

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

210300
(11) (B₁)

(22) Přihlášeno 13 10 80

(21) (PV 6916-80)

(40) Zveřejněno 30 04 81

(45) Vydáno

(51) Int. Cl.³
C 09 B 62/09

{75}

Autor vynálezu

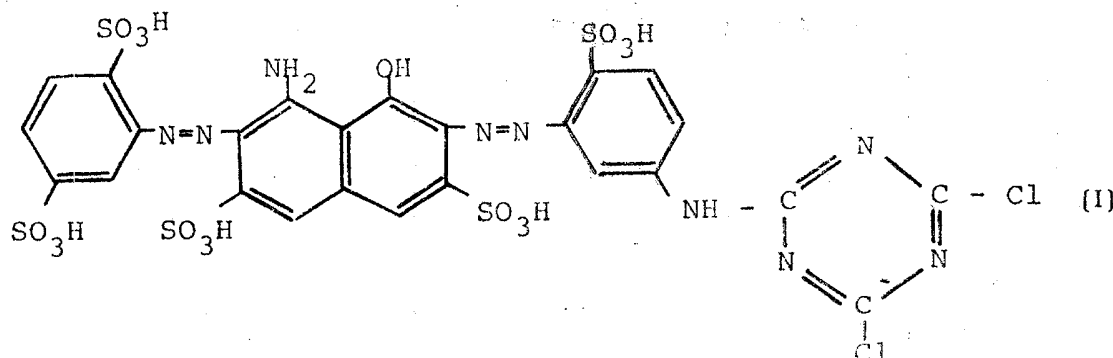
ŠINDELÁŘOVÁ HELENA ing., PARDUBICE

(54) Způsob přípravy dichlortriazinového reaktivního barviva

Vynález se týká zlepšeného způsobu přípravy dichlortriazinového reaktivního barviva, při němž dochází ke zvýšení výtěžku až o 25 % a zkrácení doby přípravy o jednu třetinu. Postup spočívá v kopulaci diazoniové soli anilin-2,5-disulfonové kyseliny, která se přidá v přítomnosti minerální kyseliny k suspenzi 1-amino-hydroxynaftalen-3,6-disulfonové kyseliny, do vzniklého monoazobarviva se postupně dává diazoniová sůl kondenzačního produktu, který se souběžně připraví přidáním roztoku m-fenylendiamin-sulfonové kyseliny v prostředí minerální kyseliny k suspenzi kyanurchloridu, po skončené kondenzaci se přidá po neutralizaci roztok dusitanu sodného a vzniklá směs se přikape do kyseliny solné, po skončené kopulaci se získané barvivo izoluje vysolením.

Vynález se týká zlepšení způsobu přípravy dichlortriazinového reaktivního barviva vzorce I.

Uvedené nedostatky řeší zlepšený postup způsobu přípravy dichlortriazinového reaktivního barviva kopulací diazotované aniliny



Známy postup přípravy dichlortriazinového reaktivního barviva vzorce I spočívá v tom, že se k diazoniové soli anilin-2,5-disulfonové kyseliny přidá při 10 až 15 °C sodná sůl 1-amino-8-hydroxynaphthalen-3,6-disulfonové kyseliny. Kopulace se provádí v přítomnosti minerální kyseliny a je ukončena po hodinovém míchání reakční směsi. Reakční směs se zneutralizuje na pH 7 a po ochlazení ledem na 5 °C se k roztoku azobarviva přidá diazoniová sůl kondenzačního produktu m-fenylendiaminsulfonové kyseliny s kyanurchloridem. Kondenzace m-fenylendiaminsulfonové kyseliny s kyanurchloridem se provádí většinou tak, že se do předloženého roztoku m-fenylendiaminsulfonové kyseliny vnese za chlazení na 2 až 8 °C kyanurchlorid a míchá se do vymizení aminu. Po skončené kopulaci se barvivo vyloučí přidáním chloridu sodného a izoluje se filtrací.

