



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

206 978

(11) (B1)

(61)
(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 15 10 79
(21) PV 6960-79

(51) Int. Cl.³ C 07 C 103/49

(40) Zveřejněno 15 09 80
(45) Vydáno 01 11 83

(75)
Autor vynálezu NERAD ZDENĚK dr.ing., PARDUBICE

(54) Způsob přípravy 1,4 - bis - acetoacetylamino - 5 - chlor - 2 - metylbenzenu

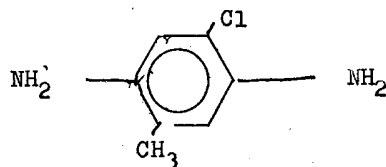
1

Vynález se týká způsobu přípravy 1,4 - bis- acetoacetylamino - 5 - chlor - 2 - metylbenzenu jako meziprojektu pro přípravu pigmentu.

Dosavadní způsoby přípravy výše uvedené látky se prováděly bis-acetoacetylací 5 - chlor - 2 - metyl - p - fenylendiaminu acetocetanem etylnatým. Reakce probíhá v prostředí kyseliny octové, která způsobuje korozi materiálu. Ve vodě a vodných roztocích neprobíhá reakce uspokojivě.

Nyní bylo zjištěno, že provádí-li se reakce 5 - chlor - 2 - metyl - p - fenylendiaminu s diketenem v prostředí chlorbenzenu, dosáhne se nejen uspokojivých výtěžků, ale odstraní se i práce v korozivním prostředí.

Podstata způsobu přípravy 1,4 - bis - acetoacetylamino - 5 - chlor - 2 - metyl - benzenu podle vynálezu spočívá v tom, že se provede reakce 5 - chlor - 2 - metyl - p - fenylendiaminu vzorce I



/ II /

s diketenem při teplotě 90 °C v chlorbenzenu, popřípadě za přítomnosti trimethylaminu jako katalyzátoru.

Níže uvedený příklad a tabulka ilustrují provedení podle vynálezu.

208 978

Příklad

Do tříhrdlé baňky opatřené míchadlem, zpětným chladičem a teploměrem byl nasazen chlor-metyl - p - fenylendiamin, chlorbenzen a katalyzátor (22,5% roztok trimethylaminu) . Po vyhřátí na 40 °C byl dávkován diketen. Teplota samostatně vystoupila asi na 90 °C a při této teplotě byla reakční směs domíchávána ještě asi 3 h. Pak byla směs ponechána k vychladnutí cca 24 h , krystalický podíl oddělen filtrací na nuči, promyt chlorbenzenem a sušen ve vakuové sušárně při 60 °C .

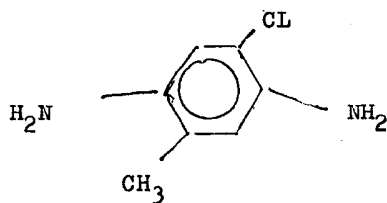
Tabulka

Násada				
Diamin	Diketen 96,6 %	reakční medium	trimethylamin	teoret. výtěžek
g	g	g	g	%
30,5	36,2	387	-	85,9
30,5	36,2	387	-	74,3
30,5	36,2	387	0,1	90,9
30,5	41,9	387	0,1	88,1
30,5	41,9	387	0,1	81,1
30,5	36,2	194	0,1	90,9
30,5	36,2	194	0,1	90,6
122,0	144,8	776	0,4	92,0
30,5	36,2	194	0,2	92,7
30,5	36,2	194	0,2	92,7
30,5	36,2	194	0,2	92,5

Připravené meziproducty slouží k přípravě hodnotných pigmentů žlutých odstínů.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy 1,4 - bis - acetoacetyl - amino - 5 - chlor - 2 - metylbenzenu, vyznačený tím, že se nechá reagovat 5 - chlor - 2 - metyl - p - fenyllendiamin vzorce I



/ I /

s diketenem při teplotě 90 °C v chlorbenzenu, popřípadě za přítomnosti trimetylaminu jako katalyzátoru.