



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

[22] Přihlášeno 14 05 79
[21] (PV 3275-79)

[40] Zveřejněno 30 04 80
[45] Vydáno 30 03 83

202486
(11) (B1)

[51] Int. Cl.³
C 09 B 47/32

[75]
Autor vynálezu GUTWIRTH KAREL ing., BOHDANEČ

[54] Způsob přípravy surového ftalocyaninu mědi

1

Vynález se týká způsobu přípravy surového ftalocyaninu mědi. Ftalocyanin mědi po zpracování ze surového stavu na finální formu poskytuje modrý pigment s velmi dobrými vlastnostmi, použitelný v řadě aplikací.

Surový ftalocyanin mědi se připravuje převážně 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 přísadkami solí anorganických kyselin, které se reakce nezúčastňují, ale mohou ovlivnit průběh reakce nebo formu vytvářeného ftalocyaninu.

Oba způsoby kondenzace ftalocyaninu mědi probíhají za zvýšené teploty v oblasti asi 180 až 230 °C. Kondenzace se provádějí buď v kapalném prostředí, například organického rozpouštědla nebo naopak suchým způsobem, tj. bez rozpouštědla.

Při kondenzaci ftalocyaninu v kapalném prostředí je reakční směs v průběhu kondenzace a na konci kondenzace ve stavu více nebo méně koncentrované suspenze. Při suchém způsobu kondenzace má získaný surový ftalocyanin mědi formu prášku až

2

granulí. Oba způsoby kondenzace mají výhody a nevýhody. Při kondenzaci v kapalném prostředí je reakční směs v průběhu celé kondenzace v tekutém stavu se všemi doprovodnými jevy — dobrá míchatelnost a zpracovatelnost, dobré přestupy tepla apod. Nevýhodou tohoto způsobu kondenzace je použití poměrně značných objemů kapalného prostředí s negativními důsledky — spotřeba tepelné energie na ohřev, nutnost separace surového ftalocyaninu z kapalného prostředí po kondenzaci a zvýšené náklady na regeneraci kapalného prostředí pro jeho zpětné použití.

Suchý způsob kondenzace surového ftalocyaninu mědi odstraňuje nevýhody dané kapalným prostředím, ale na druhé straně přináší některé problémy, vyplývající ze zhoršené zpracovatelnosti reakční směsi — zhoršená míchatelnost, zhoršené přestupy tepla, napékání reakční směsi na teplosměnných plochách apod.

Zvýhodnění procesu kondenzace surového ftalocyaninu umožňuje způsob podle tohoto vynálezu. Příprava surového ftalocyaninu mědi se provádí kondenzací nitrilu kyseliny ftálové se solemi mědi nebo kondenzací ftalanhydridu nebo ftalimidu nebo/a chlorovaných nebo bromovaných derivátů kyseliny ftálové s močovinou a solemi mědi za přítomnosti katalyzátoru a popřípadě solí anorganických kyselin v ka-

palném prostředí, jehož množství je omezeno na minimum a reakční směs v průběhu kondenzace nebo/a po ukončení kondenzace má formu pastovitého nebo těstovitého materiálu o viskozitě 2 až 10^3 Pa.s v oblasti rychlostního gradientu 10 s^{-1} .

Jako kapalně prostředí pro kondenzaci surového ftalocyaninu mědi podle vynálezu lze použít všechna běžná i méně běžná organická rozpouštědla používaná pro kondenzaci v kapalném prostředí — chlorované uhlovodíky (např. trichlorbenzen), nitrované uhlovodíky (např. nitrobenzen), alkybenzeny (např. diisopropylbenzen), uhlovodíky (např. ropné frakce s teplotou varu 200 až 220°C) a estery organických kyselin (např. etylbenzoát).

