



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY

A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

198 046

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 09 10 78
(21) (PV 6538-78)

(51) Int. Cl. C 09 B 29/20

(40) Zveřejněno 31 08 79

(45) Vydáno 01 6 82

(75)

Autor vynálezu

KMONÍČKOVÁ SVĚTLA ing.

ČERMÁK JIŘÍ ing. CSc.

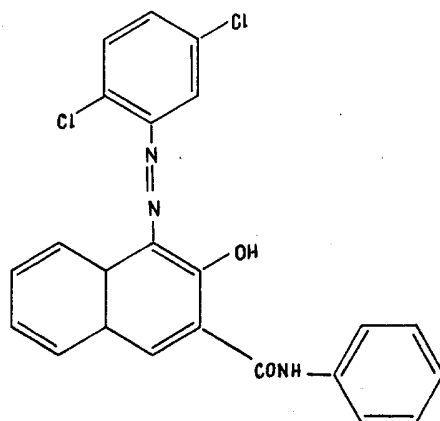
SUCHÁNKOVÁ LIBUŠE, PARDUBICE

(54)

Způsob přípravy 1-(2,5-dichlorfenylazo)-2-hydroxy-3-naftanilidu

1

Vynález se týká způsobu přípravy 1-(2,5-dichlorfenylazo)-2-hydroxy-3-naftanilidu
vzorce I



(I)

Sloučenina vzorce (I) představuje nerozpustný pigment, používaný k přípravě tiskových barev, olejových nátěrů atd.

Syntéza spočívá v kopulaci 2,5-dichlorbenzendiazoniumchloridu s anilidem kyseliny 2-hydroxy 3-naftoové v alkalickém prostředí. Podle dosavadního postupu syntézy bylo získáváno barvivo, obsahující 5 až 10 % nezreagovaného 2-hydroxy-3-naftanilidu, což mělo za následek

198 046

snížení vydatnosti a brilance. Příprava hydrochloridu 2,5-dichloranilinu a jeho následná diazotace se prováděla tak, že se 2,5-dichloranilin rozpustil v kyselině octové a připuštěním do zředěné kyseliny solné se vyloučil hydrochlorid, který se po ochlazení na 0 °C diazotoval 2,5 N dusitanem sodným. Podle druhého způsobu se amin rozpustil za horka při 90 až 95 °C ve zředěné kyselině solné, přičemž po ochlazení vypadl lehce diazotovatelný hydrochlorid 2,5-dichloranilinu.

Nevýhodou těchto postupů je snížená výkonnost zařízení, způsobená dobou potřebnou na vyhřátí a zpětné ochlazení reakční směsi, a dále není tímto způsobem zajištěn úspěšný průběh diazotace s minimálním nezdiazotovaným zbytkem.

Vlastní kopulace se podle stávajícího postupu prováděla v alkalickém prostředí při teplotě 85 °C za přítomnosti nadbytečného množství 2-hydroxy 3-naftanilidu I.

Po skončené kopulaci se musela suspenze barviva okyselit a vymíchat, což mělo za následek prodloužení doby kopulace a snížení výkonu výrobního zařízení. Uvedený způsob poskytoval maximální výtěžek kopulace 93,1 %.

Nyní byl nalezen způsob přípravy 1-(2,5-dichlorfenylazo)-2-hydroxy-3-naftanilinu diazotací 2,5-dichloranilinu a kopulací vzniklého 2,5-dichlorbenzendiazoniumchloridu s 2-hydroxy-3-naftanilidem, který spočívá podle vynálezu v tom, že 2,5-dichloranilin, mechanicky upravený na částice menší než 0,5 mm, se rozmíchá ve zředěné kyselině solné při 20 °C a po ochlazení na 0 °C se suspenze hydrochloridu diazotuje 5 N roztokem dusitanu sodného podle potenciometrické indikace, vzniklý roztok 2,5-dichlorbenzendiazoniumchloridu se přečistí klerací za přídavku aktivního uhlí a připustí podle elektrochemické indikace k suspenzi 2-hydroxy-3-naftanilidu připravené rozpuštěním 2-hydroxy-3-naftanilidu při 80 °C za přídavku hydroxidu sodného a následným okyselením kyselinou octovou nebo zředěnou kyselinou solnou a octovou, přičemž se během kopulace udržuje pH na hodnotě 4,5 dávkováním zředěného roztoku hydroxidu sodného, kopulační směs se po skončené reakci zfiltruje, azobarvivo promyje vodou a vysuší při 80 až 100 °C.

