



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

225037

(11) (B1)

(22) Přihlášeno 13 04 82
(21) (PV 2594-82)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 161/06

(40) Zveřejněno 27 05 83

(45) Vydáno 15 02 86

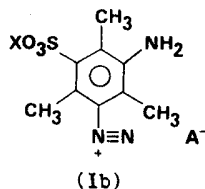
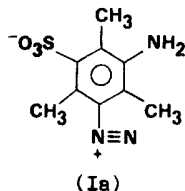
(75)
Autor vynálezu

HORYNA JAROSLAV ing., JENÍKOVICE, KOHOUTEK VÁCLAV ing., PARDUBICE

(54) Diazoniové soli odvozené od 2,4-diamino-1,3,5-trimetylbenzen-6-sulfonové kyseliny, jejich soli a způsob přípravy

1

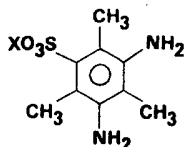
Vynález se týká diazoniových solí odvozených od 2,4-diamino-1,3,5-trimetylbenzen-6-sulfonové kyseliny, charakterizovaných obecným vzorcem Ia, případně Ib,



kde A⁻ značí aniont silné kyseliny, X je H nebo kationt, a způsobu jejich přípravy selektivní diazotací příslušné diaminosloučeniny.

V dostupné literatuře není popsána žádná ze sloučenin obecného vzorce Ia, popřípadě Ib, takže se jedná o nové sloučeniny.

Předmětem tohoto vynálezu jsou tudíž sloučeniny obecného vzorce Ia, resp. Ib, a dále způsob jejich přípravy, spočívající v tom, že se vzájemně působí sloučeninami obecného vzorce II,



kde X má výše uvedený význam, a diazotačními činidly, jichž se použije množství ekvivalentní jedné aminoskupině, a případně za přítomnosti přísad usnadňujících diazotaci.

Ze sloučenin, definovaných obecným vzorcem II, jsou vhodné např. 2,4-diamino-1,3,5-trimetylbenzen-6-sulfonan sodný, draselný, amonný, hořečnatý, vápenatý, barnatý, ale diazotaci podléhají i méně obvyklé soli, jako např. sulfonan lithný, zinečnatý, hlinitý a prakticky všechny soli odvozené od 2,4-diamino-1,3,5-trimethylbenzen-6-sulfonové kyseliny vykazující patrnější rozpustnost ve vodě a zředěných kyselinách. Pro diazotaci lze použít i 2,4-diamino-1,3,5-trimethylbenzen-6-sulfokyselinu, která vytváří vnitřní sůl málo rozpustnou ve vodě a zředěných kyselinách; v těchto případech je výhodné diazotovat suspenze jemně rozptýlené vnitřní soli.

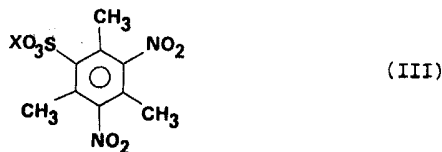
Diazotace sloučenin obecného vzorce II lze provádět v širším rozmezí teplot než je běžné, neboť vznikající diazoniové sloučeniny vytvářejí stabilní soli buď vnitřní nebo s přidanými silnými kyselinami (či jinými známými stabilizátory).

Z diazotačních činidel lze vedle běžných dusitanů použít méně obvyklé organické nitrity, nitrozní plyny, nitrosylsírovou kyselinu apod.

Kyselé prostředí při diazotaci lze docílit použitím kyselin chlorovodíkové, sírové, chloristé, fosforečné, benzensulfonové, toluensulfonové, naftalenmono- a -disulfonových apod.

Podle tohoto vynálezu lze sloučeniny obecného vzorce Ia, resp. Ib připravovat i tak, že se směs sloučenin obecného vzorce II, diazotačních činidel a alkalicky reagujících přísad přidává ke kyselinám.

Ekonomicky výhodný je způsob přípravy, kdy se navzájem působí reakční směsí, získanou po redukci sloučenin obecného vzorce III,



kde X má výše uvedený význam, a diazotačními činidly.

Nové diazoniové sloučeniny, připravované postupy podle tohoto vynálezu, lze v technické praxi používat ve formě roztoků či suspenzí, s výhodou jako reakční směsi vycházející z diazotace, nebo se izolují v pevné formě a použijí se jako takové.

Nové diazoniové sloučeniny, charakterizované vzorci Ia a Ib, mohou nalézt uplatnění v oboru dehtových barviv, meziproduktů, léčiv, případně i v agrochemii.

