

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA

(19)



ORAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

228469

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³
C 09 B 29/08

(22) Přibláženo 01 07 82
(21) [PV 5002-82]

(40) Zveřejněno 15 09 83

(45) Vydáno 15 07 86

(75)

Autor vynálezu

VANC VÁCLAV RNDr. ing., HABROVICE, SMETANA KAREL,
ÚSTÍ nad Labem

(54) Způsob přípravy azobarviva

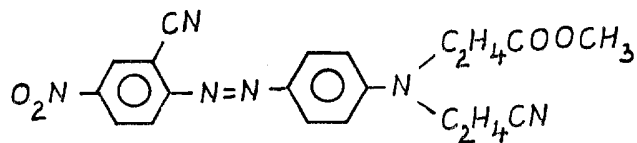
1

2

Účelem vynálezu bylo zvýšení výtěžku kopoluce při výrobě 2-kyan-4-nitro-4'-[(N-metoxycarbonyletyl-N-kyan-etyl)-amino]-1,1'-azobenzenu.

Účelu bylo dosaženo vedením reakce tak, že se N-metoxycarbonyletyl-N-kyanetylanilin připouští do vodné předlohy diazoniové soli, připravené diazotací 2-kyan-4-nitroanilinu s kyselinou nitrosylsírovou, jejíž přítok zpočátku předchází, avšak končí současně nebo zůstává v malém zpoždění za přítokem pasivní komponenty.

Vynález se týká způsobu přípravy 2-kyan-4-nitro-4'-[(N-methoxykarbonyletyl-N-kyanetyl)-amino]-1,1'-azobenzenu vzorce



kopulací 2-kyan-4-nitrobenzondiazoniumsulfátu s N-metoxycarbonyletyl-N-kyanetylanilinem, který po finální úpravě disperzním mletím slouží jako komerční barvivo.

Doposud se předmětné barvivo připravuje tak, že se roztok diazoniové soli, připravené diazotací 2-kyan-4-nitroanilinu kyselinou nitrosylsírovou, rozpuštěnou v koncentrované kyselině sírové, nechá přitéci na předložený led a k takto vzniklému vodnému roztoku diazoniové soli se připoustí při teplotě 0 až 5 °C pomalu N-metoxycarbonyletyl-N-kyanetylanilin.

Nevýhodou tohoto postupu je nízký výtěžek barviva vzniklého kopulací, způsobený tím, že diazoniová sůl 2-kyan-4-nitroanilinu se ve vodném prostředí i při nízké teplotě poměrně rychle rozkládá.

Nyní bylo nalezeno, že tento nedostatek odstraňuje způsob přípravy azobarviva 2-kyan-4-nitro-4'-[(N-metoxycarbonyletyl-N-kyanetyl)-amino]-1,1'-azobenzenu kopulací 2-kyan-4-nitrobenzondiazoniumsulfátu s N-metoxycarbonyletyl-N-kyanetylanilinem, podle vynálezu tím, že se kopulace provádí připuštěním buď surového produktu pasivní komponenty nebo čistého destilovaného produktu, připraveného podle AO č. 186 950, rozpuštěných v kyselině octové nebo chlorovodíkové, do vodné předlohy diazoniové soli aktivní komponenty, jejíž přítok zpočátku předchází, avšak končí současně nebo zůstává v malém zpoždění za přítokem pasivní komponenty. Pasivní komponentu lze s výhodou přilévat do předlohy vodného roztoku aktivní komponenty s ledem tak, aby kyselost kopulačního prostředí neklesla na pH 2, teplota vodného roztoku diazoniové soli se při připouštění koncentrované diazotační směsi do předlohy a během kopulace udržuje na -18 ° až 0 °C a přítok diazotační směsi aktivní komponenty v koncentrované kyselině sírové na předložený led nepřekročí dobu 10 minut.

