



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

203377

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 09 B 29/15

/22/ Přihlášeno 16 05 79
/21/ /PV 3347-79/

(40) Zveřejněno 31 03 80

(45) Vydáno 15 10 82

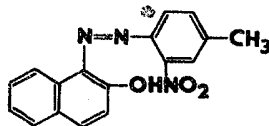
(75)

Autor vynálezu

KMONÍČKOVÁ SVĚTLA ing., BUKOVKA, ČERMÁK JIŘÍ ing. CSC.,
VÁŇA JAROSLAV ing. CSC., PARDUBICE a VODÁK JOSEF ing., SLATIŇANY

(54) Způsob přípravy 1-(1'-methyl-3'-nitrobenzenazo)-2-naftolu

Vynález se týká způsobu přípravy 1-(1'-methyl-3'-nitrobenzenazo)-2-naftolu vzorce I



/I/

v kyselém prostředí, které umožňuje elektrochemickou indikaci diazolatky v reakční směsi a tím i regulaci procesu kopulace.

Sloučenina vzorce I představuje nerozpustný azopigment používaný k přípravě tiskových barev, olejových nátěrů apod.

Syntéza spočívá v kopulaci 3-nitro-4-toluendiazoniumchloridu s 2-naftolem. Dle dosavadního postupu se 3-nitro-4-toluidin diazotuje v prostředí kyseliny chlorovodíkové při 0 °C 2,5 N roztokem dusitanu sodného a vzniklý roztok diazosloučeniny se zkléruje karborafinem. Roztok azokomponenty se připraví rozpuštěním 2-naftolu za přídavku hydroxidu sodného za zvýšené teploty. Kopulace se provede připuštěním roztoku diazoniové soli při pH 8 až 10. Průběh kopulace se sleduje indikací přebytku diazosloučeniny kapkovou reakcí s alkalickým roztokem R-solí nebo H-kyselin na papíře. Uvedená indikace není nejpřesnější a svou náročností vyhovuje částečně pouze pro násoadový neautomatizovaný proces výroby. K získání předpokladů pro automatizaci výroby je nutné nahradit dosavadní způsob indikace diazolatky některou fyzikální metodou, jako například polarografickou nebo potenciometrickou, jejichž použití je však dáno citlivostí elektrod na diazoniovou sůl v závislosti na pH.

Nevýhodou dosavadního způsobu přípravy pigmentu je alkalické prostředí o pH vyšším než 7, při kterém je značně snížena nebo úplně znemožněna funkce elektrod a nelze indikovat diazosloučeninu v reakční směsi během kopulace. V důsledku toho je znemožněna automatická regu-

lace průběhu reakce. Vzhledem k tomu, že 1-/1'-methyl-3'-nitrobenzenazo/-2-naftol patří k pigmentům, jejichž výroba vzrůstá, jeví se nezbytným sledovat možnosti optimalizace a automatizace jeho výroby, což není možné s dosavadním způsobem indikace diazosloučeniny.

Nyní byl nalezen způsob přípravy 1-/1'-methyl-3'-nitrobenzenazo/-2-naftolu diazotací 3-nitro-4-toluidinu v prostředí kyseliny solné a kopulací 3-nitro-4-toluendiazoniumchloridu pro přečištění s 2-naftolem, který spočívá podle tohoto vynálezu v tom, že se roztok 3-nitro-4-toluendiazoniumchloridu připouští podle elektrochemické indikace za stálé regulace pH na hodnotu 4,5 až 6,5 k suspenzi 2-naftolu o hodnotě pH 5,4 až 5,6 při teplotě 10 až 40 °C, kopulační směs se po skončení reakce zfiltruje a získané azobarvivo se promyje vodou a vysuší.

Kopulace se provádí tak, že se 2-naftol rozpustí ve vodě za přídavku hydroxidu sodného při teplotě 40 °C. Koncentrace pH se upraví kyselinou octovou nebo zředěnou kyselinou octovou na hodnotu 4,5 až 6,5, s výhodou 5,5. K jemné suspenzi azokomponenty se při teplotě 10 až 40 °C, s výhodou 20 °C, připouští roztok diazosloučeniny podle údajů elektrochemického čidla, které ve spojení s automatickou regulací zaručuje její optimální hodnotu v reakční směsi. Současně se regulátorem pH upravuje prostředí použitím 2,5 - 10 N roztokem NaOH, s výhodou 10 N na hodnotu pH 4,5 až 6,5, s výhodou 5,5. Tímto způsobem je zaručen optimální průběh reakce, která je po připuštění odpovídajícího objemu diazolátky ukončena za 8 až 12 minut. Suspenze pigmentu se zahřeje na 70 až 80 °C, zfiltruje, promyje vodou do vymizení reakce na chloridové ionty a usuší při 70 až 90 °C.

Postup podle vynálezu poskytuje 1-/1'-methyl-3'-nitro-benzenazo/-2-naftol s výtěžkem 98 až 99 %, což je o 3 až 4 % více než dosavadní postup, dále má pigment dobré koloristické vlastnosti a obsah 2-naftolu do 1 %.

Následující příklad uvádí způsob přípravy podle vynálezu. Není-li uvedeno jinak, rozumějí se ve všech případech díly hmotové.

P ř í k l a d

A. Diazotace 3-nitro-4-toluidinu

77,52 d 3-nitro-4-toluidinu se vnese za míchání do 360 d 5 N HCl a zředí se 216 d vody. Suspenze diazokomponenty se ochladí na 0 °C a diazotuje postupným přidáváním 120 d 5 N roztoku dusitanu sodného. Po ukončení reakce se přidá 1,5 g karborafinu a suspenze se po 5 minutách zfiltruje.

B. Kopulace

Do kádinky se předloží 5 150 d vody a 65 d 10 N NaOH a v uvedeném roztoku se rozpustí při 40 °C 72 d 2-naftolu, který se vysráží 31 d kyseliny octové. K vzniklé suspenzi azokomponenty o pH 5,4 až 5,6 a teplotě 20 °C se postupně dává roztok diazosloučeniny podle potenciometrické indikace spojené s regulací. pH reakční směsi se udržuje na hodnotě 5,2-5,5 přídavkem 10 N roztoku NaOH. Po ukončení kopulací /ca 12 minut/ se suspenze pigmentu, která je téměř bez pěny, zahřívá po dobu 15 min na 75 °C a pak zfiltruje. Po promytí koláče a jeho vysušení se získá 150,6 d červeného pigmentu.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy 1-/1'-methyl-3'-nitrobenzenazo/-2-naftolu diazotací 3-nitro-4-toluidinu v prostředí kyseliny solné a kopulací vzniklého 3-nitro-4-toluendiazoniumchloridu po přečištění s 2-naftolem, vyznačený tím, že se roztok 3-nitro-4-toluendiazoniumchloridu připouští podle elektrochemické indikace za stálé regulace pH na hodnotu 4,5 až 6,5 do suspenze 2-naftolu o hodnotě pH 5,4 až 5,6 při teplotě 10 až 40 °C, kopulační směs se po skončení reakce zfiltruje a získané azobarvivo se promyje vodou a vysuší.