

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWAURZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

58863

Patent dodatkowy
do patentu

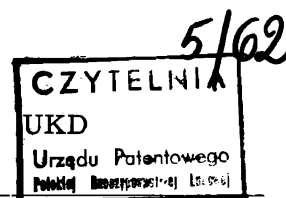
Zgłoszono: 5.XI.1966 (P 117 213)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 31.1.1970

a, 5/62
Kl. 22 ~~5/62~~

MKP C 09 b ,



Współtwórcy wynalazku: prof. dr Wincenty Wojtkiewicz, dr inż. Zdzisław Jankowski

Właściciel patentu: Politechnika Łódzka (Katedra Technologii Barwników), Łódź (Polska)

Sposób wytwarzania N,N'-dwuarylodwuimidów kwasu
peryleno-3,4,9,10-czterokarboksylowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania N,N'-dwuarylodwuimidów kwasu peryleno-3,4,9,10-czterokarboksylowego. Wymienione związki stosuje się jako barwniki kadziowe oraz jako pigmenty w szczególności do barwienia tworzyw sztucznych i lakierów.

Znane sposoby wytwarzania N,N'-dwuarylodwuimidów kwasu peryleno-3,4,9,10-czterokarboksylowego polegają na kondensacji bezwodnika kwasu peryleno-3,4,9,10-czterokarboksylowego z aminami aromatycznymi w środowisku nadmiaru aminy, w temperaturze 200—220°C w ciągu kilku do kilkunastu godzin, lub przez kondensację bezwodnika kwasu peryleno-3,4,9,10-czterokarboksylowego z aminami aromatycznymi w środowisku wysokowrzących rozpuszczalników organicznych, jak np. w nitrobenzenie, fenolu, chinolinie, a niekiedy w obecności bezwodnego chlorku cynku w temperaturze 200—300°C.

Znany jest także sposób wytwarzania N,N'-dwuarylodwuimidów kwasu peryleno-3,4,9,10-czterokarboksylowego polegający na ogrzewaniu kwasu lub bezwodnika kwasu peryleno-3,4,9,10-czterokarboksylowego z aminami aromatycznymi w środowisku wodnym, w temperaturze 140—250°C, i pod zwiększonym ciśnieniem.

Sposób według wynalazku wytwarzania N,N'-dwuarylodwuimidów kwasu peryleno-3,4,9,10-czterokarboksylowego o ogólnym wzorze 1, w którym X oznacza —H, —Cl, —Br, resztę alkilową o łań-

2

cuchu od 1—5 atomów węgla, resztę fenyłową lub grupę —OR, w której R oznacza resztę alkilową o łańcuchu od 1—5 atomów węgla, Y i Z oznaczają wodór, resztę alkilową o łańcuchu od 1—5 atomów węgla lub grupę —OR, w której R oznacza resztę alkilową zawierającą od 1—5 atomów węgla, polega na ogrzewaniu bezwodnika kwasu peryleno-3,4,9,10-czterokarboksylowego z nieznacznym nadmiarem aminy aromatycznej w środowisku wodnym, w temperaturze wrzenia pod chłodnicą zwrotną w ciągu 7—16 godzin, w obecności trzeciorzędowej zasady organicznej o ogólnym wzorze 2, w którym R¹, R² i R³ oznaczają reszty alkilowe lub alkanolowe zawierające od 1—4 atomów węgla oraz ewentualnie w obecności pirydyny.

Wymienione zasady organiczne stosuje się do reakcji w ilościach od 2—4 moli na 1 mol bezwodnika kwasu peryleno-3,4,9,10-czterokarboksylowego.

Wydzielony podczas reakcji N,N'-dwuarylodwuimid kwasu peryleno-3,4,9,10-czterokarboksylowego odsącza się na gorąco i przemywa wodą. Pastę produktu traktuje się, w celu oczyszczenia, wodnym roztworem wodorotlenku sodowego lub potasowego w temperaturze nie wyższej niż temperatura wrzenia roztworu, następnie obrabia się wodnymi roztworami kwasów, po czym odsącza się, przemywa wodą, alkoholem i suszy.