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

Příklad 1

Reakční směs o složení 1 dílu ftalanhydridu, 1,5 dílu močoviny, 0,17 dílu CuCl , 0,0033 dílu molybdenanu amonného a 2 díly trichlorbenzenu se postupně za míchání vyhřeje na teplotu cca 200°C s prodlevou při této teplotě 3 až 5 hodin. Ze získané směsi pastovité formy o viskozitě cca $5,10\text{ Pa.s}$ se po odstranění trichlorbenzenu za vakua obdrží surový ftalocyanin mědi.

V reakční směsi lze trichlorbenzen nahradit 2,1 dílu nitrobenzenu nebo 2,3 dílu diisopropylbenzenu nebo 2,2 ropnou frakci s teplotou varu 210 až 220°C nebo 1,5 etylbenzoátu.

Příklad 2

Reakční směs o složení 0,7 dílu ftalanhydridu, 0,3 dílu sodné soli 4-chlorftalové kyseliny, 1,32 dílu močoviny, 0,15 dílu CuCl , 0,0015 dílu molybdenu amonného a 2 díly trichlorbenzenu se postupně za míchání vyhřeje na teplotu cca 200°C s prodlevou při této teplotě 3 až 5 hodin. Ze získané pasty

po odstranění trichlorbenzenu za vakua se získá surový ftalocyanin mědi.

V reakční směsi lze trichlorbenzen nahradit jinými rozpouštědly jako u příkladu 1.

Příklad 3

Reakční směs o složení 1 dílu ftalimidu, 1,05 močoviny, 0,17 dílu CuCl , 0,0016 dílu molybdenanu amonného a 2 díly trichlorbenzenu se za míchání postupně vyhřeje na teplotu cca 200°C s prodlevou při této teplotě 2 až 4 hodiny. Ze získané pasty se po odstranění trichlorbenzenu za vakua získá surový ftalocyanin mědi.

V reakční směsi lze trichlorbenzen nahradit jinými rozpouštědly jako u příkladu 1.

Příklad 4

Reakční směs o složení 1 dílu ftalonitrilu, 0,193 dílu CuCl , 0,0018 dílu molybdenanu amonného a 2 trichlorbenzenu se za míchání vyhřeje postupně na teplotu cca 200°C . Ze získané pasty po odstranění trichlorbenzenu za vakua se získá surový ftalocyanin mědi. V reakční směsi lze trichlorbenzen nahradit jinými rozpouštědly jako u příkladu 1.

Příklad 5

Reakční směs o složení podle příkladu 1 až 4 se zpracovává obdobně jako u příkladu 1 až 4 s tím rozdílem, že celkové množství rozpouštědla podle příkladu 1 až 4 se do reakční směsi přidává postupně během vyhřívání a setrvává na teplotě ve více dávkách.

Příklad 6

Pastovitý materiál po kondenzaci podle příkladu 1 až 5 se zpracovává rozmícháním v etanolu, filtrací a promytím filtračního koláče etanolem a vodou a jeho usušením.

Příklad 7

Pastovitý materiál po kondenzaci podle příkladu 1 až 5 se zpracovává rozmícháním v etanolu, filtrací, opětným rozmícháním filtračního koláče ve zředěné H_2SO_4 nebo HCl , další filtrací s promytím filtračního koláče vodou a jeho usušením.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy surového ftalocyaninu mědi kondenzací nitrilu kyseliny ftalové se solemi mědi nebo kondenzací ftalanhydridu nebo ftalimidu nebo/a chlorovaných nebo bromovaných derivátů kyseliny ftalové s močovinou a solemi mědi za přítomnosti katalyzátoru a popřípadě solí anorganických kyselin v kapalném prostředí, vyznačený tím, že kondenzace se provádí při stavu reakční směsi v pastovité nebo těstovité formě o viskozitě 2 až 10^3 Pa.s v oblasti rychlostního gradientu 10 s^{-1} .

lyzátoru a popřípadě solí anorganických kyselin v kapalném prostředí, vyznačený tím, že kondenzace se provádí při stavu reakční směsi v pastovité nebo těstovité formě o viskozitě 2 až 10^3 Pa.s v oblasti rychlostního gradientu 10 s^{-1} .