

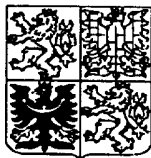
PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

285 563

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **1065-90**

(22) Přihlášeno: **05. 03. 90**

(40) Zveřejněno: **15. 09. 91**
(Věstník č. 9/91)

(47) Uděleno: **13. 07. 99**

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: **15. 09. 99**
(Věstník č. 9/99)

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.⁶:
C 07 C 49/633

(73) Majitel patentu:

LACHEMA S.P., Brno-Řečkovice, CZ;

(72) Původce vynálezu:

Vacek Jan ing., Brno, CZ;

Knoflíček Karel ing., Brno, CZ;

(74) Zástupce:

LACHEMA, s. p., Karásek 28, Brno -
Řečkovice, 62133;

(54) Název vynálezu:

**Způsob přípravy sodné soli
2-karbetoxy-1,3-indandionu**

(57) Anotace:

Způsob přípravy sodné soli 2-karbetoxy-1,3-indandionu, která slouží jako meziprodukt při výrobě ninhydrinu, využívaného v aminoanalýzátorech. Sodná sůl 2-karbetoxy-1,3-indandionu se vyrábí tak, že se nejprve v inertním prostředí, nejlépe petroleji, připraví při teplotě vyšší než je teplota tání sodíku suspenze ethanolátu sodného a teprve poté se přidají ostatní komponenty, to je diethylftalát a octan ethylnatý nebo jeho azeotrop s ethanolom a provede se kondenzace. Reakce se zpočátku provádí za přítomnosti 1 až 3 molárního přebytku ethanolu na násadu sodíku, přičemž po vytvoření dostatečného množství krystalického produktu se ethanol z reakční směsi oddestilovává.

CZ 285 563 B6

Způsob přípravy sodné soli 2-karboxy-1,3-indandionu

5 Vynález se týká způsobu přípravy sodné soli 2-karboxy-1,3-indandionu. Tato látka je meziproduktem při výrobě ninhydrinu, který nachází použití v aminoanalýzátorech.

10 Sodná sůl 2-karboxy-1,3-indandionu se připravuje Claisenovou kondenzací diethylftalátu s octanem ethylnatým za přítomnosti kovového sodíku nebo hydridu sodného. Převážně se pracuje s nadbytkem octanu ethylnatého, který je současně i jako reakční prostředí. Za účelem urychlení průběhu reakce je popisováno použití práškového sodíku, připraveného v toluenu. Použití práškového sodíku je v provozním měřítku značně rizikové. Přesto však je nutné i zde použít sodík o malých rozměrech, jednak z důvodů dosažené potřebné reakční rychlosti, jednak z důvodů bezpečnosti v navazující další výrobě. Použití kusového sodíku, zvláště kusů o značně rozdílné velikosti, je provázáno nebezpečím, že v případě neúplně zreagovaného sodíku může 15 v dalším reakčním stupni, při rozkladu vodou, dojít ke vznícení. Kromě této rizikovosti je další nevýhoda stávajících postupů v různé modifikační úpravě ve značné spotřebě octanu ethylnatého. Rovněž nelze podceňovat nebezpečí nekontrolovatelného průběhu Claisenovy kondenzace, při kterém může nastat vykypění obsahu reaktoru, eventuálně může dojít ke vzniku požáru.

20 Nevýhody stávajícího způsobu odstraňuje způsob přípravy sodné soli 2-karboxy-1,3-indandionu podle vynálezu. Jeho podstata spočívá v tom, že se nejprve v inertním prostředí připraví při teplotě vyšší než je teplota tání sodíku suspenze ethanolátu sodného a teprve poté se přidají ostatní komponenty, to je diethylftalát a octan ethylnatý nebo jeho azeotrop s ethanolom a provede se kondenzace. Jako inertní prostředí se použije petrolej. Za účelem získání vhodného 25 krystalického produktu se reakce provede zpočátku, to je asi po dobu jedné třetiny celkové reakční doby, za přítomnosti 1 až 3 molárního přebytku ethanolu na násadu sodíku. V průběhu reakce, po vytvoření dostatečného množství krystalického produktu, se ethanol ve formě azeotropu s octanem ethylnatým z reakční směsi odstraňuje destilací. Ethanol je výhodné použít v 0,1 až 0,6 molárním přebytku na násadu sodíku.

