu

dochádza k vzniku zlúčeniny všeobecného vzorca (I).

Mono-demetyláciou vznikajú produkty vo vyhovujúcej čistote s vysokými výťažkami za použitia prístupných a priemyselne vyrábaných pasívnych zložiek.

Spôsob prípravy je zřejmý z nasledovaných príkladov:

Príklad 1

0,9 g (0,005 mólu) 3-(N,N-dimetylamino)-2H-1-benzopyrán-2-ónu a 4,7 g (0,03 mólu) 1-chlór-4-nitrobenzénu bolo rozpustené v 480 ml benzénu. Takto pripravený roztok bol ožarovaný ultrafialovým svetlom $\lambda_{exc.} > 290$ nm. Ako zdroj svetla bola použitá 400 W vysokotlaková ortuťová výbojka. Po 6 hodinách ožarovania reakčná zmes bola zahustená za vákua a preparatívnu stĺpcovou chromatografiou na SiO_2 bol izolovaný produkt. Ako eluent bola použitá zmes petroléter-benzén.

Bolo získané 81 % produktu. Spektrum NMR a IČ potvrdzuje jeho predpokladanú štruktúru.

Príklad 2

0,9 g (0,005 mólu) 3-(N,N-dimetylamino)-2H-1-benzopyrán-2-ónu a 5 g (0,03 mólu) 1,4-dinitrobenzénu bolo rozpustené v 480 ml benzénu. Takto pripravený roztok bol ožarovaný ultrafialovým svetlom $\lambda_{exc.} > 290$ nm. Ako zdroj svetla bola použitá 400 W vysokotlaková ortuťová výbojka. Po 8 hodinách ožarovania reakčná zmes bola zahustená za vákua a preparatívnu stĺpcovou chromatografiou na SiO_2 bol izolovaný produkt. Ako eluent bola použitá zmes petroléter-benzén.

Bolo získané 48 % produktu. Spektrum NMR a IČ potvrdzuje jeho predpokladanú štruktúru.

Príklad 3

0,9 g (0,005 mólu) 3-(N,N-dimetylamino)-2H-1-benzopyrán-2-ónu a 5 g (0,03 mólu) 1,3-dinitrobenzénu bolo rozpustené v 480 ml benzénu. Takto pripravený roztok bol ožarovaný ultrafialovým svetlom $\lambda_{exc.} > 290$ nm. Ako zdroj svetla bola použitá 400 W vysokotlaková ortuťová výbojka. Po 6 hodinách ožarovania reakčná zmes bola zahustená za vákua a preparatívnu stĺpcovou chromatografiou na SiO_2 bol izolovaný produkt. Ako eluent bola použitá zmes petroléter-benzén.

Bolo získané 64 % produktu. Spektrum NMR a IČ potvrdzuje jeho predpokladanú štruktúru.

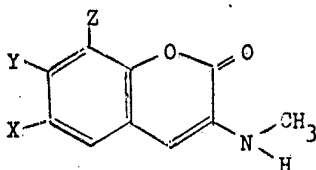
Príklad 4

0,9 g (0,005 mólu) 3-(N,N-dimetylamino)-2H-1-benzopyrán-2-ónu a 3,6 g (0,03 mólu) nitrobenzénu bolo rozpustené v 480 ml benzénu. Takto pripravený roztok bol ožarovaný ultrafialovým svetlom $\lambda_{exc.} > 290$ nm. Ako zdroj svetla bola použitá 400 W vysokotlaková ortuťová výbojka. Po 8 hodinách ožarovania zmes bola zahustená za vákua a preparatívnu stĺpcovou chromatografiou na SiO_2 bol izolovaný produkt. Ako eluent bola použitá zmes petroléter-benzén.

Bolo získané 70 % produktu. Spektrum NMR a IČ potvrdzuje jeho predpokladanú štruktúru.

PATENTOVÉ NÁROKY

Spôsob výroby substituovaných 3-(N-metylamino)-6-X-7-Y-8-Z-2H-1-benzopyrán-2-ónov všeobecného vzorca (I)

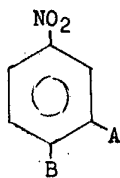


kde predstavuje X vodík, chlór alebo nitro skupinu

Y vodík, bróm alebo metoxy skupinu

Z vodík, chlór alebo metoxy skupinu,

vyznačujúci sa tým, že sa na 3-(N,N-dimetylamino)-6-X-7-Y-8-Z-2H-1-benzopyrán-2-óny pôsobí UV žiarením $\lambda_{exc.} > 290$ nm za prítomnosti substituovaných nitrobenzénov všeobecného vzorca (II)



kde predstavuje A vodík alebo nitro skupinu

B vodík, chlór alebo nitro skupinu.