Výhody postupu podle vynálezu spočívají ve vyšším výtěžku kopulace, neboť diazoniová sůl 2-kyan-4-nitroanilinu je v prostředí koncentrované kyseliny sírové dosti stálá. Pro dobrý průběh je vhodné samostatné rozpuštění slabě zásadité pasivní komponenty v kyselině chlorovodíkové ještě před kopu-

lací, případně při špatné rozpustnosti surového produktu pasivní komponenty rozpuštěné v kyselině octové.

Příklad 1

Do 230 g koncentrované kyseliny sírové se vnáší 14 g bezvodého, jemně rozetřeného dusitanu sodného za případného přehřátí na 65 až 70 °C do úplného rozpuštění. Vzniklá nitrosylsírová kyselina se ochladí na 0 — 5 °C, do které se během 1/2 až 1 hodiny vnáší 32,6 g 2-kyan-4-nitroanilinu jemně rozemletého a dokonale promíchaného s 3 % kyselého uhlíčitanu 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.

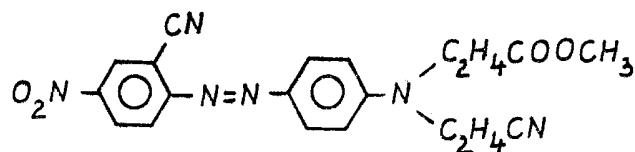
Diazotační směs 2-kyan-4-nitroanilinu se připouští co nejrychleji za dobrého míchání do předlohy 800 g ledu tak, aby teplota nepřestoupila 0 °C. Současně s malým zpožděním, jakmile je 10 až 25 % celkového množství koncentrované diazotační směsi v předloze, připustí se ledový roztok pasivní komponenty, připravený ze surového nebo destilovaného produktu připraveného podle AO č. 186 950 v množství odpovídajícím podle analýzy obsahu 46,4 g N-(w-metoxycarbonyletyl)-N-(w-kyanetyl)-anilinu, rozpuštěním ve 100 g ledu z 80 g 32% kyseliny chlorovodíkové. Toto připouštění provede se tak, aby pasivní komponenta byla již všechna v předloze ještě před přítokem poslední části diazoniové sloučeniny. Při teplotě -15 až 0 °C je kopulace zpravidla během 1 až 2 hodin ukončena. Po zředění vodou na 2500 až 3000 ml se zfiltruje a promyje vodou do neutrální reakce. Pasta pigmentu se dále zpracuje finální úpravou, běžně prováděnou u disperzních barviv.

Příklad 2

46,4 g [N-(W-metoxycarbonyletyl)-N-(w-kyanetyl)-anilinu se rozpustí ve 168 g kyseliny octové. Tento roztok se připouští do předlohy ledu s aktivní komponentou, kopuluje a dále zpracuje jak je uvedeno v příkladu 1.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob přípravy azobarviva 2-kyan-4-nitro-4'-[(N-metoxykarbonyletyl-N-kyan-etyl)-amino]-1,1'-azobenzenu vzorce



kopulací 2-kyan-4-nitrobenzendiazoniumsulfátu s N-metoxykarbonyletyl-N-kyanetylanilínem, vyznačený tím, že se kopulace provádí připuštěním surové pasivní komponenty, případně čisté destilované rozpuštěné v kyselině octové nebo chlorovodíkové, do vodné předlohy diazoniové soli aktivní komponenty, jejíž přítok zpočátku předchází, avšak končí současně nebo zůstává v malém zpoždění za přítokem pasivní komponenty.

2. Způsob přípravy azobarviva podle bodu 1 vyznačený tím, že se pasivní komponenta přilévá do předlohy vodného roztoku aktiv-

ní komponenty s ledem tak, aby kyselost kopulačního prostředí neklesla nad pH 2.

3. Způsob přípravy azobarviva podle bodu 1 vyznačený tím, že se teplota vodného roztoku diazoniové soli při připouštění koncentrované diazotační směsi do předlohy a během kopulace udržuje na -18 až 0°C .

4. Způsob přípravy azobarviva podle bodu 1 vyznačený tím, že přítok diazotační směsi aktivní komponenty v koncentrované kyselině sírové na předložený led nepřekračuje dobu 10 minut.