30 Uvedený postup je i přes práci se sodíkem naprosto bezpečný. V prostředí vysokovroucího uhlovodíku, nejlépe petroleje, se připraví alkoholát sodný za použití teoretického nebo mírného nadbytku ethanolu. V další fázi se přidá diethylftalát a octan ethylnatý a za zvýšené teploty dochází k poměrně rychlé reakci a vypadnutí sodné soli. Mechanismus reakce v první fázi je 35 založen na rovnovážné reakci mezi ethanolátem sodným a octanem ethylnatým za vzniku sodné soli enolformy octanu ethylnatého. Za účelem příznivého ovlivnění posunu reakce v požadovaném směru je žádoucí odstraňovat v průběhu reakce z reakční směsi ethanol. Je však nutné volit určitý kompromis, neboť z technologického hlediska je nutné získat produkt v krystalickém, dobře filtrovatelném stavu. Bylo provedeno velké množství pokusů za různých reakčních 40 podmínek, případně za přidavku různých látek za účelem ovlivnění krystalického tvaru, vesměs s negativním výsledkem. Vyhovujícího krystalického tvaru bylo dosaženo pouze za přítomnosti ethanolu. Je proto nutno na začátku reakce pracovat s určitou minimální koncentrací ethanolu a teprve na závěr reakce odstranit ethanol z reakční směsi a reakci dokončit za použití minimálního množství octanu ethylnatého. Na druhé straně toto umožňuje použití na začátku 45 reakce místo čistého octanu ethylnatého jeho binární azeotrop s ethanolom, který v průběhu výroby se získá při regeneraci matečných louhů a jehož zpracování na čisté složky by bylo značně nákladné. Bližší je zřejmé z následujícího příkladu.

Příklad

Aparatura: 250 ml tříhrdlá baňka, opatřená míchadlem, teploměrem, zpětným chladičem s možností odběru destilátu, kapací nálevkou a vyhřívaná regulovatelnou olejovou lázní.

5

Do reakční baňky se předloží 80 ml petroleje, 8 g kovového sodíku a 20 ml absolutního ethanolu. Obsah reakční baňky se vyhřeje na cca 100 °C a intenzivně se míchá po dobu 1 hodiny. Po překročení teploty tání sodíku dochází k jeho precipitaci na jemné kuličky a rychlé reakci s ethanolom za vzniku husté kaše ethanolátu sodného. Poté během 3/4 hodiny se přidává směs 10 50 g diethylftalátu a 40 ml binárního azeotropu octanu ethylnatého s ethanolom při teplotě 90 až 95 °C. Po přidání směsi bylo při stejné teplotě mícháno 1 hodinu, načež se provedlo oddestilování směsi za použití centrálního vakua vodokružné vývěvy a za postupného zvýšení teploty reakční směsi na max. 105 °C. Po dosažení této teploty se vakuum zruší a během 0,5 hod. se přidá 20 ml čistého octanu ethylnatého a poté se míchá 2 hodiny při 100 až 105 °C. Reakční 15 směs se ochladí pod 30 °C a izoluje na Büchnerově nálevce za použití filtračního papíru. Reakční baňka je vypláchnuta 50 ml směsí octanu ethylnatého a ethanolu a poté je ještě filtrační koláč promyt 25 ml této směsí. Filtrace i promývání probíhá velmi rychle. Produkt vypadává ve formě poměrně silných tyčinek a suší se pod infralampou.

20 Získáno 35,6 g sodné soli 2-karbetoxy-1,3-indandionu.

25

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob přípravy sodné soli 2-karbetoxy-1,3-indandionu kondenzací diethylftalátu s octanem ethylnatým, **v y z n a ě n ý t í m**, že se nejprve v inertním prostředí připraví při teplotě 30 vyšší než je teplota tání sodíku suspenze ethanolátu sodného a teprve potom se přidají ostatní komponenty, to je diethylftalát a octan ethylnatý nebo jeho azeotrop s ethanolom a provede se kondenzace.

2. Způsob přípravy sodné soli 2-karbetoxy-1,3-indandionu podle nároku 1, **v y z n a ě n ý t í m**, že jako inertní prostředí se použije petrolej.

3. Způsob přípravy sodné soli 2-karbetoxy-1,3-indandionu podle nároků 1 a 2, **v y z n a ě n ý t í m**, že reakce za účelem získání filtrovatelného krystalického produktu se provede 40 zpočátku, to je po dobu 1/3 celkové reakční doby, za přítomnosti 1 až 3 molárního přebytku ethanolu na násadu sodíku.

4. Způsob přípravy sodné soli 2-karbetoxy-1,3-indandionu podle nároků 1, 2 a 3, **v y z n a ě n ý t í m**, že v průběhu reakce po vytvoření krystalického produktu se ethanol ve formě 45 azeotropu s octanem ethylnatým z reakční směsi odstraňuje destilací.

50

Konec dokumentu
