



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

208 349

(B 1)

(11)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 25 03 80
(21) PV 2050-80

(51) Int. Cl.³ C 07 D 231/56

(40) Zveřejněno 31 12 80
(45) Vydáno 31 06 82

(75)
Autor vynálezu AUFART JAROSLAV ing., PŘÍVRATSKÝ JOSEF ing. a VYSTAVĚL VLADISLAV, BRNO

(54) Způsob výroby 6-N-acylamino-3-indazolónů

Způsob výroby 6-N-acylamino-3-indazolónů s volnou karboxylovou skupinou reakcí dihydrochloridu 6-amino-3-indazolonu s anhydridy kyseliny jantarové, který se používá jako barvotvorná komponenta pro purpurovou vrstvu barevného fotografického materiálu. 6-N-acylamino-3-indazolony obecného vzorce se podle vynálezu vyrábějí tak, že dihydrochlorid 6-amino-3-indazolonu se převede v prostředí kyseliny octové působením její sodné nebo draselné soli na volnou bázi, která se bez izolace acyluje anhydridy kyselin jantarových, substituovaných alkylovou nebo alkenylovou skupinou s 12 až 18 atomy uhlíku při teplotě 60 až 110 °C.

Předmětem vynálezu je způsob výroby 6-N-acylamino-3-indazonů s volnou karboxylovou skupinou reakcí dihydrochloridu 6-amino-3-indazonu s anhydridy kyseliny jantarové, obsahujícími alkylové nebo alkenylové skupiny s 12 až 18 atomy uhlíku.

N-acylaminoindazony jsou barvotvornými komponentami pro purpurovou vrstvu barevného fotografického materiálu. K tomuto účelu se vyrábějí acylací hydrochloridů amino-3-indazonů zmíněnými anhydridy v pyridinu při teplotě varu uvedeného rozpouštědla, které současně váže uvolněný chlorovodík z výchozího hydrochloridu. V případě 6-aminoindazonu vznikají za udaných podmínek barvotvorné složky obecného vzorce I

kde R je alkyl nebo alkenyl s 12 až 18 atomy uhlíku, které neobsahují volnou karboxylovou skupinu a pro jejich aplikaci do fotografické emulze je nezbytné štěpení imidového cyklu přebytkem alkalického hydroxidu, pokud se složky vpravují do emulze ve formě alkalického roztoku. Při výrobě se komponenty izolují z pyridinového roztoku po reakci srážením ve zředěné kyselině chlorovodíkové. Regenerace pyridinu z vodného roztoku jeho hydrochloridu je obtížná a ekonomicky náročná. Nadto činí výtěžky komponent po čištění surových produktů zpravidla jen kolem 75 % teorie.

Naproti tomu lze nevýhody odstranit přípravou 6-N-acylamino-3-indazonů obecného vzorce II

kde R je alkyl nebo alkenyl s 12 až 18 atomy uhlíku, vyznačený tím, že dihydrochlorid 6-amino-3-indazonu se převede v prostředí kyseliny octové působením její sodné nebo draselné soli na volnou bázi, která se bez izolace acyluje anhydridy kyselin jantarových, substituovaných alkylovou nebo alkenylovou skupinou s 12 až 18 atomy uhlíku, při teplotě 60 až 110 °C. Je výhodné provádět acylaci ve směsi kyseliny octové a nízkovroucích alifatických ketonů, s výhodou acetonu.

P ř í k l a d 1

V 250 ml ledové kyseliny octové se při 90 °C rozpustí 16,6 g bezvodého octanu sodného, k roztoku se přidá najednou 22,2 g dihydrochloridu 6-amino-3-indazonu a po 5minutovém promíchání 34,0 g anhydridu kyseliny hexadecyljantarové. Směs se udržuje za míchání při uvedené teplotě 0,5 h a pak se ochladí na 15 až 20 °C. Hustě vyloučený produkt se odfiltruje, promyje etanolem, vodou a vysuší při 80 °C. Získá se 42,6 g (90 % teor.) komponenty vzorce II (R = hexadecyl) s obsahem 99,8 % dle stanovení karboxylové skupiny.

P ř í k l a d 2

Ve 200 ml 90% vodné kyseliny octové se rozpustí 27,2 g krystalického octanu sodného, v roztoku se rozmíchá při 80 °C 22,2 g dihydrochloridu 6-amino-3-indazonu a přidá se 33,8 g anhydridu kyseliny hexadecyljantarové. Po 40 minutách míchání při 100 až 105 °C se směs zpracuje jako v příkladu 1. Získá se 43,4 g (92 % teor.) komponenty vzorce II (R = hexadecenyl) s obsahem 99,6 % dle absorbance azometinového barviva s N,N-dietyl-p-fenylendiaminem.

P ř í k l a d 3

Do 190 ml ledové kyseliny octové se pomalým proudem vmíchá 30,3 ml 29% vodného roztoku hydroxidu draselného, přidá se 22,2 g dihydrochloridu 6-amino-3-indazonu a roztok volné báze se zpracuje se 36,8 g anhydridu kyseliny oktaadecenyljantarové jako v příkladu 2. Po digesci komponenty ve 200 ml etanolu se získá 40 g barvotvorné složky vzorce II (R = oktaadecenyl).

P ř í k l a d 4

V 70 ml kyseliny octové se rozpustí při 60 °C 27,2 g krystalického octanu sodného a dále se postupuje jako v příkladu 2 s tím rozdílem, že anhydrid se přidává rozpuštěn ve 100 ml acetonu a acyluje se po dobu 1 h při mírném varu směsi. Při izolaci se komponenta promývá acetonem a vodou. Získá se 41 g (86 % teor.) produktu dle příkladu 2.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob výroby 6-N-acylamino-3-indazonů s volnou karboxylovou skupinou obecného vzorce II

kde R je alkyl nebo alkenyl s 12 až 18 atomy uhlíku, vyznačený tím, že dihydrochlorid 6-amino-3-indazonu se převede v prostředí kyseliny octové působením její sodné nebo draselné soli na volnou bázi, která se bez izolace acyluje anhydridy kyselin jantarových, substituovaných alkylovou nebo alkenylovou skupinou s 12 až 18 atomy uhlíku, při teplotě 60 až 110 °C.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že acylace se provádí ve směsi kyseliny octové a nízkovroucích alifatických ketonů, s výhodou acetonu.

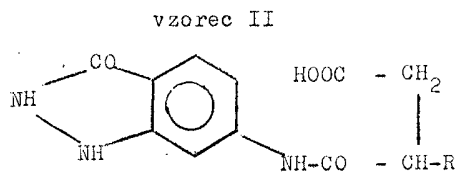
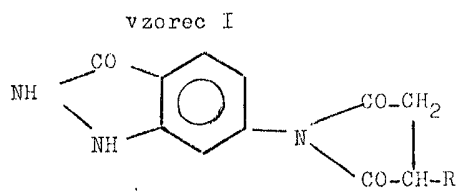
OPRAVA

Popisu vynálezu k autorskému osvědčení č. 208 349

(51) Int. Cl.³ C 07 D 231/56

V popisu vynálezu k výše uvedenému autorskému osvědčení
nebyly uvedeny chemické vzorce I a II.

Správně má být



vzorec patří též k definici
vynálezu

Úřad pro vynálezy a objevy