



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

197 992

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 11 08 78
(21) PV 5249-78

(51) Int. Cl.³ C 07 C 143/40

(40) Zveřejněno 31 08 79
(45) Vydáno 01 6 82

(75)

Autor vynálezu HRUŠKOVÁ VĚRA RNDr., BRNO, BĚLUŠA JINDŘICH ing., DOLNÍ LOUČKY,
KAMINSKÁ ZDENA a JELÍNEK JIŘÍ ing., BRNO

(54) · Způsob výroby bromsulfoftaleinů

1

Vynález se týká způsobu výroby dibrom a tetrabromsulfoftaleinů, sloučenin, používaných jako analytické indikátory.

Bromované sulfoftaleiny se doposud připravují bromací příslušných sulfoftaleinů bromem v molárním poměru nebo nadbytku v prostředí ledové kyseliny octové nebo absolutního alkoholu (Chraszczewski J., Kosiński M.: Zes. II., Nauki Mat.-Przyrod. No 3, 145-57 (1957); Freas R., Provine E.A.: J.Am.Chem.Soc. 50, 2014 (1928); Leminger O.: Chem. průmysl 5/30 str. 10 (1955); Lube H.A., Acree S.F.: J.Am.Chem.Soc. 38, 2772 (1916). Lze je též připravit bromací příslušných sulfoftaleinů bromnanem sodným ve vodném prostředí (SSSR pat. 127 154).

Brom je látka drahá a jeho dostupnost je omezena. Při bromaci sulfoftaleinů je ho třeba značné množství, jednak na vlastní bromací látky, jednak na vznik vedlejšího produktu - bromovodíku. Tuto nevýhodu způsobu bromace snižuje způsob popsáný ve vynálezu. Jeho podstata spočívá v tom, že se bromace sulfoftaleinů bromem v prostředí ledové kyseliny octové nebo alkoholu provádí tak, že se bromovodík při reakci oxiduje chlorem na brom, který se dále zúčastňuje reakce. Tím se na bromaci spotřebuje pouze část dříve potřebného množství bromu. Pro přípravu dibromsulfoftaleinů je výhodné použít molární poměr sulfoftalein : brom : chlor 1 : 1 až 1,5 : 0,5 až 1 a pro tetrabromsulfoftaleiny 1 : 2 až 3 : 1 až 3.

197 992

P ř í k l a d 1

Příprava 3,3',5,5'-tetrabromfenol-sulfoftaleinu

Do tříhrdlé baňky o obsahu 250 ml opatřené míchadlem, teploměrem, dělicí nálevkou a trubicí pro vhánění chloru se vnese 10,6 g (0,03 mol) fenolové červeně a 30 ml ledové kyseliny octové. Potom se při teplotě 20 až 35 °C za míchání přikape roztok 12,8 g (0,08 mol) bromu v 5 ml ledové kyseliny octové. Po přidání bromu se reakční směs míchá 15 minut a potom se do ní za míchání při teplotě do 50 °C vhání chlor v celkovém množství 4,2 g (0,06 mol). Potom se reakční směs vyhřeje na 80 °C a při této teplotě se míchá 30 minut. Po ochlazení na 30 °C se vyloučené barvivo odejde, promyje na filtru 10 ml ledové kyseliny octové a 10 ml ledové vody.

Výtěžek 78 % teorie.

P ř í k l a d 2

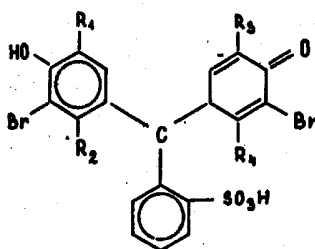
Příprava 3,3'-dibromthymol-sulfoftaleinu

Do tříhrdlé baňky o obsahu 750 ml, opatřené míchadlem, teploměrem, dělicí nálevkou a trubicí pro vhánění chloru se vnese 150 g (0,3 mol) thymolové modři a 300 ml ledové kyseliny octové. Potom se při teplotě 20 až 35 °C přikape za míchání roztok bromu, připravený z 64 g (0,4 mol) bromu a 50 ml ledové kyseliny octové. Po přidání roztoku bromu se reakční směs míchá 10 minut a potom se do ní při teplotě do 50 °C vhání celkem 14,2 g (0,2 mol) chloru. Potom se reakční směs vyhřeje na 60 °C a při této teplotě se míchá 1 hodinu. Po ochlazení na 15 až 20 °C se odfiltruje vyloučené barvivo a promyje se na filtru 200 ml ledové kyseliny octové.

Výtěžek 139 g (172 % teorie).

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob výroby bromsulfoftaleinů obecné formule



kde R_1 , R_3 je vodík nebo hydroxyskupina nebo alkyl o počtu 1 až 3 atomů uhlíku nebo brom a R_2 , R_4 je vodík nebo hydroxyskupina nebo alkyl o počtu 1 až 3 atomů uhlíku bromací sulfoftaleinů bromem v prostředí ledové kyseliny octové nebo alkoholu vyznačený tím, že se bromovodík vznikající při reakci oxiduje chlorem na brom, který se dále zúčastňuje bromace.