



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

206 962

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 22 09 79
(21) PV 6392-79

(51) Int. Cl.³ C 07 D 251/44

(40) Zveřejněno 15 09 80
(45) Vydáno 01 11 83

(75)

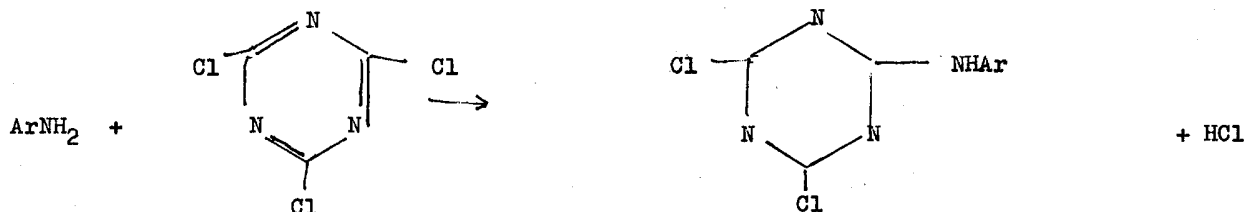
Autor vynálezu KOHOUTEK VÁCLAV ing. a JARKOVSKÝ JIŘÍ ing.CSc., PARDUBICE

(54) Způsob přípravy 1-(3', 5'-dichlor-2', 4', 6'-triazinylamino)-4-(4'-amino-3'-sulfo-9, 10-antrachinonylamino)-2-sulfobenzenu

1

Vynález se týká způsobu přípravy 1-(3', 5'-dichlor-2', 4', 6'-triazinylamino-4-(4'-amino-3'-sulfo-9', 10'-antrachinonylamino)-2-sulfobenzenu, který je významným polotovarem při syntéze barviv (např. Saturnové zeleni L5G, Ostazinové modři H-3G a dalších). Dosavadní způsoby přípravy antrachinonových barviv obdobných typů a vlastností zahrnuje V. Brit.patent č. 784.221, V. Brit.patent č. 867.571 a V. Brit.patent č. 838.335. Uvedený barvářský polotovar se většinou neizoluje z reakční směsi a přímo se dále zpracovává.

Kondenzace aromatických aminů s kyanorchloridem probíhá podle následující rovnice:



Vznikající HCl se neutralizuje vhodným alkalickým činidlem, nejčastěji normálními nebo kyselými uhličitany alkalických kovů. Z důvodu citlivé regulace se neutralizační činidla dávkuje většinou ve formě zředěných roztoků a rychlost jejich dávkování se navíc často řídí podle současně měřených hodnot pH neutralizované reakční směsi. V mnoha případech však tento osvědčený způsob selhává nebo je obtížně reprodukovatelný z důvodu husté reakční směsi.

Aby se v molekule kyanurchloridu nahradil pouze jeden chlor, je nutno vést reakci při

teplotě do 5 °C. Při výrobě těchto sloučenin se obvykle docílují snížených teplot přímým vnášením ledu do reakčních směsí a v provozním měřítku není pro jiné způsoby chlazení ani vhodné zařízení. Tento osvědčený způsob chlazení má sice své přednosti, ale v mnoha případech má za následek nežádoucí zředování reakční směsi. Uvedená okolnost se zvláště nepříznivě projevuje při syntéze 1 - (3', 5'-dichlor- 2', 4', 6'-triazinylamino) - 4 - (4'-amino - 3'-sulfo - 9', 10'-antrachinonylamino) - 2 - sulfobenzenu, kdy vstupuje do reakce s kyanurchloridem málo rozpustná 1 - amino - 4 - (4'-amino - 3'-sulfanilino) - 9, 10 - antrachinon - 2 - sulfokyselina. Její dávkování do reakce je nutné ve formě velmi zředěného vodného roztoku v koncentraci pod 0,15 M a navíc je výhodné nesnižovat jeho teplotu pod 30 °C, neboť pod tuto hranici začínají vypadávat z roztoku uvedené koncentrace pevné podíly nerozpuštěného aminu. Případné dávkování této suroviny ve formě suspenze je s ohledem na reakční dobu nutné ve stejném zředění a při zajištění dokonalé homogenity, aby se podstatně nezpomaloval průběh kondenzace.