Nevýhody uvedeného postupu spočívají v tom, že při připouštění roztoku sodné soli 1-amino-8-hydroxynaphthalen-3,6-disulfonové kyseliny k diazoniové soli anilin-2,5-disulfonové kyseliny vzniká vzhledem k přebytku aktivní komponenty velké množství disazobarviva. Úměrně k množství vzniklého disazobarviva zůstává v barvivo nezkopulovaná 1-amino-8-hydroxynaphthalen-3,6-disulfonová kyselina. Z ní při další syntéze vzniká červené reaktivní barvivo, které posouvá odstín finálního dichlortriazinového barviva do červeného. Kopulace takto provedená probíhá značně pomalu s výtěžkem max. 85 %.

Při kondenzaci m-fenylendiaminsulfonové kyseliny s kyanurchloridem postupem, který je běžný u většiny aminů, se získá produkt, který kromě žádaného kondenzátu obsahuje bis-derivát ve značném množství, až 15 až 20 %.

Při diazotaci kondenzátu postupem běžným u většiny aminů, to znamená připouštění roztoku dusitanu sodného do roztoku minerálně kyselého aminu, trvá diazotace 8 hodin a nedochází ke kvantitativnímu zreagování.

disulfonové kyseliny se sodnou solí hydroxynaphthalendisulfonové kyseliny a následnou kopulací s diazotovaným kondenzačním produktem m-fenylendiaminsulfonové kyseliny s kyanurchloridem, který podle tohoto vynálezu spočívá v tom, že se sodná sůl 1-amino-8-hydroxynaphthalen-3,6-disulfonové kyseliny vykyslí roztokem kyseliny solné na pH 2, ke vzniklé suspenzi se přidá postupně diazoniová sůl anilin-2,5-disulfonové kyseliny a pH kopulačního roztoku se udržuje na hodnotě 2 až 2,5 připouštěním roztoku uhlíkatu sodného, do vzniklého monoazobarviva se postupně dává diazoniová sůl kondenzačního produktu, který se souběžně připraví přidáním roztoku m-fenylendiaminsulfonové kyseliny v prostředí minerální kyseliny k suspenzi kyanurchloridu, po skončené kondenzaci se po neutralizaci přidá roztok dusitanu sodného a vzniklá směs se přikape do kyseliny solné, přičemž výsledné barvivo se po skončené kopulaci izoluje vysolením.

Při fázi přípravy monoazobarviva postupem podle tohoto vynálezu se získá barvivo ve výtěžku 95 % s obsahem disazobarviva max. 1 %, přičemž prakticky veškerá pasivní komponenta zreaguje.

Při přípravě kondenzačního produktu m-fenylendiaminsulfonové kyseliny s kyanurchloridem postupem podle vynálezu, to znamená postupným vnášením roztoku m-fenylendiaminsulfonové kyseliny do připravené suspenze kyanurchloridu ve směsi vody a ledu za přidavku smáčedla, se získá jednotná výsledná látka.

Diazotace se v postupu podle vynálezu provádí nepřímým způsobem, po otupení minerální kyseliny se k suspenzi přidá dusitan sodný a tato směs se připouští po chlazení do 5 N kyseliny solné. Takto proběhne diazotace kvantitativně za 3 hodiny a nenastávají boční reakce.

Při studiu stability diazoniové soli kondenzačního produktu bylo zjištěno, že již při pH 6 dochází k rozkladu diazoniové soli. Jelikož kopulace diazoniové soli kondenzač-

ního produktu na azobarvivo probíhá až v neutrálním prostředí, bylo nutné přidávat diazoniovou sůl k azobarvivu rychlostí její kopulace, aby docházelo primárně ke kopulaci, a ne k rozkladu.

Postupem podle vynálezu byl zvýšen výtěžek finálního barviva o 25 % a doba přípravy se zkrátila o jednu třetinu.

