



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

252 919

(11) (B1)

(61)
(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 18 03 86
(21) PV 1877-86 .W

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 113/04

(40) Zveřejněno 12 02 87
(45) Vydáno 1.6.1989

(75)
Autor vynálezu

NOVÝ JIŘÍ ing.,
NĚMEC JAROSLAV ing.,
VIDNER ZDENĚK ing.,
CHMÁTAL VLADIMÍR RNDr. CSc., PARDUBICE

(54) Způsob přípravy stabilizovaných arendiazoniových solí

Způsob přípravy stabilizovaných arendiazoniových solí, zvláště arendiazonium-chlorzinkátu nitrozací a následnou diazotací výchozího aminu za přítomnosti HCl a zinkového prachu tak, že se do roztoku diazoniové soli před izolací vysolením chloridem sodným přidá kyselina vinná v množství 3 až 20 % na objem reakční směsky a vyloučený produkt se odsaje až na požadovaný obsah aktivní látky.

Vynález se týká přípravy stabilizovaných arendiazoniových zvláště arendiazoniumchlorzinkátů přidavkem většího množství kyseliny vinné, citronové nebo obdobných pevných organických kyselin do roztoku před izolací látky.

Stabilizovaná diazoniová sůl je určena pro použití v roztoku spolu s pasivní komponentou a dalšími pomocnými látkami na polev vhodné podložky při výrobě diazografických materiálů.

Již dlouho je vyráběna průmyslově celá řada diazoniových solí stabilizovaných jako chlorzinečnatany a dodávána jako suchá látka, z bezpečnostních důvodů někdy plněna různými anorganickými nebo organickými solemi. Přitom sušení nebo plnění je energeticky, časově i rizikově nejnáročnější částí technologie. Používané diazoniové soli jsou ve většině případů deriváty p-fenylendiaminu, různě substituované na dusíku v poloze k diazoskupině a i různě substituované na benzenovém jádru. Používají se v reprografii na výrobu diazografických materiálů, na výrobu ofsetových desek, pro přípravu světlocitlivých laků a pod. Takto připravené stabilizované diazoniové soli je nutno skladovat na chladných místech, chránit před zvýšenou teplotou a nárazem, protože se při zvýšené teplotě prudce rozkládají. Při výrobě dochází občas k haváriím.

Nyní bylo zjištěno, že přidá-li se po diazotaci výchozího aminu ještě před izolací vysolením dostatečné množství kyseliny vinné nebo jiné pevné organické kyseliny jako např. citronové a pod. vyloučí se diazoniová sůl ve vhodnější formě k izolaci a po odfiltrování koláče na požadovanou sušinu se pasta může skladovat po dlouhou dobu bez sušení. Způsob přípravy stabilizovaných arendiazoniových solí, zvláště arendiazoniumchlorzinkátů nitrací a následnou diazotací výchozího aminu za přítomnosti HCl a zinkového prachu spočívá podle vynálezu v tom, že se do roztoku diazoniové

solí před izolací vysolením chloridem sodným přidá kyselina vinná v množství 3 až 20 % na objem reakční břečky a vyloužený produkt se odsaje na požadovaný obsah aktivní látky. Po jednom roce skladování za normálních podmínek je úbytek aktivní látky pouze několik desetin procenta.

Níže uvedené příklady vymezují, ale neomezují předmět vynálezu.

Příklad 1

Do reaktoru s mícháním a chlazením bylo vneseno 4,41 kyseliny solné konc., 2,7 kg ledu a 2,3 kg N,N-dietylanilinu. Ze zevního chlazení byl v průběhu asi 2 hodin připuštěn roztok 1,1 kg dusitanu sodného, rozpuštěného ve 2 l vody. Teplota byla udržována v rozmezí 5 až 10°C. Postupně bylo k dochlazování přidáno asi 4 kg ledu. Během reakce se začínají vylučovat jemné hnědé krystalky nitrozolátky. Reakční břečka se nechala 1 h vymíchat. Pak bylo přidáno 8,5 l kyseliny solné konc., 5 kg ledu a pomalu vnášeno 2,2 kg zinkového prachu tak, aby se teplota pohybovala v rozmezí 30 až 40°C. Po skončení redukce byl roztok zklerován, ochlazen na 5°C a zdiazotován roztokem 0,9 kg dusitanu sodného, rozpuštěného ve 2 l vody. Po přidání 0,2 kg kyseliny vinné byla diazoniová sůl vysrážena postupným přidáváním 3 kg chloridu sodného. Po vymíchání byla vyizolována filtrací a promytím 20% roztokem chloridu sodného s 10 % kyselinou vinnou.

Izolovaná pasta obsahuje podle způsobu izolace 65 až 80 % aktivní látky při výtěžku kolem 70 % teorie. Po jednom roce skladování za normálních podmínek se obsah aktivní látky nesnížil o více než 0,2 %.

Příklad 2

2,2 kg N,N-dimetylanilinu bylo zpracováno podle příkladu 1. Výtěžek byl 70 až 75 % teorie při cca 70 % aktivní látky v pastě.

Příklad 3

252 919

2,4 kg N-etyl-N-hydroxyetylanilinu bylo zpracováno podle příkladu 1. Výtěžek byl 66-75 % teorie při obsahu cca 75 % aktivní látky v pastě.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy stabilizovaných arendiazoniových solí, zvláště arendiazoniumchlorzinkátu nitrozací a následnou diazotací výchozího aminu za přítomnosti HCl a zinkového práchu, vyznačený tím, že se do roztoku diazoniové soli před izolací vysolením chloridem sodným přidá kyselina vinná v množství 3 až 20 % na objem reakční břečky a vyloučený produkt se odsaje až na požadovaný obsah aktivní látky.