

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

245091

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 107/04

[22] Prihlášené 02 04 85
[21] (PV 2406-85)

[40] Zverejnené 13 11 85

[45] Vydané 15 12 87

[75]

Autor vynálezu

ČÍK GABRIEL ing. CSc.; SROKOVÁ IVA ing. CSc.; ŽUFFA MILAN ing.,
BRATISLAVA

[54] C-(4-azidofenyl)-N-fenylnitrón a spôsob jeho prípravy

1

2

Predmetom vynálezu je C-(4-azidofenyl)-N-fenylnitrón. Pripravuje sa z N-fenylhydroxylamínu pôsobením 4-azidobenzaldehydu v rozpúšťadle pri teplote 10 až 60 °C. Aromatické nitróny s azidovou skupinou sa vyznačujú spektrálnou citlivosťou v blízkej ultrafialovej oblasti. Možno ich použiť na záznam optickej informácie do tenkých polymérnych vrstiev.

Vynález sa týka C-(4-azidofenyl)-N-fenyl-nitrónu a spôsobu jeho prípravy.

V literatúre sú popísané rôzne nitróny a spôsoby ich prípravy. Možno ich pripraviť:

— oxidáciou N,N-disubstituovaných hydroxylamínov,

— reakciou N-substituovaných hydroxylamínov s aldehydmi,

— alkyláciou oxímov,

— reakciou aromatických nitrózozlúčenín a zlúčenín s aktívnou metylovou alebo metylénovou skupinou.

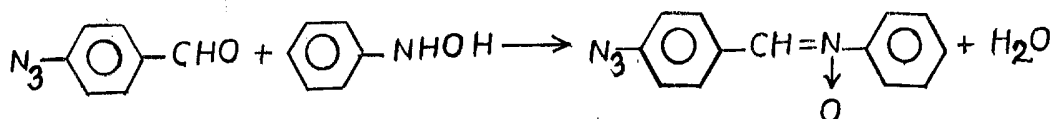
Spektrálna citlivosť takto pripravených nitrónov bez azidoskupiny je priemerná.

C-(4-azidofenyl)-N-fenyl-nitrón nie je v literatúre doteraz popísaný.

Tento nedostatok v podstatnej miere odstraňuje vynález, týkajúci sa C-(4-azidofenyl)-N-fenyl-nitrónu a spôsobu jeho prípravy.

Podstatou spôsobu prípravy C-(4-azidofenyl)-N-fenyl-nitrónu je, že na 4-azidobenzaldehyd sa pôsobí N-fenylhydroxylamínom v rozpúšťadle, ako je metanol, etanol, propanol alebo ich zmesi, pri teplote 10 až 60° Celsia.

Reakcia prebieha podľa všeobecnej schémy:



V ďalšom je predmetný vynález objasnený príkladmi bez toho, že by sa na tieto výlučne vzťahoval.

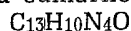
Príklad 1

0,01 mólu (1,09 g) N-fenylhydroxylamínu čerstvo pripraveného sa rozpustí v 10 ml metanolu a pridá sa k nemu po kvapkách a za miešania 0,01 mólu (1,56 g) 4-azidobenzaldehydu. Po niekoľkých minútach začne vypadávať kondenzačný produkt vo forme žltých kryštálov. Reakčná zmes sa ponechá ešte stáť pri teplote miestnosti niekoľko hodín. Potom sa produkt odsaje, premyje metanolom alebo n-hexánom. V prípade potreby sa prekryštalizuje. Výťažok je 95 %-ný.

Príklad 2

0,01 mólu (1,09 g) čerstvo pripraveného N-fenylhydroxylamínu sa rozpustí za tepla v 10 ml etanolu. Potom sa k nemu dávkuje 0,01 mólu (1,56 g) 4-azidobenzaldehydu rozpusteného v 5 ml etanolu za miešania, pričom sa reakčná teplota udržiava pri 45°C. Takmer okamžite začne sa z reakčnej zmesi vylučovať žltý C-(4-azidofenyl)-N-fenyl-nitrón. Reakčná zmes sa mieša ešte 0,5 hodiny pri teplote 20°C a potom sa produkt odsaje, premyje etanolom a vysuší. Výťažok je 98,5 %-ný.

C-(4-azidofenyl)-N-fenyl-nitrometán podľa vynálezu je látka sumárneho vzorca



s molekulovou hmotnosťou 238,08 a teplotou topenia 149 až 152°C.

Jeho štruktúra bola dokázaná IČ, UV a hmotnostnou spektrometriou.

IČ spektrum bolo namerané na prístroji Specord IR 71 (Zeiss Jena) v CHCl_3 . Vykazuje tieto charakteristické pásy (cm^{-1}):

$$\begin{aligned} &2100 (\nu_{\text{N}_3}), \\ &1505 (\nu_{\text{C}=\text{N}}), \\ &1210 (\nu_{\text{N}} \rightarrow \text{O}). \end{aligned}$$

UV spektrum bolo namerané na prístroji Specord UV VIS (Zeiss Jena) v dioxáne pri UV. Látka vykazuje dva pásy: pri $\lambda = 268 \text{ nm}$ ($\log \epsilon = 3,90$) a pri $\lambda = 348 \text{ nm}$ ($\log \epsilon = 4,41$).

Hmotnostné spektrum bolo namerané na prístroji MS 902 S (AEI, Manchester). C-(4-azidofenyl)-N-fenyl-nitrón nedáva v hmotnostnom spektre molekulový ión M^+ 238, ale len fragment m/e 198 s relatívnou intenzitou 25 %.

Analýza:

vypočítané:

23,52 % N, 65,52 % C, 4,23 % H,

zistené:

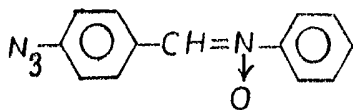
23,30 % N, 65,04 % C, 4,19 % H.

Výhodou látok podľa vynálezu je, že aromatické nitróny obsahujúce azidovú skupinu sa vyznačujú požadovanou spektrálnou citlivosťou v blízkej ultrafialovej oblasti spektra.

C-(4-azidofenyl)-N-fenyl-nitrón je svetlocitlivá látka a možno ju využiť na záznam optickej informácie do tenkých polymérnych vrstiev.

PREDMET VYNÁLEZU

1. C-(4-azidofenyl)-N-fenylnitrón vzorca:



2. Spôsob prípravy C-(4-azidofenyl)-N-fenylnitrónu podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že sa na N-fenylhydroxylamín pôsobí 4-azidobenzaldehydom v rozpúšťadle, ako je metanol, etanol, propanol alebo ich zmesi, pri teplote od 10 do 60 °C.