



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(22) Přihlášeno 27 04 79
(21) [PV 2940-79]

(40) Zveřejněno 30 04 80
(45) Vydáno 30 03 83

202609

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 09 B 47/32

[75]

Autor vynálezu

GUTWIRTH KAREL ing., BOHDANEČ, HOLÉCI IVAN ing.
a VRÁNA MILAN dr., PARDUBICE

[54] Způsob přípravy surového ftalocyaninu mědi

1

Vynález se týká způsobu přípravy surového ftalocyaninu mědi.

Ftalocyanin mědi se po zpracování ze surového stavu na konečnou pigmentovou formu používá v řadě aplikací jako modrý pigment velmi dobrých vlastností.

Surový ftalocyanin mědi se připravuje dvěma hlavními způsoby: kondenzací nitrilu kyseliny ftálové se solemi mědi nebo kondenzací směsi ftalanhydridu, popřípadě ftalimidu, nebo/a chlorovaných nebo bromovaných derivátů kyseliny ftálové s močovinou a solemi mědi. Oba způsoby kondenzace se provádějí za přítomnosti vhodného katalyzátoru, například molybdenanu amonného. U obou způsobů kondenzace může být složení reakční směsi doplněno obsahem solí anorganických kyselin, které se reakce přímo nezúčastňují, ale mohou ovlivnit formu vytvářeného ftalocyaninu.

Kondenzace ftalocyaninu mědi z nitrilu kyseliny ftálové nebo z ftalanhydridu, popřípadě ftalimidu a/nebo chlorovaných nebo bromovaných derivátů kyseliny ftálové probíhá vhodným způsobem za zvýšené teploty — používá se teplota v oblasti cca 180 až 230 °C, většinou v inertní atmosféře, například dusíkové.

Kondenzaci lze uskutečnit suchým způsobem, tj. bez přítomnosti kapalného prostředí, nebo naopak v kapalném prostředí. Jako kapalně prostředí se při přípravě ftalocya-

2

ninu mědi užívá nejběžněji trichlorbenzen nebo nitrobenzen. Použitelná je dále celá řada kapalin, například alkylbenzeny, aromatické uhlovodíky apod.

Většina z uvedených kapalných prostředků má řadu nevyhovujících vlastností: toxicita, podezření na karcinogenní účinky, nebezpečí požáru a výbuchu; během kondenzace ftalocyaninu vznikají následkem chemické přeměny použitého rozpouštědla při vysokých teplotách jako vedlejší produkty látky toxické nebo karcinogenní.

Nyní bylo zjištěno, že uvedené nevýhody lze odstranit způsobem přípravy podle vynálezu.

Způsob přípravy surového ftalocyaninu mědi kondenzací nitrilu kyseliny ftálové se solemi mědi nebo kondenzací ftalanhydridu, popřípadě ftalimidu nebo/a chlorovaných nebo bromovaných derivátů kyseliny ftálové s močovinou a solemi mědi v přítomnosti katalyzátorů v kapalném prostředí, popřípadě za přítomnosti solí anorganických kyselin spočívá podle vynálezu v tom, že kapalně prostředí je tvořeno alkylesterem aromatické kyseliny s teplotou varu 170 až 360 °C. Velmi výhodným je použití metyl-p-toluátu (t. v. 214 °C, t. t. 33,2 °C) samotného nebo ve směsi s metylesterem (t. v. 195 °C, t. t. -12,3 °C) nebo etylesterem (t. v. 213 °C, t. t. -34,6 °C) kyseliny benzoové pro sníže-

ní teploty tuhnutí, a to v libovolném poměru.

Níže uvedené příklady ilustrují provedení podle vynálezu. Díly jsou míněny hmotnostně.

