



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY.

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

259291
(11) (B1)

[51] Int. Cl.⁴
C 07 D 277/66

[22] Prihlášené 06 01 87
[21] {PV 107-87.B}

[40] Zverejnené 15 02 88

[45] Vydané 15 03 89

[76]

Autor vynálezu

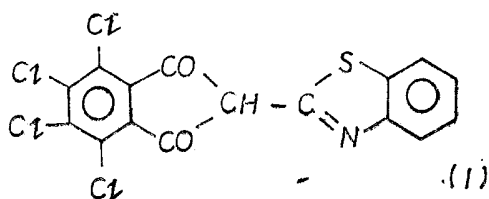
LÁCOVÁ MARGITA doc. RNDr. ⁴ČSc., CHOVANCOVÁ JARMILA prom. farm.,
BRATISLAVA

[54] 4,5,6,7-tetrachlór-2-(2-benzotiazolyl)-1,3-indandión a spôsob jeho výroby

1

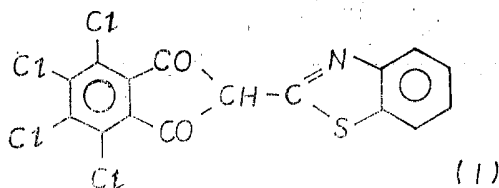
2

Oranžový pigment na báze novej zlúčeniny 4,5,6,7-tetrachlór-2-(2-benzotiazolyl)-1,3-indandiónu vzorca I



vhodný na farbenie PVC, polyetylénu, polyesterového hodvábu, metakrylových živíc a podobných materiálov. Spôsob výroby zlúčeniny vzorca I sa vyznačuje tým, že sa kondenzuje 3,4,5,6-tetrachlórftalanhydrid s 2-metylbenzotiazolom za prítomnosti octanu draselného pri teplote 140—150 °C.

Vynález sa týka 4,5,6,7-tetrachlór-2-(2-benzotiazolyl)-1,3-indandiónu vzorca I,



a spôsobu jeho výroby vyznačeného tým, že sa kondenzuje 2-metylbenzotiazol s 3,4,5,6-tetrachlórftalanhydridom v tavenine za prítomnosti bázy. Produkt reakcie ako oranžový až červený pigment je vhodný na farbenie PVC, polyesterového hodvábu, polypropylénu, polyetylénu, termoplastickéj gumy a podobných materiálov.

V literatúre su známe pyridínové alebo chinolínové deriváty 1,3-indandiónu ako farebné pigmenty pod názvom alfa alebo gama-pyroftalóny alebo chinofthalón, resp. chinaldínová žlt. 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 časopiseckej literatúry venovanej ftalónom možno uviesť nasledujúce citácie: Schefczik E. Ger. Offen 2 132 681; Hunter C., Shellburn US 3 904 420; Gailis A., Kolesnikov V. A., Silens E.; Latv. P. S. R. Zinat. Akad. Vestis 20 (1978); Nagahama S., Shimada K., Harada T., Koga M.: Japan Kokai 7847, 439.

Teraz bolo zistené, že 2-metylbenzotiazol sa kondenzuje s 3,4,5,6-tetrachlórftalanhydridom pri teplote 140–150 °C v prítomnosti CH_3COOK ako bázy a poskytuje v jednom syntetickom stupni intenzívne oranžový, veľmi nerozpustný pigment vo vysokom výťažku (cca 90 %).

Pigment vo vode a v bežných organických rozpúšťadlách ako sú etanol, metanol, chlo-

roform, dichlórmetán, acetón, kyselina octová, sa nerozpúšťa, v dimetylsulfoxide za studena málo, za tepla sa rozpúšťa dobre, takže sa môže z dimetylsulfoxidu kryštalizovať.

Pripravená zlúčenina podľa vynálezu je stála, stálofarebná a sýtofarebná, zvlášť keď sa vylúči zo zásaditého prostredia.

K získaniu vhodného odtieňa so môže použiť aj v zmesiach s inými farebnými pigmentami.

Nasledujúci príklad ozrejmuje, ale neobmedzuje možnosti využitia podľa vynálezu.

Príklad 1

K zmesi 3,4,5,6-tetrachlórftalanhydridu (0,1 mólu) a 2-metylbenzotiazolu (0,12 mólu) sa pridá pretavený octan draselný (0,01 mólu), intenzívne sa mieša a zahrieva na 140–150 °C 1 h za súčasného odvádzania kondenzačnej vody. Po ukončení reakcie za stáleho miešania reakčná zmes sa ochladí približne na 70 °C a pridá sa k nej 50 cm^3 etanolu, mieša sa 30 min., potom sa pridá 30 cm^3 5 %-ného etanolátu sodného a pokračuje sa v miešaní pri teplote 25–30 °C 1 h.

Vylúčená zrazenina sa odsaje, premyje etanolom, vodou a vysuší, môže sa prekryštalizovať z dimetylsulfoxidu, ale aj bez kryštalizácie je produkt dostatočne čistý pre ďalšie použitie.

Analýza pre 4,5,6,7-tetrachlór-2-(2-benzotiazolyl)-1,3-indandión, sumárneho vzorca $\text{C}_{16}\text{H}_5\text{O}_2\text{NCl}_4\text{S}$ ($M = 417,0$), teplota topenia je nad 360 °C, do teploty 365 °C sa nerozkladá, λ_{max} (v DMSO po zahriatí) = 388, 578 nm;

vypočítané:

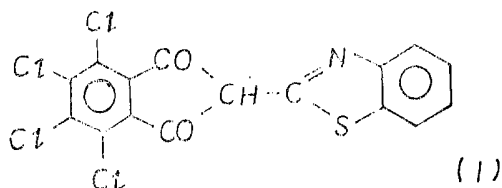
46,07 % C, 1,20 % H, 3,35 % N, 33,99 % Cl;

zistené:

46,28 % C, 1,55 % H, 3,58 % N, 33,61 % Cl.

PREDMET VYNÁLEZU

1. 4,5,6,7-tetrachlór-2-(2-benzotiazolyl)-1,3-indandión vzorca I



2. Spôsob výroby zlúčeniny podľa bodu 1 vzorca I vyznačený tým, že sa kondenzuje 3,4,5,6-tetrachlórftalanhydrid s 2-metylbenzotiazolom jednostupňovo v tavenine za prítomnosti octanu draselného pri teplote 140 až 150 °C.