

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

256090
(11) (B1)

[22] Prihlášené 01 09 86
[21] [PV 6343-86.K]

[51] Int. Cl.⁴
C 09 B 49/06
C 07 D 277/64

[40] Zverejnené 16 07 87

[45] Vydané 15 11 88

[75]

Autor vynálezu

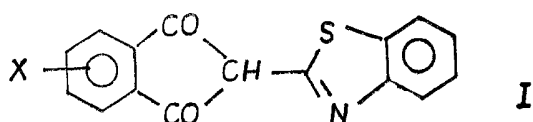
LÁCOVÁ MARGITA doc. RNDr. CSc., BRATISLAVA

(54) X-2-(2-benzotiazolyl)-1,3-indandióny

1

2

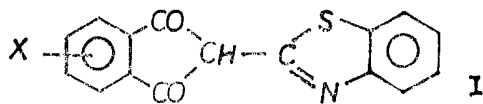
Žlté, oranžové a červené pigmenty na báze nových zlúčenín X-2-(2-benzotiazolyl)-1,3-indandiónov všeobecného vzorca I,



kde

X je H, 4-NO₂, 5-NO₂, vhodné na farbenie PVC, polyetylénu, polyesterového hodvábu, sa vyrobí kondenzáciou ftalanhydridu alebo jeho 4-nitro, alebo 3-nitroderivátov s 2-metylbenzotiazolom za prítomnosti bázy.

Vynález sa týka X-2-(2-benzotiazolyl)-1,3-indandiónov všeobecného vzorca I, ktoré ako žlté, oranžové až červené pigmenty sú vhodné na farbenie PVC, polyetylénu, polyesterového hodvábu, termoplastickej gumy a pod. a spôsobu ich výroby.



kde

X je H, 4-NO₂, 5-NO₂.

Spôsob výroby je založený na kondenzácii ftalanhydridu alebo jeho 3-nitro, resp. 4-nitro derivátov s 2-metylbenzotiazolom za prítomnosti bázy.

V literatúre sú známe pyridínové alebo chinolínové deriváty 1,3-indandiónu v polohe 2 substituované ako farebné pigmenty pod názvom alfa- alebo gama-pyroftalóny, resp. chinaldínová žlt alebo chinofthalón. Uvedené pigmenty sú veľmi vhodné na farbenie PVC, polyetylénu, polyesterového hodvábu, polystyrénu, metakrylových živíc a podobných materiálov a sa v uvedených odvetviach farbiarskeho priemyslu využívajú.

Z rozsiahlej patentovej a firemnej literatúry venovanej ftalónom možno uviesť nasledujúce citácie: Schefezik E., Ger. Offen 2 132 681; Hunter C., Shellburn US 3 904 420; Nagahama S., Shirmada K., Harada T., Koga M., Japan Kokai 7 847 439; Kerme A., Bundulec M., Bleidelis J., Siepins E., Geterochyl. soedin. 8, 1 076 [1978].

Teraz sme zistili, že 2-metylbenzotiazol sa kondenzuje s ftalanhydridom alebo s jeho 3-NO₂ alebo 4-NO₂ derivátmi v prostredí organickej bázy ako je trietylamin alebo pyridín pri teplotách okolo 120–150 °C a poskytuje v jednom syntetickom stupni intenzívny žltý pigment: 2-(2-benzotiazolyl)-1,3-indandión a oranžovočervené až červené pigmenty odvodené od 4-nitro-2-(2-benzotiazolyl)-1,3-indandiónu a 5-nitro-2-(2-benzotiazolyl)-1,3-indandiónu. Izolujú sa z reakčnej zmesi vliatim do vody premiešaním, separáciou a vysušením. Reakcia prebieha kvantitatívne, takže výsledný produkt sa môže použiť bez čistenia ako farebný pigment. Vo vode a v bežných organických rozpúšťadlách ako sú etanol, metanol, aceton, uhľovodíky, chlоровané uhľovodíky sú pripravené zlúčeniny nerozpustné. Málo sú rozpustné za studena a dobre za tepla v di-

metylsulfoxide takže sa môžu z uvedeného rozpúšťadla kryštalizovať.

Sú to zlúčeniny stále, sýtofarebné, zvlášť keď sa vylúčia zo zásaditého prostredia. K získaniu vhodného odtieňa sa môžu použiť i v zmesiach s inými farebnými pigmentami.

Nasledujúci príklad ozrejmuje ale neobmedzuje možnosť využitia vynálezu.

Príklad 1

Zmes pretaveného ftalanhydridu (resp. 4-NO₂ alebo 3-NO₂ derivátu) (0,1 mólu), 2-metylbenzotiazolu (0,1 mólu), trietylaminu (50 cm³), a pyridínu (50 cm³) sa refluxuje 3 h, potom sa rozpúšťadlá oddestilujú a destilačný zvyšok sa preperie 3-krát vodou (po 100 cm³). Pevný produkt sa oddeľí a vysuší. Prekryštalizovať sa môže z dimetylsulfoxidu.

Ak sa postupuje uvedeným spôsobom izoluje sa z odpovedajúcich východiskových látok:

a. 2-(2-benzotiazolyl)-1,3-indandión o t. t. 352–354 °C, sumárneho vzorca C₁₆H₉NO₂S (M = 279,3),

vypočítané:

68,80 % C, 3,25 % H, 5,01 % N, 11,58 % S,

zistené:

68,91 % C, 3,22 % H, 5,08 % N, 11,56 % S.

UV (DMSO) λ = 379 nm.

b. 4-NO₂-2-(2-benzotiazolyl)-1,3-indandión o t. t. 293–295 °C a sumárneho vzorca C₁₆H₈N₂O₄S (M = 324,3),

vypočítané:

59,26 % C, 2,49 % H, 8,64 % N, 9,89 % S,

zistené:

58,95 % C, 2,41 % H, 8,66 % N, 9,80 % S.

UV (DMSO) 475 nm.

c. 5-NO₂-2-(2-benzotiazolyl)-1,3-indandión o t. t. 360–367 °C (rozkl.) a sumárneho vzorca C₁₆H₈N₂O₄S (M = 324,3),

vypočítané:

59,26 % C, 2,49 % H, 8,64 % N, 9,89 % S,

zistené:

59,33 % C, 2,14 % H, 8,38 % N, 10,20 % S.

UV (DMSO) 390 nm.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. X-2-(2-benzotiazolyl)-1,3-indandióny
všeobecného vzorca I

kde

X je H, 4-NO₂, 5-NO₂.

2. Spôsob výroby zlúčenín všeobecného vzorca I podľa bodu 1 vyznačený tým, že sa kondenzuje ftalanhydrid alebo jeho 3-NO₂, alebo 4-NO₂ derivát s 2-metylbenzotiazolom v pyridíne a trietylamíne za refluxu.