P ř í k l a d 1

Do 120 ml vody se za míchání vnese 200 g pasty 2,4-diamino-1,3,5-trimethylbenzen-6-sulfonové kyseliny obsahující 60 g 100% látky (0,26 mol) a rozpustí se pomocí 26,5 ml roztoku hydroxidu sodného o koncentraci c (NaOH) = 10 mol/l (0,265 mol). Roztok se doplní vodou na objem 400 ml. Za míchání se přidá najednou 156 ml kyseliny chlorovodíkové o koncentraci c (HCl) = 5 mol/l (0,78 mol), suspenze se ochladí vhozením 300 g ledu na teplotu 5 °C, načež se během 30 min rovnoměrně přidává 104 ml roztoku dusitanu sodného o koncentraci c (NaNO₂) = 2,5 mol/l (0,26 mol) tak, aby teplota nepřestoupila 5 °C a acidita reakční směsi byla nižší než pH 3. Získá se světle žlutá suspenze, obsahující 0,25 mol 2-diazonium-4-amino-1,3,5-trimethylbenzen-6-sulfonátu a 0,01 mol tetrazoniové soli jako nečistoty.

P ř í k l a d 2

Smísí se 180 ml kyseliny chlorovodíkové o koncentraci $c(\text{HCl}) = 5 \text{ mol/l}$ (0,9 mol) a 720 g ledové tříště a za intenzivního míchání se ke směsi souběžně připouští 120 ml vodného roztoku dusitanu sodného o koncentraci $c(\text{NaNO}_2) = 2,5 \text{ mol/l}$ (0,3 mol NaNO_2) a 460 ml vodného roztoku 2,4-diamino-1,3,5-trimetylbenzen-6-sulfonové kyseliny o koncentraci 150 g/l (0,3 mol 100% látky), připraveného obdobným způsobem jako v příkladu 1. Směšování se provádí při teplotě do 5°C v průběhu 30 min za stálé kontroly kongo kyselé reakce.

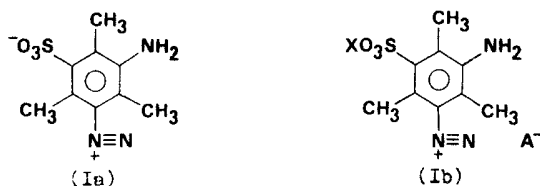
Získá se světle žlutá suspenze, v níž je obsaženo 0,295 mol 2-diazonium-4-amino-1,3,5-trimetylbenzen-6-sulfonátu s malým množstvím nečistot.

P ř í k l a d 3

Roztok 2,4-diamino-1,3,5-trimetylbenzen-6-sulfonanu sodného získaný po vysrážení železitých kalů z Béchampovy redukce 2,4-dinitro-1,3,5-trimetylbenzen-6-sulfonové kyseliny v koncentraci 125 g/l (vztaženo na volnou kyselinu) se diazotuje způsobem jako v příkladu 2; získá se suspenze diazoniové sloučeniny shodné kvality.

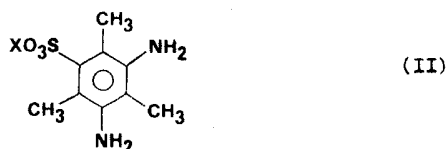
P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Diazoniové soli odvozené od 2,4-diamino-1,3,5-trimetylbenzen-6-sulfonové kyseliny a jejich soli, charakterizované obecným vzorcem Ia, resp. Ib



kde A^- značí aniont silné kyseliny, X je H nebo kationt.

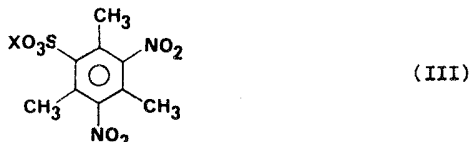
2. Způsob přípravy sloučenin obecného vzorce Ia, resp. Ib, podle bodu 1, vyznačený tím, že se vzájemně působí kyseliny obecného vzorce II,



kde X má výše uvedený význam a diazotačními činidly, jichž se použije množství ekvivalentní jedné aminoskupině a případně za přítomnosti přísad usnadňujících diazotaci.

3. Způsob podle bodu 2, vyznačený tím, že se směs sloučenin obecného vzorce II, diazotačních činidel a alkalicky reagujících přísad přidává ke kyselinám.

4. Způsob podle bodů 2 a 3, vyznačený tím, že se navzájem působí reakční směsí, získanou po redukcí sloučenin obecného vzorce III,



kde X má výše uvedený význam, a diazotačními činidly.