Proces technologiczny wytwarzania N,N'-dwuarylodwuimidów kwasu peryleno-3,4,9,10-czterokarboksylowego sposobem według wynalazku jest

znacznie uproszczony, gdyż nie wymaga stosowania dużego nadmiaru amin aromatycznych, wysokich temperatur, ani aparatury ciśnieniowej.

Niżej podane przykłady wyjaśniają bliżej wyznaczenia, nie ograniczając jego zakresu. Części w przykładach oznaczają części wagowe.

Przykład I. Zawieszinę 9,8 części bezwodnika kwasu peryleno-3,4,9,10-czterokarboksylowego, 9,2 części p-anizydyny i 11,2 części trójetanoloaminy w 130 częściach wody ogrzewa się w ciągu 1 godziny do temperatury wrzenia, w której utrzymuje się mieszaninę reakcyjną pod chłodnicą zwrotną w ciągu 8 godzin. Utworzony produkt odsącza się na gorąco i przemywa na sączku 100 częściami wrzącej wody. Pastę pigmentu rozbełtuje się następnie w 200 częściach wody, dodaje 2,5 części stałego wodorotlenku potasowego i ogrzewa w temperaturze wrzenia w ciągu ½ godziny, po czym pigment odsącza się na gorąco i przemywa wodą do zaniku zielonej fluorescencji przesącza.

Przemyty wilgotny produkt ponownie rozbełtuje się w 200 częściach wody, dodaje 10 części 30% kwasu solnego, ogrzewa do temperatury 90°, po czym pigment odsącza się na gorąco, przemywa na lejku gorącą wodą, a następnie 60 częściami metanolu. Po wysuszeniu pasty w temperaturze 80° otrzymuje się 13,1 części czerwonego pigmentu.

Przykład II. 9,8 części bezwodnika kwasu peryleno-3,4,9,10-czterokarboksylowego rozbełtuje się w 130 częściach wody, dodaje 10,2 części p-fenetydyny oraz 11,2 części trójetanoloaminy. Mieszaninę ogrzewa się w temperaturze wrzenia w ciągu 12 godzin.

Dalsze operacje oczyszczania utworzonego pigmentu przeprowadza się jak w przykładzie I. Otrzymuje się 14,1 części czerwonego pigmentu.

Przykład III. 9,8 części bezwodnika kwasu peryleno-3,4,9,10-czterokarboksylowego rozbełtuje się w 150 częściach wody, dodaje 7,5 części p-anizydyny, 4 części trójetiloaminy i 15 części pirydyny. Mieszaninę ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną w ciągu 1 godziny do temperatury wrzenia i w tych warunkach utrzymuje się w ciągu 14 godzin. Pod koniec ogrzewania odbiera się około 20 części destylatu. Dalsze operacje oczyszczania utworzonego pigmentu przeprowadza się jak w przykładzie I. Otrzymuje się 14,2 części czerwonego pigmentu.

Przykład IV. 9,8 części bezwodnika kwasu peryleno-3,4,9,10-czterokarboksylowego rozbełtuje się w 150 częściach wody, dodaje 9,6 części p-chloroaniliny, 4 części trójetiloaminy, 15 części pirydyny. Mieszaninę powoli ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną do temperatury wrzenia i w tych warunkach utrzymuje się w ciągu 14 godzin. W ostatnich 5 godzinach odbiera się z mieszaniny reakcyjnej 35 części destylatu. Dalsze operacje oczyszczania utworzonego pigmentu przeprowadza się jak w przykładzie I. Otrzymuje się 13,2 części czerwonego pigmentu.