Kopulace se provádí tak, že se 2-hydroxy 3-naftanilid rozpustí ve vodě přídavkem hydroxidu sodného při 80 °C. Po ochlazení roztoku na 20 až 40 °C se upraví pH přídavkem kyseliny octové nebo zředěné kyseliny solné a octové na hodnotu 4,5 až 5,5. Ke vzniklé jemné suspenzi 2-hydroxy-3-naftanilidu se při 60 °C připouští např. podle polarografické indikace roztok diazolatky za současné úpravy pH 2,5 N roztokem hydroxidu sodného na hodnotu 4,5. Tímto způsobem je zaručen optimální průběh reakce, která je po připuštění odpovídajícího objemu diazolatky ukončena za 20 až 25 min. Suspenze pigmentu se ihned při 60 °C zfiltruje, filtrační koláč se promyje vodou do vymizení reakce na chloridové ionty a usuší při 80 až 100 °C.

Postup podle vynálezu poskytuje 1-(2,5-dichlorfenylazo)-2-hydroxy-3-naftanilid bez příměsí 2-hydroxy-3-naftanilidu se zvýšením produkce z jedné várky o 20 až 40 % a podstatně zkrácenou dobou přípravy 2,5-dichlorbenzendiazoniumchloridu i vlastní kopulace.

Získané barvivo má dobrou vydatnost a brilanci o 2 až 3 stupně vyšší než podle stávajícího postupu a výbornou dispergovatelnost ve fermeži. Postup poskytuje výtěžek 97,5 až 99 % teorie.

Následující příklad ilustrativně uvádí způsob přípravy podle vynálezu. Není-li uvedeno jinak, rozumějí se ve všech případech díly hmotnostní, teplota je uvedena ve °C.

Příklad

A. Diazotace 2,5-dichloranilinu

Do kádinky se předloží 300 dílů vody a za míchání vnese 42,2 dílů 100 % 2,5-dichloranilinu (0,26 mol) o velikosti částic max. 0,5 mm. Po rozmíchání se přidá 224 d. 5 N kyselina solná a suspenze se míchá při 20 °C 5 až 20 min. Vzniklý bílý hydrochlorid aminu se ochladí vně na 0 až 10 °C a diazotuje připuštěním 62,6 d. 5 N dusitanu sodného podle potenciometrické indikace. Po skončené diazotaci (15 až 20 min.) se přidá 0,8 d. karborafinu a po 5 min. provede klerace. Koncentrace roztoku diazolatky se upraví přidávkem ledové vody na 0,25 mol/l.

B. Kopulace

Do kádinky se předloží 250 d. vody a 41,2 d. 10 N hydroxidu sodného, roztok se zahřeje na 80 °C a pak se po částech vnese 47,3 d. 100 % 2-hydroxy-3-naftanilidu (0,18 mol). Po 5 min. míchání se vzniklý roztok částečně ochladí přidávkem 100 d. studené vody a po 3 min. míchání s 1 d. křemelinou zfiltruje. Zfiltrovaný roztok se zředí 1 300 d. vody a za míchání okyslí 21,6 d. kyseliny octové, vzniklá suspenze se vyhřeje na 60 °C a pak se připouští roztok diazolatky podle polarografické indikace za současné regulace pH 2,5 N roztokem hydroxidu sodného na hodnotu 4,5. Spotřeba roztoku diazolatky o kon. 0,25 ml/l je 744 d. Na úpravu pH se spotřebuje 55 d. 2,5 N roztoku hydroxidu sodného. Po skončené kopulaci se suspenze pigmentu zfiltruje a filtrační koláč promyje za trojnásobkem objemu reakční směsi vodou do ztráty pozitivní reakce na chloridy. Po vysušení se získá 76,4 d. červeného barviva, tj. 97,5 % teorie.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy 1-(2,5-dichlorfenylazo)-2-hydroxy-3-naftanilidu diazotací 2,5-dichloranilinu a kopulací vzniklého 2,5-dichlorbenzendiazoniumchloridu s 2-hydroxy-3-naftanilidem, vyznačený tím, že 2,5-dichloranilin, mechanicky upravený na částice menší než 0,5 mm, se rozmíchá ve zředěné kyselině solné při 20 °C a po ochlazení na 0 °C se suspenze hydrochloridu diazotuje 5 N roztokem dusitanu sodného podle potenciometrické indikace,

198 048

vzniklý roztok 2,5-dichlorbenzendiazoniumchloridu se přečistí klerací za přídavku aktivního uhlí a připustí podle polarografické elektrochemické indikace k suspenzi 2-hydroxy-3-naftanilidu, připravené rozpuštěním 2-hydroxy-3-naftanilidu při 80 °C za přídavku hydroxidu sodného a následným okyselením kyselinou octovou nebo zředěnou kyselinou solnou a octovou, přičemž se během kopulace udržuje pH na hodnotě 4,5 dávkováním zředěného roztoku hydroxidu sodného, kopulační směs se po skončené reakci zfiltruje, azobarvivo promyje vodou a vysuší při 80 až 100 °C.