Příklad provedení

25,3 dílu 1-aminobenzen-2,5-disulfonové kyseliny se rozpustí ve 100 dílech vody za přidavku 2,5 N NaOH na hodnotu pH 8. Aminolátka se vyloučí z roztoku vykyselením 5 N HCl. Suspenze se ochladí na 5 °C a přikape se k ní ekvivalentní množství 2,5 N roztoku dusitanu sodného. Po ukončené diazotaci, která trvá cca 1 hodinu, se suspenze diazoniové soli přikape během 1/2 hodiny k suspenzi H-kyseliny, připravené rozpuštěním 31,9 dílu H-kyseliny v 300 dílech vody za přidavku 2,5 N NaOH (pH 7) a vykyselením 5 N HCl na pH 1,5. Kopulace probíhá v silně kyselém prostředí cca 3 hodiny, načež se upraví pH na 6,5 přikapáním 2,5 N Na₂CO₃. Na takto připravené monoazobarvi-

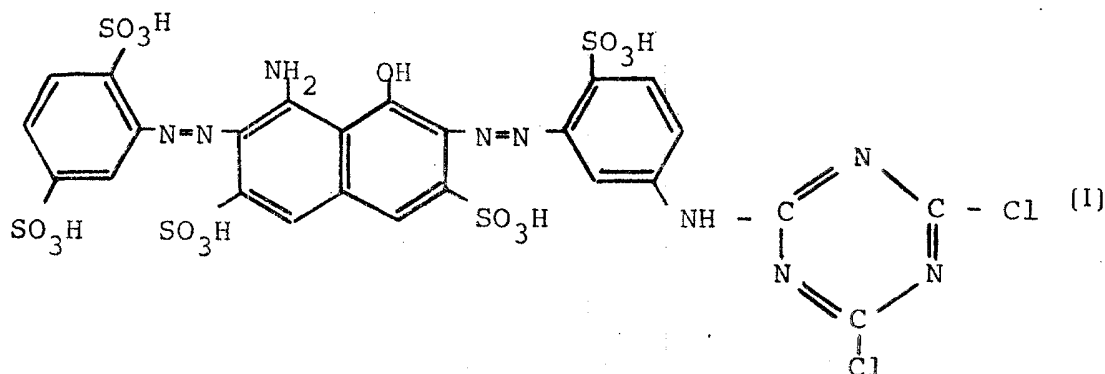
vo se kopuluje diazoniová sůl kondenzačního produktu m-fenylendiaminsulfonové kyseliny s kyanurchloridem, připravená následovně:

21,1 dílu m-fenylendiaminsulfonové kyseliny se rozpustí za míchání ve 170 dílech vody. Připravený roztok se přikape k suspenzi 18,4 dílu kyanurchloridu, rozmíchané ve 200 g ledové tříště, za přidavku Spolionu 8. Kyanurace probíhá v kyselém prostředí cca 4 hodiny při teplotě 3 až 5 °C. Po neutralizaci kondenzačního produktu roztokem sody na pH 6 se přidá k suspenzi 40 dílů 2,5 N NaNO₂ a přikape se k ní 120 dílů 5 N HCl. Diazotace probíhá při cca 5 °C cca 3 hodiny. Po vymizení aminolátky se diazoniová sůl připustí k shora připravenému monoazobarvivu. PH během kopulace se udržuje na hodnotě 6 a teplota 6 až 8 °C. Po proběhlé kopulaci se roztok disazobarviva zkléruje za přidavku křemeliny a vysolí se 25 díly NaCl na objem barviva (1500 dílů). Pasta barviva se rozpustí ve vodě, přidá se k ní neutrální roztok fosforečnanu sodného a usuší se na rozprašovací sušárně.

Tímto postupem se získá barvivo vydatného odstínu ve vysokém výtěžku.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy dichlortriazinového reaktivního barviva vzorce I



žuje na hodnotě 2 až 2,5 připouštěním roztoku uhličitanu sodného, do vzniklého mono-

azobarviva se postupně dávkuje diazoniová sůl kondenzačního produktu, který se souběžně připraví přidáním roztoku m-fenylendiaminsulfonové kyseliny v prostředí minerální kyseliny k suspenzi kyanurchloridu, po skončené kondenzaci se po neutralizaci přidá roztok dusitanu sodného a vzniklá směs se přikape do kyseliny solné, přičemž výsledné barvivo se po skončené kopulaci izoluje vysolením.