Uvedené potíže s dávkováním 1 - amino - 4 - (4'-amino - 3'-sulfoanilino) - 9, 10 - antrachinon - 2 - sulfokyseliny do reakce, v provozním měřítku nutnost vnitřního chlazení během kondenzace a hlavně kvalita vznikající reakční směsi jsou příčinou toho, že se obvyklými technologickými postupy pro kyanuraci aromatických aminů se solubilizačními skupinami v molekule získává reakční směs obsahující teoreticky maximálně 0,025 molu produktu v jednom litru jejího objemu a tato nízká koncentrace není technologicky vhodná pro další zpracování.

Podle tohoto vynálezu se 1 - (3', 5'-dichlor - 2', 4', 6'-triazinylamino) - 4 - (4'-amino - 3'-sulfo - 9', 10'-antrachinonylamino) - 2 - sulfobenzen připravuje v reakční směsi o koncentraci 0,06 až 0,12 M tak, že se do předložené směsi kyanurchloridu a ledu dává 1 - amino - 4 - (4'-amino - 3'-sulfanilino) - antrachinon - 2 - sulfokyselina obsahující potřebné množství neutralizačního činidla, s výhodou ekvivalent normálního nebo kyselého uhlíčitanu sodného. Navržený postup je výhodný z hlediska vedení reakce pod požadovanou teplotu 5 °C a přitom lze bez obtíží zajistit dávkování 1 - amino - 4 - (4'-amino - 3'-sulfanilino) - antrachinon - 2 - sulfokyseliny do reakce ve formě roztoku nebo jemné suspenze. Při možnostech vnějšího chlazení nebo při jeho kombinaci s přímým dávkováním ledu jako chladicího media lze připravit reakční směs ještě o vyšší koncentraci účinné látky než je uvedená koncentrace 0,06 molu v jednom litru jejího objemu. Úspoře v konečném objemu reakční směsi napomáhá dávkování neutralizačního činidla v roztoku aminu a přitom není rozhodující jestli se nejvíce používá alkálie uhlíčitan sodný a kyselý uhlíčitan sodný dává do roztoku 1 - amino - 4 - (4'-amino - 3'-sulfanilino) - antrachinon - 2 - sulfokyseliny v pevném stavu nebo ve formě roztoků.

Příklad 1

Do předlohy 9,7 g kyanurchloridu (0,0525 mol), 0,5 ml 10%ního roztoku Slovasolu a 50 g ledu se během 20 minut přikape rovnoměrně 400 ml roztoku, obsahujícího 24,5 g 100%ní 1 - amino - 4 - (4'-amino - 3'-sulfanilino) - antrachinon - 2 - sulfokyseliny (0,05 mol) a 2,65 g uhlíčitanu sodného (0,025 mol). Během dávkování se udržuje teplota reakční směsi mezi 3 až 5 °C vnášením cca 200 g ledu. Po skončení dávkování směsného roztoku o pH = 10 + 0,5 je pH reakční směsi 6 až 6,5. Potom se vymíchává dále při teplotě 3 až 5 °C; k vnitřnímu chlazení je zapotřebí dalších 150 g ledu.

Po dvou hodinách je reakce ukončena a v reakční směsi o objemu 800 ml je obsaženo 0,05 molu produktu.

Příklad 2

Stejným způsobem jako u příkladu 1 se dává do uvedené předlohy směsný roztok obsahující 24,5 g 100%ní 1 - amino - 4 - (4'-amino - 3'-sulfanilino) - antrachinon - 2 - sulfokyseliny (0,05 mol) a 2,65 g uhlíčitanu sodného (0,025 mol). Reakční směs se zpracovává stejným způsobem jako u příkladu 1, ale teplota pod 5 °C se zajišťuje vnějším chlazením. Získá se 0,05 molu 1 - (3', 5'-dichlor - 2', 4', 6'-triazinylamino) - 4 - (4'-amino - 3'-sulfo - 9', 10'-antrachinonylamino) - 2 - sulfobenzenu obsažených v 450 ml

reakční směsi.

