



POLSKA
RZECZYPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

58476

Patent dodatkowy
do patentu: _____

Zgłoszono: 03. III. 1966 (P 113 311)

Pierwszeństwo: 11. X. 1965 Niemiecka
Republika
Demokratyczna

Opublikowano: 30. X. 1969

Kl. 22 ~~1702~~ a, 47/06

MKP C 09 b 47/06

CZYTELNIA

UKD
Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Współtwórcy wynalazku: Reinhard Niess, inż. Horst Laqua, inż. Ernst Schlenz

Właściciel patentu: VEB Farbenfabrik Wolfen, Wolfen (Niemiecka Republika Demokratyczna)

Sposób oczyszczania metaloftalocyjanin

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania metaloftalocyjanin.

Wiadomo, że metaloftalocyjaniny wytwarza się drogą kondensacji bezwodnika kwasu ftalowego z mocznikiem i bezwodnym chlorkiem metalu w obojętnym rozpuszczalniku, stosując jako katalizator molibdenian amonu. Po zakończeniu reakcji odsąca się surową metaloftalocyjaninę a placek filtracyjny w celu usunięcia produktów ubocznych przemywa się gorącym kwasem solnym i ługiem sodowym.

Ten sposób postępowania posiada jednak tę ujemną stronę, że aby umożliwić przemycie placka filtracyjnego musi on być usunięty z filtru, przy czym zachodzi silne przesycenie zapachem rozpuszczalnika. Prócz tego do przemywania jest niezbędna kwasoodporna aparatura.

Sposób według wynalazku eliminuje te wady.

Stwierdzono obecnie, że metaloftalocyjaniny wytwarzane drogą reakcji bezwodnika kwasu ftalowego z mocznikiem i chlorkiem metalu w obojętnym rozpuszczalniku oczyszcza się przez przemywanie otrzymanej z reakcji syntezy surowej metaloftalocyjaniny jedno lub kilkakrotnie gorącym dwumetyloformamidem, a następnie gorącą wodą.

W procesie wymywania zostają usunięte przede wszystkim dwumetyloformamid, reszta obojętnego rozpuszczalnika, jak również uboczne produkty syntezy, szczególnie kwas cyjanurowy i dwunitryl

2

ftalowy. Podczas całego procesu placek filtracyjny pozostaje na filtrze i usuwa się go z filtru dopiero po przemyciu wodą. Dzięki temu unika się całkowicie zanieczyszczenia zapachami par rozpuszczalnika. Jednocześnie jest zbyteczne stosowanie kwasoodpornej aparatury.

Następujące przykłady wyjaśniają wynalazek.

Przykład I. W celu otrzymania ftalocyjaniny miedziowej poddaje się kondensacji 373 g bezwodnika kwasu ftalowego z 600 g mocznika i 70 g chlorku miedziawego w 1500 g trójchlorobenzenu w obecności 10 g molibdenianu amonu w temperaturze podnoszonej stopniowo od 120—200°C. Po zakończeniu reakcji mieszaninę reakcyjną chłodzi się do temperatury 140°C dodaje się 900 g trójchlorobenzenu i sączy się w temperaturze 100°C na ogrzewanym filtrze ciśnieniowym. Placek filtracyjny przemywa się następnie czterokrotnie 200 g dwumetyloformamidu w temperaturze 100°C. Dalej przemywa się dwukrotnie 500 ml wody w temperaturze około 50°C. Czystą ftalocyjaninę miedziową wyjmuję się i suszy w temperaturze 80°C. Wydajność wynosi około 400 g.

Przykład II. Czystą ftalocyjaninę kobaltową wytwarza się w sposób podany w przykładzie I, stosując zamiast chlorku miedziawego chlorek kobaltowy.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oczyszczania metaloftalocyjanin, otrzymywanych drogą reakcji bezwodnika kwasu ftalowego z mocznikiem i chlorkiem metalu w obojęt-

nym rozpuszczalniku, **znamienny tym**, że otrzymana z reakcji syntezy surową metalocyjaninę przemywa się jeden lub kilka razy gorącym dwumetyloformamidem, a następnie gorącą wodą.