



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

225 696

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 01 07 82
(21) PV 5003-82

(51) Int. Cl.³ C 09 B 29/085

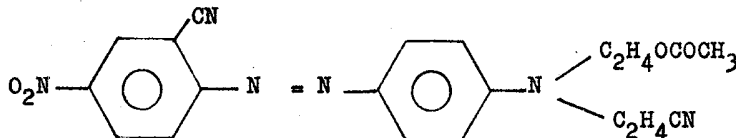
(40) Zveřejněno 24 06 83
(45) Vydáno 01 07 85

(75)
Autor vynálezu VÁCLAV VANC RNDr. ing., HABROVICE,
KAREL SMETANA, ÚSTÍ NAD LABEM

(54) Způsob přípravy disperzního azobarviva

1

Vynález se týká způsobu přípravy 2-kyan-4-nitro-4'-(N-acetoxyetyl-N-kyanetyl)-amino/-1,1'-azobenzenu obecného vzorce



který po finální úpravě disperzním mletím slouží jako komerční barvivo, vhodné především pro barvení a tisk polyesterových vláken.

Předmětné barvivo se vyrábí diazotací 2-kyan-4-nitroanilínu kyselinou nitrosylsírovou, rozpuštěnou v koncentrované kyselině sírové a kopulací vodného roztoku vzniklé diazoniové soli s N-acetoxyetyl-N-kyanetyl-anilínem rozpuštěným ve zředěné kyselině chlorovodíkové.

Nevýhodou dosavadního postupu přípravy předmětného azobarviva je, že ve vodném, silně minerálně kyselém roztoku, N-acetoxyetyl-N-kyanetylanilínu dochází snadno k jeho hydrolýze zmydlením za odštěpení acetylu, což nepříznivě působí na výtěžnost reakce.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob přípravy předmětného disperzního azobarviva 2-kyan-4-nitro-4'-(N-acetoxyetyl-N-kyanetyl)-amino/-1,1'-azobenzenu, prováděný diazotací 2-kyan-4-nitroanilínu a kopulací vzniklé diazoniové soli s N-acetoxyetyl-N-kyanetylanilínem podle vynálezu tak, že se kopulace provádí připuštěním buď surového produktu N-aceto-

xyetyl-N-kyanetylanilínu, připraveného dle ČS. pat. 126 075 nebo autorského osvědčení č. 181 579, případně samotného čistého produktu, rozpuštěného v kyselině octové, do vodné předlohy diazoniové soli aktivní komponenty, jejíž přítok zpočátku předchází, avšak končí současně nebo zůstává v malém množství za přítokem pasivní komponenty. Pasivní komponentu lze s výhodou přilévat do předlohy vodného roztoku aktivní komponenty s ledem tak, aby kyselost předlohy a kopulačního prostředí neklesla nad pH 2, doba přítoku diazotační směsi aktivní komponenty v koncentrované kyselině sírové na předložený led nepřekračuje 10 minut, teplota roztoku diazoniové soli se při připouštění do vodné předlohy i během kopulace udržuje na -18 až 0°C a kopulace se provede s 0,5 až 10 % přebytku teorie pasivní složky oproti aktivní komponentě.

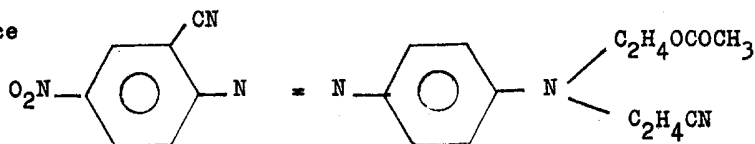
Výhody postupu podle vynálezu spočívají v tom, že jakmile je ve vzniklém barvivu p-poloha substituované aminoskupiny blokována azo-vazbou, pevnost vázaného acetylu se natolik zvýší, že již nehrozí jeho hydrolytické odštěpení a zvýší se výtěžnost reakce.

Příklad 1.

Do 230 g koncentrované kyseliny sírové se vnáší 14 g bezvodého, jemně rozetřeného dusitanu sodného za případného přehřátí na 65 až 70°C do úplného rozpuštění. Vzniklá nitrosylsírová kyselina se ochladí na 0 až 5°C , během 0,5 až 1 hodiny se do ní vnáší 32,6 g 2-kyan-4-nitroanilínu, jemně rozemletého a dokonale promíchaného s 3 % hydrogenuhličitanu sodného tak, aby teplota nepřestoupila 10°C . Poté se směs míchá ještě 2 hodiny, až se kapka odebraného vzorku beze zbytku rozpustí v malém množství ledové vody. Takto připravená reakční směs se opatrně připouští do předlohy 800 g ledu během 3 až 10 minut za dokonalého míchání a ihned na to, jakmile je 10 až 20 % diazotační směsi v předloze, přilije se rychle tak, jak se stačí rozmíchat příslušné množství surového produktu pasivní komponenty, tj. 49,6 g N-acetoxyetyl-N-kyanetylanilínu rozpuštěného ve 175 g ledové kyseliny octové, tak aby veškeré množství bylo již v předloze ještě před přítokem poslední části diazoniové sloučeniny. Po zmizení dokazatelného přebytku aktivní komponenty je kopulace při -15 až 0°C během 1 až 2 hodin ukončena. Zfiltrované barvivo se promyje vodou až do zmizení kyselé reakce a pasta barviva se zpracuje disperzním mletím obvyklým způsobem na obchodní zboží.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob přípravy disperzního azobarviva, 2-kyan-4-nitro-4'-(N-acetoxyetyl-N-kyanetyl)-amino/-1,1'-azobenzenu vzorce



prováděný diazotací 2-kyan-4-nitroanilínu a kopulací vzniklé diazoniové soli s N-acetoxyetyl-N-kyanetylanilínem vyznačený tím, že se kopulace provádí připouštěním surového nebo popřípadě samotného čistého N-acetoxyetyl-N-kyanetylanilínu rozpuštěného v kyselině octové, do vodné předlohy diazoniové soli aktivní komponenty, jejíž přítok zpočátku předchází, avšak končí současně nebo zůstává v malém zpoždění za přítokem pasivní komponenty.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se pasivní komponenta přilévá do předlohy vod-

ného roztoku aktivní komponenty s ledem tak, aby kyselost předlohy a kopulačního prostředí neklesla nad pH 2.

3. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že přítok diazotonační směsi aktivní komponenty v koncentrované kyselině sírové na předložený led nepřekračuje 10 minut.
4. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se teplota vodného roztoku diazoniové soli při připouštění do vodné předlohy i během kopulace udržuje na -18 až 0 °C.
5. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se kopulace provede s 0,5 až 10 % přebytkem teorie pasivní složky oproti aktivní komponentě.