ČESKOSLOVENSKÁ SOCIALISTICKÁ REPUBLIKA
(19)

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

208 813

(11) B1

(61)
(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 04 07 79
(21) PV 4679-79

(51) Int. Cl.³ C 09 B 29/30

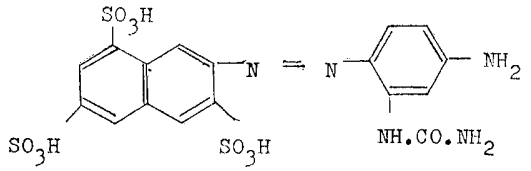
(40) Zveřejněno 30 05 80
(45) Vydáno 18 05 83

(75)
Autor vynálezu HULCOVÁ RŮŽENA ing., JANEČEK MIROSLAV ing., HULEC MILAN ing., BRABENEC LADISLAV ing., PARDUBICE

(54)

Způsob přípravy monoazobarviva

Vynález se týká způsobu přípravy monoazobarviva I

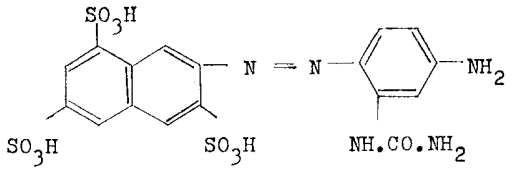


diazotací 2-naftylamin-3,6,8-trisulfokyseliny a kopulací vzniklé diazoniové soli s 3-aminofenylmočovinou.

Dosavadní postup při prvé části přípravy monoazobarviva tj. diazotaci je takový, že se buď k roztoku sodné soli 2-naftylamin-3,6,8-trisulfokyseliny přídá ekvivalentní množství roztoku dusitanu sodného a takto připravený roztok se vpustí do směsi ledu a kyseliny solné, nebo se ke kyselé suspenzi 2-naftylamin-3,6,8-trisulfokyseliny postupně připouští roztok dusitanu sodného při teplotě 0 až 15 °C, čímž vznikne suspenze diazoniové soli. Po skončení se k suspenzi diazoniové soli 2-naftylamin-3,6,8-trisulfokyseliny připustí roztok 3-aminofenylmočoviny a za současného upravování hodnoty pH roztokem sody nebo pevným hydrouhličitanem sodným nebo roztokem hydroxidu sodného při použití fosforečnanového pufru se provede kopulace. Nevýhodou tohoto způsobu výroby monoazobarviva je, že během diazotace vzniká hustá

suspenze diazoniové soli, která je velmi špatně míchatelná, což vede k nekvantitativnímu průběhu diazotace a tím i přebytku dusitanu, který se těžko ze směsi odstraňuje a je příčinou vedlejších reakcí při kopulaci. Také úprava pH a tím i zajištění standardních podmínek při kopulaci je při tomto způsobu výroby obtížná. Pro částečné odstranění těchto nevýhod se používá při reakcích vyšší zředění roztoků a z polotovarů se odstraňuje chlorid sodný, jehož přítomnost zaviňuje zhoustnutí suspenze diazoniové soli. Tato opatření však vedou ke snížení kapacity výrobního zařízení, většímu ztrátám produktu při dalším zpracování, zvyšuje se spotřeba energie na míchání, chlazení apod.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob přípravy monoazobarviva vzorce I



diazotací 2-naftylamin-3,6,8-trisulfokyseliny a kopulací diazoniové soli s 3-aminofenylmočovinou podle vynálezu spočívající v tom, že se diazotace 2-naftylamin-3,6,8-trisulfokyseliny provádí v přítomnosti 0,08 až 3,0 gramekvivalentů anorganické draselné soli jako chloridu draselného, dihydrofosforečnanu draselného nebo síranu draselného s výhodou v přítomnosti 0,3 gramekvivalentů chloridu draselného. Kopulace se provede přidáváním 3-aminofenylmočoviny a pH se upraví uhličitanem sodným, hydrouhličitanem sodným, s výhodou hydrofosforečnanem dvojsodným a hydroxidem sodným podle čs. autorského osvědčení č. 182 446.

Diazoniová sůl 2-naftylamin-3,6,8-trisulfokyseliny připravená způsobem podle vynálezu je i při vysokých koncentracích dobře míchatelná a kopulaci s 3-aminofenylmočovinou lze provést i přímo přidáváním pevné látky. Takto získaný kopulační produkt obsahuje méně vedlejších látek, získá se koncentrovanější roztok barviva, který lze použít přímo pro další zpracování při výrobě barviv. Postupem podle vynálezu se zvýší kapacita zařízení, zmenší se spotřeba energií a vstupních látek, ušetří se pracovní síly.

