



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

202 348

(11) (B1)

[51] Int. Cl.³

C 07 C 63/44

C 09 B 29/20

(22) Přihlášeno 17 10 78

(21) PV 6741-78

(40) Zveřejněno 30 04 80

(45) Vydáno 30 08 82

(75)

Autor vynálezu

DOSTÁL PAVEL, RNDr.,
ČERMÁK JIŘÍ, Ing., CSc., Pardubice,
MUŽÍK FERDINAND, Dr., Ing., CSc., Chrudim
VÁŇA MILOŠ, Ing.,
MACHOVÁ MARTA, Ing., CSc.,
HORÁČEK JOSEF, Ing., Pardubice a
KARTOUS JIŘÍ, Opatovice nad Labem

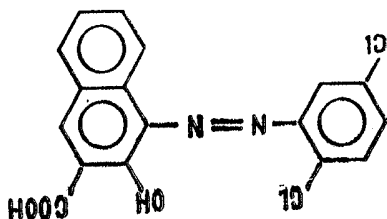
[54] Způsob izolace dichlorfenylazohydroxynaftoové kyseliny

1

Vynález se týká způsobu izolace dichlorfenylazohydroxynaftoové kyseliny, která je meziproduktem pro přípravu azokondenzačních pigmentů. Při přípravě těchto červených pigmentů zůstává ve filtrátech jak po chloridaci dichlorfenylazohydroxynaftoové kyseliny, tj. produktu kopulace diazoniové soli 2,5-dichloranilinu s kyselinou 2-hydroxy-3-naftoovou na odpovídající chlorid, tak i po kondenzaci uvedeného chloridu s aromatickými diaminy, ještě určité množství uvedených meziproduktů v halogenovaných aromatických uhlovodících, které je možno jen s obtížemi izolovat.

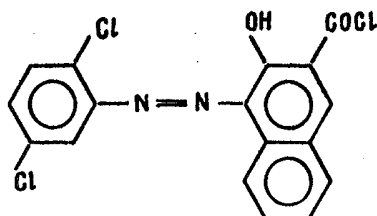
Nyní bylo nalezeno, že přidáním určitého množství roztoku alkálií, například uhličitanu sodného, k filtrátům, dochází k rychlému vylučování pevné fáze i z nenasycených roztoků. Z pevné fáze potom lze izolovat výchozí dichlorfenylazohydroxynaftoovou kyselinu, kterou je možno opětně zpracovat na pigment.

Mezibarvivo pro azokondenzační typ červení, tj. 2,5-dichlorfenylazo-2-hydroxy-3-naftoová kyselina,



2

a také příslušný chlorid



jsou v nepolárních rozpouštědlech do jisté míry rozpustné, avšak podle vynálezu, rozpustnost se značně sníží v prostředí, které obsahuje ionty elektrolytu, přičemž koncentrace rozpuštěného mezibarviva poklesne ve filtrátech 3- až 8-krát. Použije-li se za tímto účelem vodného roztoku sody, dojde vedle snížení rozpustnosti k enormnímu zlepšení filtrovatelnosti filtrátů, nedochází k narušení molekuly mezibarviva, jen chlorid se hydrolyzuje na výchozí mezibarvivo.

Protože přímé stanovení potřebného množství zásady k vyloučení maximálního množství produktů z filtrátu je v nepolárním systému poněkud obtížné, bylo stanovení prováděno nepřímě. K původnímu filtrátu byl přidáván v malých kvantech vodný roztok zásady, po roztřepání sraženina odfiltrována a ve zbylém filtrátu stanoven úbytek mezibarviva fotometricky. Složení vyloučených produktů ve sraženině a čistota izolovaného mezibarviva byly sledovány chromatograficky na tenké vrstvě Silufolu, což je širokopórní silikagel na hliníkové podložce, obsahující škrob jako pojidlo.

Pro vyloučení mezibarviva z filtrátu po chloridaci thionylchloridem nebo fosgenem je spotřeba alkálií k získání optimálního množství sraženiny poněkud větší, a to k neutralizaci hydrolyticky odštěpované HCl a dále k podpoře hydrolytického pochodu.

