



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

224 818

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 25 03 82
(21) PV 2068 - 82

(51) Int. Cl.³ C 07 F 15/02
C 07 D 209/44

(40) Zveřejněno 27 05 83
(45) Vydáno 01 11 84

(75)
Autor vynálezu

ŠLOSAR PETR ing., CHRUDIM,
NEČAS MIROSLAV ing., CSc.,
REJLEK ANTONÍN ing., PARDUBICE

(54)

Způsob přípravy hexaisocindolinového komplexu železa

Vynález se týká způsobu přípravy hexaisoindolinového komplexu železa reakcí síranu železitoamonného, diiminoftalimidu, dusičnanu amonného a močoviny za přítomnosti oxidu molybdenového nebo molybdenanu amonného.

Hexaisoindolinový komplex Fe(III), jehož příprava je předmětem tohoto vynálezu, má sumární vzorec $C_{48}H_{39}N_{14}O_6Fe$ a podle literatury se jedná o Fe(III)-bis-(ansa-dioxy-diamino-isoindolino(-))-dioxy-diamino-diaza-cyklo-tetraisoindolin (Kaufmann, Fleiter: Fette, Seifen, Anstrichmittel 66, 819 (1964)). Technický význam komplexu spočívá v jeho vynikající katalytické účinnosti. Hexaisoindolinový komplex Fe(III) byl aplikován jako sikativum pro vysychavé oleje, jako urychlovač vytvrzování nenasycených polyesterů, při polymeraci akrylonitrilu, styrenu, vinylacetátu atd. Přípravu této sloučeniny je možno provádět postupem spočívajícím v reakci ftalanhydridu a močoviny se síranem železnatým (Kaufmann, Fleiter - viz výše), avšak požadovaná sloučenina vzniká jen v nízkém výtěžku (5 až 10 % teorie) a její izolace z reakčního produktu je proto obtížná. Zvýšení výtěžku na 25 až 40 % teorie lze dosáhnout reakcí soli trojmocného železa, anhydridu nebo dinitrilu kyseliny ftalové, močoviny a dusičnanu amonného při teplotě 160 až 210 °C (čs. autorské osvědčení 220 198).

Výzkumem bylo nyní zjištěno, že hexaisoindolinový komplex Fe(III) lze připravit ve výtěžku cca 95 % teorie reakcí 2,6 až 3,2 dílu bezvodého síranu železitoamonného, 8,7 až 18 dílů diiminoftalimidu, 0,5 až 1,5 dílu dusičnanu amonného, 2 až 7 dílů močoviny a 0,05 až 0,3 dílu oxidu molybdenového nebo molybdenanu amonného v prostředí organického rozpouštědla při teplotě 100 až 180 °C, přičemž uvedené díly znamenají díly hmotnostní.

Způsob přípravy hexaisoindolinového komplexu Fe(III) podle vynálezu se zásadně liší od dřívějších postupů v tom, že jako

výchozí suroviny se nepoužívá anhydridu nebo dinitrilu kyseliny ftalové, ale diiminoftalimidu. Dosáhne se tak podstatně vyššího výtěžku požadované sloučeniny, a zároveň se reakce může provádět při nižší teplotě než tomu bylo dosud. Oproti dosavadním postupům se rovněž zkrátí reakční doba.

Příprava komplexu se podle vynálezu provádí tak, že se síran železitoamonný, diiminoftalimid, dusičnan amonný, močovina a oxid molybdenový nebo molybdenan amonný smísí (zhomogenizují) v organickém rozpouštědle, reakční směs se vyhřeje na 100 až 180 °C, s výhodou na 120 až 160 °C, a do směsi se začne vhánět vzduch nebo kyslík. Pro reakci je možno použít pouze síran železitoamonný dokonale zbavený krystalové vody.

Reakce se provádí v organickém rozpouštědle, např. v dichlorbenzenu, trichlorbenzenu, nitrobenzenu, 1-chlornaftalenu atd. Vzduch nebo kyslík se do reakční směsi vhánějí s výhodou přes porézní přepážku.

Způsob izolace hexaisoindolinového komplexu železa se musí provádět s ohledem na druh použitého organického rozpouštědla. Obvykle se však v reakční směsi nejprve odfiltrují nerozpuštěné sloučeniny a z filtrátu se rozpouštědlo oddestiluje např. za sníženého tlaku. Z odparku, tj. ze surového produktu, lze komplex vyextrahovat např. chloridem uhličitým, chloroformem aj.

Způsob přípravy hexaisoindolinového komplexu Fe(III) je ukázán v příkladu, ve kterém díly značí díly hmotnostní.

Příklad provedení

Do 250 dílů nitrobenzenu bylo postupně vneseno 18 dílů diiminoftalimidu, 3,2 dílu bezvodého síranu železitoamonného, 6,5 dílu močoviny, 1,0 dílu dusičnanu amonného a 0,2 dílu oxidu molybdenového. Do reakční směsi byl vháněn vzduch a směs byla vyhřáta na 160 °C. Reakce byla prováděna po dobu 1,5 h. Po ochlazení na 25 °C byla směs zfiltrována a z filtrátu bylo rozpouštědlo oddestilováno za tlaku 2,6 kPa. Odparek byl vyextrahován chloroformem. Po odpaření chloroformu bylo získáno 12,2 g Fe(III)-bis-(ansa-dioxy-diamino-isoindolino-)-dioxy-diamino-diaza-cyklo-tetraisoindolinu, což je 96 % teorie (počítáno na síran železitoamonný).

P ř e d m ě t v y n á l e z u

224 818

Způsob přípravy hexaisoindolinového komplexu železa sumárního vzorce $C_{48}H_{39}N_{14}O_6Fe$ reakcí příslušných složek v organickém rozpouštědle, vyznačený tím, že se provede reakce 2,6 až 3,2 dílu hmot. bezvodého síranu železnatoamonného, 8,7 až 18 dílů hmot. diimino-ftalimidu, 0,5 až 1,5 dílu hmot. dusičnanu amonného, 2 až 7 dílů hm. močoviny a 0,05 až 0,3 dílu hmot. oxidu molybdenového nebo molybdenanu amonného, při teplotě 100 až 180 °C.