Příklad 3

Kondenzace 1 - amino - 4 - (4'- amino - 3'- sulfanilino) - antrachinon - 2 - sulfo - kyseliny s kyanurchloridem se provede stejným způsobem jako u příkladu 1, jen se k přípravě směsného roztoku místo 2,65 g normálního uhlíčitanu sodného (0,025 mol) použije 4,2 g NaHCO_3 (0,05 mol). Při vnitřním chlazení je po dvou hodinách v reakční směsi o objemu 800 ml obsaženo 0,05 molu produktu.

Příklad 4

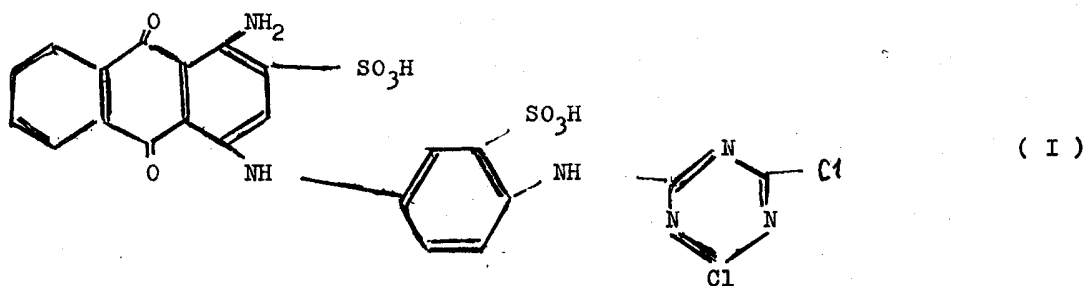
Rozpouštěním 61,3 g 40%ní pasty 1 - amino - 4 - (4'- amino - 3'- sulfanilino) - antrachinon - 2 - sulfokyseliny (24,5 g 100%ní látky) v 325 ml vody při teplotě 55 až 60 °C se získá cca 380 ml roztoku o pH = 7 až 7,5, přidá se 20 ml 2,5 N roztoku Na_2CO_3 (0,025 mol) a nechá se stát přes noc. Vzniklá jemná suspenze se dává druhý den během 20 minut do předlohy 9,7 g kyanurchloridu (0,0525 mol) 0,5 ml 10%ního roztoku Slovasolu a 50 g ledu. Reakce probíhá při teplotě 3 až 5 stupňů C stejným způsobem jako u příkl. 1 a v případě vnitřního chlazení ledem se získá 0,05 molu 1 - (3', 5'- dichlor - 2', 4', 6'- triazinylamino) - 4 - (4'- amino - 3'- sulfo - 9', 10'- antrachinonylamino) - 2 - sulfobenzenu obsažených v 800 ml reakční směsi.

Příklad 5

Suspenze 1 - amino - 4 - (4'- amino - 3'- sulfanilino) - antrachinon - 2 - sulfokyseliny (0,05 mol) s obsahem 0,025 mol Na_2CO_3 připravená stejným způsobem jako u příkladu 4 se dává do předlohy 9,7 g kyanurchloridu (0,0525 mol), 0,5 ml 10%ního roztoku Slovasolu a 50 g ledu. Při vnějším chlazení na teplotu 3 až 5 °C proběhne reakce během 3 až 4 hodin a v reakční směsi o objemu 450 ml se získá 0,05 molu produktu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1/ Způsob přípravy 1 - (3', 5'- dichlor - 2', 4', 6'- triazinylamino) - 4 - (4'- amino - 3'- sulfo - 9', 10'- antrachinonylamino) - 2 - sulfobenzenu vzorce I



kondenzací 1 - amino - 4 - (4'- amino - 3'- sulfanilino) - antrachinon - 2 - sulfokyseliny s kyanurchloridem při teplotě pod 5 °C za současné neutralizace vznikajícího HCl , vyznačený tím, že se 1 - amino - 4 - (4'- amino - 3'- sulfanilino) - antrachinon - 2 - sulfokyselina dává do předložené směsi kyanurchloridu a ledu ve formě roztoku nebo suspenze s obsahem potřebného množství neutralizačního činidla s výhodou v množství odpovídajícím ekvivalentu normálního nebo kyselého uhlíčitanu sodného.

2/ Způsob dle bodu 1, vyznačený tím, že se teplota pod 5 °C zajistí vnitřním nebo vnějším chlazením či jejich kombinací.