Izolace mezibarviva se provádí tak, že ke spojeným filtrátům z chloridace nebo z kondenzační reakce se přidá stanovené množství roztoku alkálie, směs se rozmíchá a vyloučená pasta se může buď ihned separovat některou z metod dělení pevné a kapalné fáze, například filtrací, odstředěním, nebo výhodněji se směs nechá asi minutu k rozsazení a spodní čirá dichlorbenzenová vrstva se vypustí a regeneruje destilačně. Koláč ze separace nebo sedimentu se zbaví ulpělého dichlorbenzenu a pryskyřičných látek promytím alkoholem, potom se rozmíchá ve vodě a směs se okyslí kyselinou chlorovodíkovou do silně kyselé reakce. Uvolněné mezibarvivo se napřed dekantuje a na filtru promývá vodou do vymizení chloridových iontů. Produkt se suší při 105 °C do konstantní hmotnosti.

Na přiloženém výkresu je znázorněna křivka závislosti absorpance na koncentraci uhličitane sodného. Analýza byla provedena tak, že do řady zkumavek, kam bylo předem odpipetováno po 5 ml odpadní, převážně dichlorbenzenové kapaliny, byl přidáván postupně po 0,05 ml (0,10, 0,15 ... ml) 2 M roztok uhličitane sodného ve vodě. Po přidavku uhličitane sodného směs roztřepána a filtrována přes papírový filtr. Ve filtrátu sledovat úbytek obsahu 2,5-dichlorbenzen-azo-2-hydroxy-3-naftoové kyseliny spektrofotometricky při 530 nm v dichlorbenzenovém roztoku.

Níže uvedené příklady ilustrují způsob izolace dichlorfenylazohydroxynaftoové kyseliny podle vynálezu.

Příklad 1

Ke 100 l filtrátu po kondenzaci chloridu mezibarviva s 2,5-dichlor-p-fenylendiaminem na azokondenzační červeň, který obsahoval podle analýzy 563 g mezibarviva, bylo přidáno 3,9 litrů 2 molárního roztoku sody ve vodě a rozmícháno. Po sedimentaci potom dichlorbenzenový roztok obsahoval ještě 80,6 g mezibarviva. Z pasty, která obsahovala mezibarvivo, dichlorbenzen, 2,5-dichlor-p-fenyldiamin, sodu, vodu a další nečistoty bylo po promytí alkoholem a vykyselení získáno nakonec 452 g sušiny mezibarviva. Snížení koncentrace organické složky ve filtrátu asi 7-krát.

Příklad 2

Ke 100 l spojených filtrátů po chloridaci o obsahu mezibarviva (podle analýzy a přepočtu) 2685 g/100 litrů bylo přidáno 10 litrů 2 M roztoku uhličitane sodného a po rozmíchání a rozdělení fází byl zbytkový obsah mezibarviva ve filtrátu ještě 735 g/100 litrů. Získané mezibarvivo mělo po izolaci sušinu cca 1900 g. Koncentrace organické složky ve filtrátu poklesla 3,7-krát.

Výhodou způsobu izolace podle vynálezu je, že se zachytí převážná část meziproduktu, která by byla nežádoucím odpadem a lze ji naopak výhodně vrátit do procesu a přitom dosáhnout zlepšení technologického postupu výroby, neboť dichlorbenzenové filtry lze po vysrážení z velké části regenerovat přímo destilačně, aniž by byla nutná filtrace.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob izolace dichlorfenylazohydroxynaftoové kyseliny při přípravě azokondenzačních pigmentů z filtrátů po kondenzaci dichlorfenylazohydroxynaftoylchloridu s fenylendiaminem nebo chlorsubstituovanými fenylendiaminy, i z filtrátů po chloridaci dichlorfenylazohydroxynaftoové kyseliny thionylchloridem nebo fosgenem, popřípadě z nenasyčených roztoků v chlorovaných aro-

matických rozpouštědlech, význačný tím, že k filtrátům nebo roztokům se přidá vodný roztok zásady, výhodně 2 molární roztok uhličitane sodného v množství 0,4 až 5 %, vztaženo na celkovou hmotnost, z vyloučené pasty se potom vyizoluje dichlorfenylazohydroxynaftoová kyselina okyselením a zbylé rozpouštědlo se potom regeneruje výhodně přímo destilací.

