



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

210514

(11) (B1)

(22) Přihlášeno 31 03 80
(21) (PV 2229-80)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 15/52
C 07 D 263/56

(40) Zveřejněno 29 05 81

(45) Vydáno 15 07 83

(75)

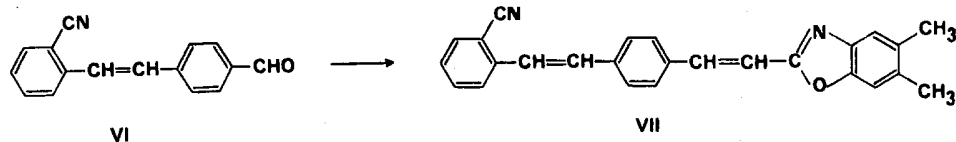
Autor vynálezu

ARIENT JOSEF dr. ing. DrSc., PODSTATÁ JIŘÍ, PARDUBICE

(54) Způsob přípravy 2-kyan-4-(5,6-dimethylbenzoxazol-2'-ylvinyliden)stilbenu

Vynález se týká způsobu přípravy 2-
-kyan-4-(5,6-dimethylbenzoxazol-2'-ylvinyl-
iden)stilbenu kondenzací dimetyl(2'-kyano-
benzyl)fosforanu s tereftalaldehydem ve
vodně alkalickém prostředí a vzniklý 4-
-(2'-kyanostyryl)benzaldehyd se dále kon-
denzuje s 3,4-dimetyl-6-acetaminofenolem.

$$\text{I} + \text{II} \longrightarrow \text{IV} \longrightarrow \text{V}$$



kyanostyryl benzaldehyd vzorce VI dává knovenagelovou reakcí s 2,5,6-trimetylbenzoxazolem 2-kyan-4-(5',6'-dimetylbenzoxazol-2'-ylvinyliden)stilben vzorce VII.

P ř í k l a d 1

4-(2'-kyanostyryl)benzaldehyd vzorce VI.

3,60 g dietyl-2'-kyanobenzyl)fosforanu, 2,72 g tereftalaldehydu a 200 ml vody bylo zahřátím převedeno do roztoku a zalkalizováno 2,5 N NaOH do reakce na brillant. Po pětminutovém zahřívání k mírnému varu, se vyloučená bezbarvá sloučenina za horka odsaje a dvakrát se promyje horkou vodou. Po vysušení se získá 1,6 g produktu (43 % teorie) o b. t. 150 až 151 °C (etanol). Konstituce byla potvrzena porovnáním NMR -spekter se spektry modelových látek.

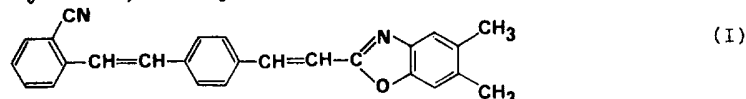
P ř í k l a d 2

2-kyan-4-(5',6'-dimetylbenzoxazol-2'-ylvinyliden)stilben vzorce VII.

K roztoku 2 g kyseliny dodecylbenzensulfonové, 8 ml o-dichlorbenzenu a 0,8 ml vodného amoniaku (25%) bylo přidáno 3,8 g 3,4-dimetyl-6-N-acetaminofenolu a 4,66 g 4-(2'-kyanostyryl)benzaldehydu vzorce VI. Směs byla pomalu vyhřívána na 186 °C za současného oddestilování vody. Po ukončení reakce bylo oddestilováno 4,8 ml o-dichlorbenzenu a po vychladnutí byl zbytek v destilační baňce zředěn 10 ml etanolu, vyloučená látka byla odsáta a promyta 15 ml acetonu. Po vysušení bylo získáno 6,13 g (81,5 % teorie) žluté, intenzívně fluoreskující látky o b. t. 263 až 265 °C (chlorbenzen-benzen).

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy 2-kyan-4-(5,6-dimetylbenzoxazol-2'-ylvinyliden)stilbenu vzorce I



reakcí aryldialkylfosforanu s aromatickým aldehydem vyznačený tím, že dietyl (2'-kyanobenzyl)fosforan vzorce IV



se kondenzuje s tereftalaldehydem vzorce V



ve vodně alkalickém prostředí a vzniklý 4-(2'-kyanostyryl)benzaldehyd vzorce VI



se dále kondenzuje s 3,4-dimetyl-6-acetaminofenolem.