



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

202939

(11) (B1)

(22) Přihlášeno 05 04 79

(21) [PV 2318-79]

(40) Zveřejněno 30 05 80

(45) Vydáno 15 11 82

[51] Int. Cl.³
C 07 D 231/54 //
C 09 B 5/08

[75]

Autor vynálezu

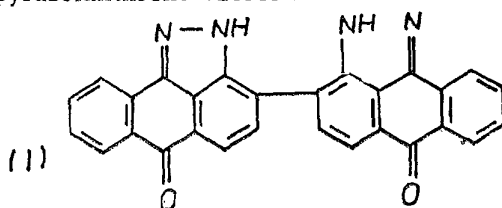
HAVLÍČKOVÁ LIBUŠE ing. CSc., PARDUBICE, KOLONIČNÝ ALOIS ing.,
TŘINEC, CAPOUŠKOVÁ LYDIE a HAVLÍČEK JOSEF, PARDUBICE

(54) Způsob přípravy 2,2'-bispyrazolanthronu

1

Vynález se týká způsobu výroby 2,2'-bispyrazolanthronu, který je cenným meziproduktem pro výrobu kypových barviv.

Výchozím materiálem pro získání 2,2'-bispyrazolanthronu vzorce I



je pyrazolanthron, který se zdvojuje působením hydroxidu draselného nebo sodného, roztaveného za přítomnosti tavidla. V německém patentu č. 255 641 je v roli tavidla použit ethylalkohol a molární poměr hydroxidu alkalického kovu (hydroxidu draselného) a pyrazolanthronu činí 5:1. Postup německých barváren, popsáný v Reportech (FIAT 1313 II. str. 160) je ekonomičtější, neboť poměr komponent hydroxid draselný k pyrazolanthronu a etanolu v roli tavidla je zhruba 2:1:0,5, avšak tavba se provádí za tlaku v autoklávu. Všechny komponenty se nasazují za chladu a po uzavření autoklávu se za pozvolného ohřevu rozmíchají a vyhřejí na teplotu 125 °C. Při reprodukci postupu podle Reportů se ukázalo, že je spojen

2

s nerovnoměrným a nereprodukovatelným rozmícháváním reakční směsi, což má za následek nízké a kolísavé výtěžky 2,2'-bispyrazolanthronu vzorce I a jeho neuspokojivě nízkou kvalitu, a dále s možností případného samovolného přehřátí reakční směsi, které je spojeno s nebezpečným vzrůstem tlaku v autoklávu.

Nyní bylo nalezeno, že lze připravit vysokoprocenní 2,2'-bispyrazolanthron ve vysokém výtěžku a bezpečněji způsobem podle vynálezu.

Způsob přípravy 2,2'-bispyrazolanthronu z pyrazolanthronu působením hydroxidu alkalického kovu za přítomnosti tavidla na bázi alifatických hydroxysloučenin spočívá podle vynálezu v tom, že se výchozí pyrazolanthron postupně vnáší do taveniny hydroxidu draselného nebo sodného a tavidla s teplotou varu 95 až 500 °C, která byla předebrána na teplotu 110 °C až na 145 °C, přičemž jako tavidla se s výhodou používá alifatických alkoholů, glykolů nebo jejich derivátů o počtu uhlíkových atomů C₃ až C₁₀, výhodně C₄ až C₆.

Pro úspěšné provedení postupu podle vynálezu je velmi významný vysoký obsah KOH nebo NaOH v použitém hydroxidu alkalického kovu a to minimálně 85 %, a dále dokonalé promíchávání reakční směsi v prů-

Způsob přípravy 2,2'-bispyrazolanthronu vzorce I podle vynálezu přináší významné zlepšení dosavadního způsobu výroby, které spočívá v dobré reprodukovatelnosti procesu, v dobrých výtěžcích a kvalitě produktu a v odstranění rizika plynoucího z provedení za tlaku.

V železném kotli s kotvovým míchadlem se za míchání a ohřevu vnese 130 kg hydroxidu draselného o obsahu 85,8 % KOH do 30 kg n-butanolu. Po dobrém protavení při teplotě 120 °C se do taveniny vnese 60 kg pyrazolanthronu 95,8 % [0,261 kmol] tak, aby předešla dávka byla dobře vmíchána. Reakční teplota 135 °C se pak udržuje po dobu 6 hodin, při 120 °C se pozvolna připustí za míchání 250 kg vody, rozmíchá a přepustí do 1250 kg vody 60 °C teplé.

Při teplotě 60 °C se proudem vzduchu vy-oxiduje nerozpustná dvojdraselná sůl 2,2'-bispyrazolanthronu, která se pak izoluje a vysuší. Obsah 2,2'-bispyrazolanthronu se stanoví polarograficky. Výtěžek 100 % látky činí 70 až 80 % teorie reprodukovatelně.

Analogicky podle postupu v příkladu 1 se

Způsob přípravy 2,2'-bispyrazolanthronu z pyrazolanthronu působením hydroxidu alkalického kovu za přítomnosti tavidla na bázi alifatických hydroxysloučenin, vyznačený tím, že se výchozí pyrazolanthron postupně vnáší do taveniny hydroxidu draselného ne-

provede tavba 60 kg pyrazolanthronu (obs. 95,8 % polarograficky) v tavenině 130 kg hydroxidu draselného a 30 kg triethylenglykolu. Teplotu taveniny při dávkování i reakční teplotu je možno zvýšit cca o 5 až 10 °C. Výtěžek 2,2'-bispyrazolanthronu činí 75 až 85 % teorie reprodukovatelně.

V železném kotli s kotlovým míchadlem se umístí 45 kg n-butanolu a za míchání a ohřevu se postupně vnese 130 kg hydroxidu sodného o obsahu 90 % NaOH. Po dobrém protavení při teplotě 125 °C se do taveniny vnese 60 kg pyrazolanthronu 95,0 procent {0,261 kmol} tak, aby předešlá dávka byla dobře vmíchána. Reakční teplota 135 °C se pak udržuje po dobu 6 až 8 hodin, zvolna se připustí za dobrého promíchávání 300 kilogramů vody, zhomogenizuje a přepustí do 1500 kg vody 60 °C teplé. Další postup je shodný s příkladem 1. Výtěžek 2,2'-bis-pyrazolanthronu činí 70 % teorie.

Analogicky podle postupu v příkladu 3 se provede tavba 60 kg pyrazolanthronu v tavenině 130 kg hydroxidu sodného a 40 kilogramech triethylenglykolu. Reakční teplotu je možno zvýšit o 10 °C.

bo sodného a tavidla s teplotou varu 95 °C až 500 °C, která byla předeřhřata na teplotu 110 °C až 145 °C, přičemž jako tavidla se s výhodou používá alifatických alkoholů, glykolů nebo jejich derivátů o počtu uhlíkových atomů C₃ až C₁₀, výhodně C₄ až C₆.