



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

268 474

(11)

(13) B₁

(51) Int. Cl.
C 07 D 311/82

(21) PV 5694 - 88 . W
(22) Přihlášeno 19 08 88

(40) Zveřejněno 14 08 89
(45) Vydáno 31 08 90

(75)

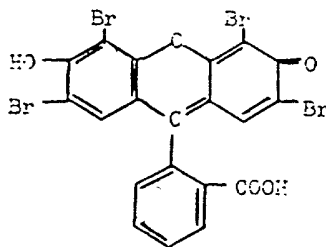
Autor vynálezu PRACHAŘ JIŘÍ RNDr.,
BEDNÁŘOVÁ MARIE RNDr., BRNO

(54)

Způsob výroby eosinu volné kyseliny

(57)

Řešení se týká způsobu výroby eosinu volné kyseliny obecného vzorce I z fluoresceinu a bromu v prostředí etanolu či vody při zvýšené teplotě. Podle vynálezu se bromace provádí za přítomnosti peroxidu vodíku při molárním poměru fluoresceinu ku bromu ku peroxidu 1 ku 2 až 3 ku 2 až 3 při teplotě 20 až 80 °C po dobu 15 až 300 minut. Novým postupem se podstatně sníží spotřeba bromu, klesají nároky na odlučovací zařízení a odpadá neutralizace či odstraňování bromovodíku při regeneraci rozpouštědla.

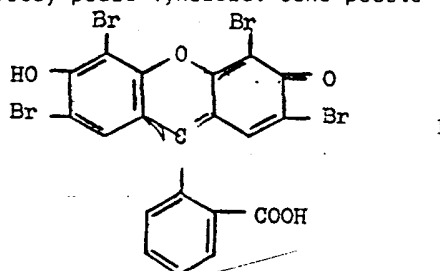


(I)

Vynález se týká způsobu výroby eosinu, volné kyseliny (C.I.45.380).

Eosin, volná kyselina, se doposud připravuje bromací fluoresceinu přebytkem bromu v prostředí alkoholu s následnou izolací produktu odfiltrováním. Při reakci se přidávaný brom spotřebovává jednak na vlastní bromaci fluoresceinu, jednak na reakci s vodíkem uvolňujícím se při bromaci, přičemž takto vzniklý bromovodík je odpadem, který zhoršuje ekonomii i ekologii výroby. Pro zlepšení těchto ukazatelů je nezbytná regenerace odpadajícího bromovodíku na brom, nejlépe přímo v reakční směsi, vhodným oxidačním činidlem.

Tento požadavek do značné míry splňuje způsob výroby podle vynálezu. Jeho podstata spočívá v tom, že eosin volná kyselina vzorce I



se připraví z fluoresceinu a bromu v prostředí etanolu popřípadě za přítomnosti vocy při zvýšené teplotě, vyznačený tím, že se bromace provádí za přítomnosti peroxidu vodíku při molárním poměru fluoresceinu ku bromu ku peroxidu vodíku 1 ku 2 až 3 ku 2 až 3 při teplotě 20 až 80 °C po dobu 15 až 300 minut.

Při reakci vznikající bromovodík se oxiduje 25 až 40 % peroxidem vodíku na brom, který se dále účastní reakce. Takto provedenou bromací se podstatně sníží spotřeba bromu, klesají nároky na odlučovací zařízení zachycující páry bromovodíku při zahřívání reakční směsi a při izolaci a sušení produktu, rovněž při regeneraci použitého rozpouštědla odpadá neutralizace či odstraňování bromovodíku.

Pro přípravu eosinu je výhodné použít molární poměr fluoresceinu ku bromu ku peroxidu vodíku 1 ku 2 až 3 ku 2 až 3.

Způsob přípravy eosinu podle vynálezu dokumentují následující příklady.

Příklad 1

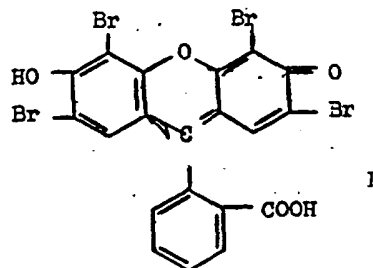
K 28 g fluoresceinu rozmíchaném v 56 g (68 ml) etanolu a 56 g vody se za míchání při teplotě 20 °C během 20 minut přikape 26,9 g (8,6 ml) bromu. Poté se během 30 minut při téže teplotě přikape 22,9 g (21,0 ml) 25 % peroxidu vodíku a následně se zahřívá 0,5 hodiny při 70 °C. Po ochlazení na 20 °C se produkt odfiltruje. Výtěžek: 45,2 g (tj. 82,8 % počítáno na fluorescein).

Příklad 2

K 28 g fluoresceinu rozmíchaném ve 112 g 50% vodného etanolu se za míchání při teplotě 40 °C během 20 minut přikape 40,4 g (12,8 ml) bromu. Poté se během 30 minut přikape 21,4 g (18,6 ml) 40% peroxidu při teplotě 40 °C a po nadávkování celého množství peroxidu se vyhřeje na 80 °C a při této teplotě se udržuje po dobu 2 hodin. Poté se ochladí na 20 °C a vyloučený produkt se odfiltruje. Výtěžek: 47,5 (tj. 87,0 % počítáno na násadu fluoresceinu).

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby eosinu volné kyseliny obecného vzorce I



z fluoresceinu a bromu v prostředí etanolu popřípadě za přítomnosti vody při zvýšené teplotě, vyznačený tím, že se bromace provádí za přítomnosti peroxidu vodíku při molárním poměru fluorescein ku bromu ku peroxidu vodíku 1 ku 2 až 3 ku 2 až 3 při teplotě 20 až 80 °C po dobu 15 až 300 minut.