



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

262586

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 D 413/10

(22) Přihlášeno 17 12 87

(21) PV 9349-87.S

(40) Zveřejněno 16 08 88

(45) Vydáno 14 07 89

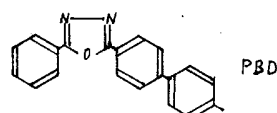
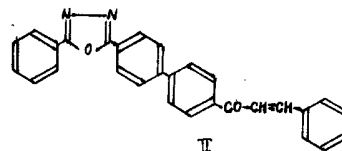
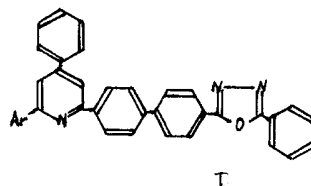
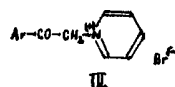
(75)

Autor vynálezu

KURFÜRST ANTONÍN doc. ing. CSc., PRAHA, LHOTÁK PAVEL ing., LOSINÁ,
KUTHAN JOSEF prof. ing. DrSc., PRAHA

(54) Luminoformní 2,4,6-triarylpyridiny na bázi
2-bifenylyl-4-yl, 5-fenyl-1,3,4-oxadiazolu a způsob jejich výroby

Luminoformní 2,4,6-triarylpyridiny na bázi 2-bifenylyl-4-yl, 5-fenyl-1,3,4-oxadiazolu obecného vzorce I, kde Ar = = fenyl, bifenylyl-4-yl, p-terfenyl-4-yl, 4'-(5-fenyl-1,3,4-oxadiazol-2-yl)-bifenylyl-4-yl, vykazují fluorescenci pod UV světlem a lze je použít při průmyslově vyráběných luminoforech. Způsob výroby látek obecného vzorce I spočívá v tom, že se na 4-cinnamoyl-4'-(5-fenyl-1,3,4-oxadiazol-2-yl)bifenylyl vzorce II působí fenylacetylpyridinovými solemi obecného vzorce III, kde Ar má vpředu uvedený význam, za varu v prostředí aprotického rozpouštědla jako je směs kyseliny octové a dimethylformamidu za přítomnosti 5 až 15násobného molárního přebytku amonných solí karboxylových kyselin jako kondenzačního činidla.



Vynález se týká nových luminoforů 2,4,6-triarylpyridinů na bázi 2-bifenyl-4-yl, 5-fenyl-1,3,4-oxadiazolu obecného vzorce I, kde Ar = fenyl, bifenyl-4-yl, p-terfenyl-4-yl, 4'-(5-fenyl-1,3,4-oxadiazol-2-yl)-bifenyl-4-yl.

Sloučeniny obecného vzorce I představují nové, dosud nepopsané látky vykazující fluorescenci pod UV světlem, a to jak v roztoku, tak v krystalickém stavu. Látky vzorce I jsou jednou z možností chemického "zušlechťení" průmyslově vyráběného luminoforu 2-bifenyl-4-yl, 5-fenyl-1,3,4-oxadiazolu a lze počítat s jejich případným využitím ve scintilační technice.

Způsob přípravy 2,4,6-triarylpyridinů obecného vzorce I, kde Ar má vpředu uvedený význam, spočívá podle vynálezu v tom, že se na 4-cinnamoyl-4'-(5-fenyl-1,3,4-oxadiazol-2-yl)-bifenyl vzorce II působí fenacylpyridiniovými solemi obecného vzorce III, kde Ar má vpředu uvedený význam za varu v prostředí aprotického rozpouštědla jako je směs kyseliny octové a dimethylformamidu za přítomnosti 5 až 15násobného molárního přebytku amonných solí karboxylových kyselin jako kondenzačního činidla.

Způsob přípravy 2,4,6-triarylpyridinů obecného vzorce I je objasněn v níže uvedených příkladech.

