



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

226 789

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 01 07 82
(21) PV 5005-82

(51) Int. Cl.³ C 07 C 113/04
C 07 C 79/10

(40) Zveřejněno 29 07 83
(45) Vydáno 01 08 85

(75)
Autor vynálezu VANC VÁCLAV RNDr., ing., SKOROTICE,
VÍTĚZSLAV HANOUSEK ing., ÚSTÍ NAD LABEM

(54) Způsob přípravy 2-kyan-4-nitrobenzendiazoniumsulfátu

1

Vynález se týká přípravy 2-kyan-4-nitrobenzendiazoniumsulfátu vzorce



který se používá jako aktivní komponenta při kopulaci některých disperzních azobarviv.

Příprava této komponenty se provádí diazotací 2-kyan-4-nitroanilínu, který se chová jako velmi slabá zásada, takže je nutno provádět jeho diazotaci v koncentrované kyselině. Známým technickým postupem diazotace slabě zásaditých aminů je vnášení suché, jemně rozemleté zásady do předloženého roztoku kyseliny nitrosylsírové v přebytku koncentrované kyseliny sírové.

Nevýhodou tohoto postupu je nutnost použití značného přebytku koncentrované kyseliny sírové pro poměrně špatnou rozpustnost 2-kyan-4-nitroanilínu, jehož zanášení do nitrosylsírové kyseliny je ztíženo vysokou specifickou hmotností předložených kyselin. Prášek vnášení aminu zůstává v důsledku toho i při dobrém míchání na hladině, stržením pod hladinu vytváří hrubé žmolky uvnitř suché, obalené lepivou a slizovitou vrstvou, v důsledku čehož není dokonale prodiazotování veškerého aminu ani po 24 hodinách míchání prakticky skončeno.

Tyto nevýhody řeší způsob přípravy 2-kyan-4-nitrobenzendiazoniumsulfátu diazotací 2-kyan-4-nitroanilínu podle vynálezu tím, že se diazotace do kyseliny nitrosylsírové, rozpuštěné v kyselině sírové, vnáší suchý prášek 2-kyan-4-nitroanilínu současně s 0,1 až 10 %

kyselého nebo normálního uhličitanu alkalického kovu a/nebo uhličitanu amonného, vztaženo na hmotnost 2-kyan-4-nitroanilínu. V roztoku kyseliny nitrosylsírové v kyselině sírové připadá na 140 g kyseliny nitrosylsírové 900 až 1 200 g kyseliny sírové a suchý prášek 2-kyan-4-nitroanilínu se s výhodou před diazotací zhomogenizuje s použitým uhličitanem.

Výhody postupu podle vynálezu spočívají v odstranění tvorby uzavřených shluků nediazotované zásady. Diazotace probíhá za těchto okolností natolik hladce, že je možno doposud užívané množství 1 200 až 1 500 g koncentrované kyseliny sírové na 1 mol použité zásady snížit až na 900 g. Během 1 až 4 hodin se získá dokonale prodiazotovaný produkt, beze zbytku rozpustný v ledové vodě a schopný kopulace s vhodnými pasivními komponentami k získání azobarviv ve vysokém výtěžku.

Příklad

Do 230 g koncentrované kyseliny sírové se vnáší 14 g bezvodé, jemně rozetřené dusičnanu sodného za případného přihřátí na 65 až 70 °C do úplného rozpuštění. Vzniklá nitrosylsírová kyselina se ochladí na 0 až 5 °C, do které se během 1/2 až 1 hod. vnáší 32,6 g 2-kyan-4-nitroanilínu jemně rozemletého se dokonale promíchá s 3 % kyselého uhličitanu sodného tak, aby teplota nepřestoupila 10 °C se míchá ještě 2 hodiny, kdy kapka odebraného vzorku se rozpustí v malém množství ledové vody beze zbytku. Reakční směs nalitá opatrně na 800 g ledu dává bledě žlutý roztok diazoniové sloučeniny, kterou lze ihned zpracovat s pasivní komponentou na příslušné azobarvivo.

P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob přípravy 2-kyan-4-nitrobenzondiazoniumsulfátu diazotací 2-kyan-4-nitroanilínu, vyznačený tím, že se do kyseliny nitrosylsírové, rozpuštěné v kyselině sírové, vnáší suchý prášek 2-kyan-4-nitroanilínu současně s 0,1 až 10 % kyselého nebo normálního uhličitanu alkalického kovu a/nebo uhličitanu amonného, vztaženo na hmotnost 2-kyan-4-nitroanilínu.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že v roztoku kyseliny nitrosylsírové v kyselině sírové připadá na 140 g kyseliny nitrosylsírové 900 až 1 200 g kyseliny sírové.
3. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se suchý prášek 2-kyan-4-nitroanilínu před diazotací s použitým uhličitanem zhomogenizuje.