Przykład V. Mieszaninę 10,6 części p-bromoaniliny, 9,8 części bezwodnika kwasu peryleno-3,4,9,10-czterokarboksylowego, 4 części trójetiloaminy, 15 części pirydyny i 150 części wody ogrzewa się w temperaturze wrzenia w ciągu 15 godzin. Dalsze

operacje przeprowadza się jak w przykładzie IV. Otrzymuje się 14,2 części czerwonego pigmentu.

Przykład VI. Mieszaninę 9,8 części bezwodnika kwasu peryleno-3,4,9,10-czterokarboksylowego, 12,6 części p-aminodwufenylu, 5 części trójetiloaminy, 15 części pirydyny i 120 części wody ogrzewa się w temperaturze wrzenia w ciągu 14 godzin. Dalsze operacje przeprowadza się jak w przykładzie IV. Otrzymuje się 14,1 części ciemnoczerwonego pigmentu.

Przykład VII. Mieszaninę 9,8 części bezwodnika kwasu peryleno-3,4,9,10-czterokarboksylowego, 10,2 części m-fenetydyny, 7 części trójetiloaminy, 30 części pirydyny i 200 części wody ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną w temperaturze wrzenia w ciągu 15 godzin. Dalsze operacje przeprowadza się jak w przykładzie IV. Otrzymuje się 11 części czerwonego pigmentu.

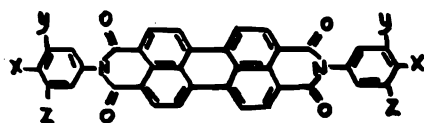
Przykład VIII. Mieszaninę 9,8 części bezwodnika kwasu peryleno-3,4,9,10-czterokarboksylowego, 8 części m-toluidyny, 4 części trójetiloaminy, 30 części pirydyny i 150 części wody ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną w temperaturze wrzenia w ciągu 16 godzin. Dalsze operacje, w celu oczyszczenia utworzonego pigmentu, przeprowadza się jak w przykładzie I. Otrzymuje się 12,6 części jasnoczerwonego pigmentu.

Przykład IX. Mieszaninę 9,8 części bezwodnika kwasu peryleno-3,4,9,10-czterokarboksylowego, 7,3 części 3,5-dwumetyloaniliny, 4 części trójetiloaminy, 30 części pirydyny i 150 części wody ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną w temperaturze wrzenia, w ciągu 16 godzin. Pod koniec ogrzewania z mieszaniny reakcyjnej odbiera się 30 części destylatu. Dalsze operacje przeprowadza się jak w przykładzie I. Otrzymuje się 12,6 części jasnoczerwonego pigmentu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania N,N'-dwuarylodwuimidów kwasu peryleno-3,4,9,10-czterokarboksylowego o wzorze ogólnym 1, w którym X oznacza—H, —Cl, —Br, resztę alkilową o łańcuchu od 1—5 atomów węgla, resztę fenyłową lub grupę —OR, w której R oznacza resztę alkilową o łańcuchu od 1—5 atomów węgla, Y i Z oznaczają wodór, resztę alkilową o łańcuchu od 1—5 atomów węgla lub grupę —OR, w której R oznacza resztę alkilową o łańcuchu od 1—5 atomów węgla, polegający na ogrzewaniu bezwodnika kwasu peryleno-3,4,9,10-czterokarboksylowego z aminami aromatycznymi w środowisku wodnym, **znamienny tym**, że reakcję wyżej wymienionych składników prowadzi się w temperaturze wrzenia, w obecności trzeciorzędowej zasady organicznej o wzorze ogólnym 2, w którym R¹, R² i R³ oznaczają reszty alkilowe lub alkanolowe zawierające 1—4 atomów węgla oraz ewentualnie w obecności pirydyny, po czym utworzony produkt wyosabia się z mieszaniny reakcyjnej i oczyszcza w znany sposób, a następnie przemywa wodą, alkoholem i suszy.

Wzór 1



Wzór 2