Příklad 1

Směs 100 dílů ftalanhydridu, 150 dílů močoviny, 17 dílů chloridu měďného a 0,16 dílů molybdenanu amonného v prostředí metyl-p-toluátu (100 ml) je za míchání zahřívána postupně až na teplotu 200 °C a na této teplotě 1 hodinu udržována. Reakční doba 6,5 h. Metyl-p-toluát je oddestilován na odparce. Surový ftalocyanin mědi je čistěn praním 5 % kyselinou sírovou při 95 °C a izolován. Získáno 90,2 dílů ftalocyaninu mědi, obsah 95,1 %, výtěžek 88,3 %.

Příklad 2

Směs 100 dílů ftalanhydridu, 150 dílů močoviny, 17 dílů chloridu měďného a 0,16 dílů molybdenanu amonného se zahřívá v prostředí 100 ml směsi metyl-p-toluátu a metylesteru kyseliny benzoové (1:1) postupně až na teplotu 200 °C a na této teplotě se 1 hodinu udržuje. Reakční doba 6,5 h. Reakční produkt se zpracuje stejným způsobem jako u příkladu 1, regenerované rozpouštědlo je možné znovu využít bez jakékoliv úpravy.

Získáno 89,5 dílů ftalocyaninu mědi, obsah 95,5 %, výtěžek 87,9 %.

Příklad 3

Směs 70 dílů ftalanhydridu, 30 dílů sodné soli 4-chlorftalové kyseliny, 132 dílů močoviny, 14,7 dílů chloridu měďného a 0,15 dílů molybdenanu amonného byla zahřívána

v prostředí 100 ml směsi metyl-p-toluátu a metylesteru kyseliny benzoové (1:1) postupně až na teplotu 200 °C a na této teplotě 3 hodiny udržována. Reakční doba 8 hodin. Reakční produkt izolován zpracován stejným způsobem jako v příkladu 1.

Získáno 82,7 dílů 93 % ftalocyaninu mědi s obsahem chloru 4 až 5 %, výtěžek 85 %.

Příklad 4

Směs 100 dílů ftalimidu, 105 dílů močoviny, 17 dílů chloridu měďného a 0,16 dílů molybdenanu amonného v prostředí 100 ml směsi metyl-p-toluátu a etylesteru kyseliny benzoové (1:3) je za míchání zahřívána postupně až na 200 °C a na této teplotě 1 h udržována. Reakční doba 6 h. Reakční produkt izolován stejným postupem jako v příkladu 1. Získáno 91,9 hmot. dílů 96,4 % ftalocyaninu mědi, výtěžek 90,5 %.

Příklad 5

Směs 100 dílů ftalodinitrilu, 19,3 dílů chloridu měďného a 0,18 dílů molybdenanu amonného je zahřívána za míchání 8 hodin postupně až na teplotu 200 °C v prostředí 100 ml metyl-p-toluátu a metylesteru kyseliny benzoové (1:1). Reakční produkt je izolován stejným postupem jako v příkladu 1. Získáno 107 dílů 96,8 % ftalocyaninu mědi, výtěžek 92,5 %.

Příklad 6

Složení reakční směsi a způsob kondenzace podle příkladů 1 až 5, po skončení reakce se surový ftalocyanin mědi nejdříve z přebytku kapalného prostředí odfiltruje a další zpracování získané pasty je stejné jako u příkladů 1 až 5.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy surového ftalocyaninu mědi kondenzací ftalanhydridu nebo ftalimidu nebo směsi ftalanhydridu a chlorovaných derivátů kyseliny ftalové s močovinou za přítomnosti solí jednomocné nebo dvojmocné mědi nebo kondenzací nitrilu kyseliny ftalové se solí mědi v přítomnosti katalyzátoru a v prostředí rozpouštědla, popří-

padě za přítomnosti solí anorganických kyselin, vyznačený tím, že jako rozpouštědla se použije metylesteru kyseliny p-toluylové, popřípadě ve směsi s metyl- nebo etylesterem kyseliny benzoové s obsahem esterů kyseliny benzoové v rozmezí 0 až 99 % vztaženo na použité estery.