Pro objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení.

Příklad 1

1,0 mol 2-naftylamin-3,6,8-trisulfokyseliny se ve formě silně kyselé suspenze rozmíchá s vodou, ledem a 0,3 moly chloridu draselného na objem cca 3 l. Za míchání a teploty až 10 °C se připustí 1 mol dusitanu sodného jako 2,5 N roztok. Po skončené diazotaci se odstraní přebytek dusitanu přídavkem 0,001 molu kyseliny amidosulfonové, přidá se 0,3 molu hydrofosforečnanu dvojsodného a 1,03 molu pasty 3-aminofenylmočoviny. V průběhu kopulace se pH upraví přídavkem 1,2 molu hydroxidu sodného ve formě 10 N roztoku na hodnotu 5,5 až 6,5. Vzniklý roztok barviva se použije pro další výrobu.

Příklad 2

1,0 mol 2-naftylamin-3,6,8-trisulfokyseliny ve formě silně kyselé suspenze okyselené kyselinou sírovou se rozpustí přídavkem 1,0 až 1,5 molu hydroxidu draselného. Ke vzniklému roztoku draselné soli 2-naftylamin-3,6,8-trisulfokyseliny se přidá 1,0 mol dusitanu sodného. Takto připravený roztok se vpustí do směsi 2,2 molu kyseliny sírové s ledem a vodou. Celkový objem směsi po smíchání je 3 l, teplota 10 °C. Přebytek dusitanu se po ukončení diazotace odstraní přídavkem 0,001 molu kyseliny amidosulfonové, přidá se 1,03 molu 3-aminofenylmočoviny a 1,2 molu hydrouhličitanu sodného. Vzniklý roztok kopulačního produktu se použije pro další výrobu.

Příklad 3

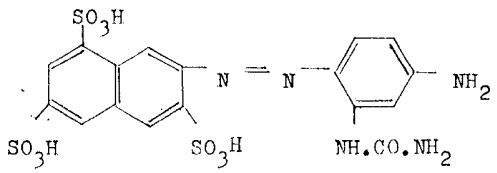
1,0 mol 2-naftylamin-3,6,8-trisulfokyseliny ve formě silně kyselé suspenze se rozmíchá s vodou na objem 3 l, přidá se 0,2 molu dihydrofosforečnanu draselného a připustí se 1,0 mol dusitanu sodného jako 2,5 N roztok. Přebytečný dusitan se odstraní přídavkem 0,001 molu kyseliny amidosulfonové, přidá se pasta 3-aminofenylmočoviny a během kopulace se pH upravuje na hodnotu 6 přídavkem 1,2 molu hydroxidu sodného. Roztok kopulačního produktu se použije pro další výrobu.

Příklad 4

1,0 mol 2-naftylamin-3,6,8-trisulfokyseliny ve formě silně kyselé suspenze se rozmíchá s vodou a ledem na objem 3 l, přidá se 1,1 molu chloridu draselného a za míchání se připustí 1,1 molu dusitanu sodného ve formě 2,5 N roztoku. Diazotuje se při teplotě 12 až 18 °C. Po ukončení diazotace se přebytečný dusitan odstraní přídavkem 0,01 molu kyseliny aminosulfonové, kyselost se otupí přídavkem 0,3 molu hydrofosforečnanu dvojsodného, přidá se 1,01 molu 3-aminofenylmočoviny a za míchání se v průběhu kopulace udržuje pH na hodnotě 6 až 6,5 přídavkem hydroxidu sodného. Vzniklý kopulační produkt se použije pro další výrobu.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy monoazobarviva vzorce I



diazotací 2-naftylamin-3,6,8-trisulfokyseliny a kopulací vzniklé diazoniové soli s 3-aminofenylmočovinou, vyznačující se tím, že se diazotace 2-naftylamin-3,6,8-trisulfokyseliny provádí v přítomnosti 0,08 až 3,0 gramekvivalentů anorganické draselné soli jako chloridu draselného, dihydrofosforečnanu draselného nebo síranu draselného s výhodou v přítomnosti 0,3 gramekvivalentu chloridu draselného, načež se provede kopulace přidáním 3-aminofenylmočoviny.