P ř í k l a d 1

Způsob výroby 2-(bifenyl-4-yl)-4-fenyl-6-(4'-(5-fenyl-1,3,4-oxadiazol-2-yl)-bifenyl-4-yl)-pyridinu obecného vzorce I (Ar = bifenyl-4-yl)

0,43 g 4-cinnamoyl-4'-(5-fenyl-1,3,4-oxadiazol-2-yl)bifenyly vzorce II (10^{-3} mol) bylo zahříváno k varu s 0,53 g fenacylpyridiniové soli obecného vzorce III (Ar = bifenyl-4-yl, $1,5 \cdot 10^{-3}$ mol) v přítomnosti 2 g octanu amonného ve směsi kyselina octová-dimethylformamid (1:1) pod obou 5 h při teplotě olejové lázně 200 °C. Po ochlazení byla reakční směs vylita do 100 ml vody a vzniklá sraženina byla odfiltrována a sušena v exikátoru nad P_2O_5 . Pak byla provedena sloupcová chromatografie na 60 g SiO_2 za použití eluční směsi benzen-ethylacetát (20:1). Byly jímány frakce s nejvyšším R_f a výraznou luminiscencí pod UV světlem (detekce pomocí chromatografie na tenké vrstvě). Po spojení frakcí a odpaření rozpouštědla bylo získáno 0,43 g produktu (70 % teor. výtěžku) s teplotou tání 240 až 243 °C.

P ř í k l a d 2

Způsob výroby 2,6-bis(4'-(5-fenyl-1,3,4-oxadiazol-2-yl)-bifenyl-4-yl)-4-fenylpyridinu obecného vzorce I (Ar = 4'-(5-fenyl-1,3,4-oxadiazol-2-yl)-bifenyl-4-yl)

0,43 g 4-cinnamoyl-4'-(5-fenyl-1,3,4-oxadiazol-2-yl)bifenyly vzorce II (10^{-3} mol) bylo zahříváno k varu s 0,75 g pyridiniové soli III (Ar = PBD, $1,5 \cdot 10^{-3}$ mol) v přítomnosti 2 g octanu amonného ve směsi kyselina octová-dimethylformamid (1:1) po dobu 17 h při teplotě olejové lázně 180 °C. Izolace produktu byla provedena stejně jako v příkladě 1. Po překrytí a stabilizování ze směsi aceton-chloroform bylo získáno 0,075 g produktu (10 % teor. výtěžku) s teplotou tání 285 až 288 °C.

P ř í k l a d 3

Luminiscenční vlastnosti připravených sloučenin obecného vzorce I jsou dokumentovány tabulkou:

Ar	Tuhá fáze emise	Roztok v toluenu		
		absorpce max (nm)	emise max (nm)	abs. kvant. výtěžek
fenyl	423	331	386	0,66
bifeny1-4-yl	510	313	372,385	0,62
p-terfenyl-4-yl	441	314	372	0,63
PBD	479	319	372,385	0,60

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Luminoformní 2,4,6-triarylpyridiny na bázi 2-bifeny1-4-yl, 5-feny1-1,3,4-oxadiazolu obecného vzorce I, kde Ar = fenyl, bifeny1-4-yl, p-terfenyl-4-yl, 4'-(5-feny1-1,3,4-oxadiazol-2-yl)-bifeny1-4-yl.

2. Způsob výroby luminoformních 2,4,6-triarylpyridinů obecného vzorce I podle bodu 1 vyznačující se tím, že se na 4-cinnamoyl-4'-(5-feny1-1,3,4-oxadiazol-2-yl)bifeny1 vzorce II působí fenacyl-pyridiniovými solemi obecného vzorce III, kde Ar má vpředu uvedený význam, za varu v prostředí aprotického rozpouštědla jako je směs kyseliny octové a dimethylformamidu za přítomnosti 5 až 15násobného molárního přebytku amonných solí karboxylových kyselin jako kondenzačního činidla.

1 výkres

262586

