



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

196 037

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 9 11 77
(21) PV 7311-77

(51) Int. Cl. C 07 B 29/00
// C 07 C 143/14

(40) Zveřejněno 29 06 79
(45) Vydáno 01 3 82

(75)

Autor vynálezu PRÁCHENSKÝ JIŘÍ ing., TERČ JIŘÍ ing., VOKÁL JOSEF a
PAVLÍK LUBOŠ ing., PARDUBICE

(54) Způsob přípravy 4,4'-diaminostilben - 2,2'-disulfokyseliny

1

Vynález se týká klerace reakčního roztoku v průběhu přípravy 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfokyseliny redukcí železem podle Béchampa.

4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfokyselina je jedním ze základních polotovarů výroby barviv, laků a především opticky zjasňujících prostředků. V této souvislosti jsou vysloveny vysoké požadavky na čistotu a barevnost tohoto meziproduktu.

Prvním předpokladem pro získání kvalitní 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfokyseliny je správně vedený redukční proces za optimálních pracovních parametrů chemické reakce, to jest především za teploty varu reakční soustavy, při optimálním molárním poměru NO_2 -látky : Fe a se správně zvolenou kombinací Fe-elektrolyt.

Neméně důležitou je i ochrana roztoku sodné soli 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfokyseliny před oxidačním působením vzduchu za vyšších teplot, buď ochlazením reakční soustavy ještě před její alkalizací, nebo použitím inertní atmosféry v souladu s autorským osvědčením č. 187179.

Při respektování všech zásad pracovního postupu, které směřují k přípravě 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfokyseliny žádané kvality, zůstává jakost produktu přímo závislá na kvalitě použitých technických surovin. Nejčastěji aplikovaným kleracním činidlem je karborafin, jehož bylo při přípravě 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfokyseliny použito především k odstranění barevných kondenzačních látek Mikačo- nebo Slunečních žlutí, doprovázejících vstupní surovinu procesu 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfonan sodný. Nebezpečím pro kvalitu 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfokyseliny je však také kvalita ostatních surovin, mezi nimi samozřejmě i technologické

188 037

voďy. Eliminovat negativní vliv doprovodných nečistot a zlepšit jakost produktu se podařilo pomocí kyseliny šťavelové, která má schopnost vázet ve formě prakticky nerozpustných solí kationty těžkých kovů (Fe, Ca, Ba, Cu, Pb, Mg, Zn) a současně áruhotně vytváří redukční prostředí v průběhu izolace 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfokyseliny vykyselením z roztoku její sočné soli a v průběhu separace produktu.

Kyselina šťavelová v množství cca 2,5 g na 100 g 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfokyseliny byla uvedena do reakčního systému po skončení redukce, po ochlazení soustavy na teplotu 50 až 60°C a po přidání karborafinu. Po přidání kyseliny šťavelové byla soustava na této teplotě udržována ještě po dobu 1 hodiny. Při následující separaci reakčního roztoku od Fekalů byl na filtru zachycen také karborafin a šťavelany Fe, Ca, popřípadě dalších kovů.

Takto provedeným postupem přípravy 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfokyseliny při užití všech surovin technické provenience byl získán produkt, jehož alkalický 3% voďný roztok při pH 8-8,3 vykazoval na fotokolorimetru při vlnové áélce 500 nm proti voďé absorbenci v hodnotě 0,060 - 0,080, zatímco absorbence produktu připraveného bez klerace pomocí kyseliny šťavelové se pohybovala v rozmezí hodnot $E = 0,12 - 0,14$.

Příklad I

Do 1,5 l Kellerovy baňky je předloženo 112 g voďy, 33 g Fe-ártě a 5 g NH_4Cl a po uvedení soustavy na její teplotu varu je leptáno železo po dobu 1 hodiny za intenzivního míchání, které udržuje Fe-árt v pohybu.

Mezitím je připraven roztok 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfonanu sočného rozpuštěním jeho pasty, v níž obsah sočné soli odpovídá 43,0 g volné 100% kyseliny, při 70 - 80°C ve 112 g voďy. Roztok je uváděn do redukčního prostředí v reakční nádobě po dobu cca 1 hodiny při teplotě bodu varu soustavy za stálého míchání.

Po skončení uvádění roztoku NO_2 -látky do reakce je soustava udržována na podmínkách redukce cca 1 hodinu, načež je systém ochlazen na 50 - 60°C a je přidáno 4,3 g karborafinu a 4 g 50% voďného roztoku NaOH do alkalické reakce na brilantní žluť. Nato je do soustavy uveden 1 g $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ a při teplotě 50 - 60°C je mícháno áále cca 1 hodinu. Nato se míchání zastaví a redukční kaly se nechají v reakční nádobě seáimentovat. Po cca 1/4 hoďině se horní, téměř čirá vrstva voďného roztoku sočné soli 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfokyseliny oááje přes nuč.

Redukční kaly jsou promývány 230 g voďy a separační proces je opakován. Spojený filtrát a promývací voďa o teplotě cca 50°C jsou shromážáeny v isolační nádobě, z nich pak je izolována 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfokyselina přidáním 22 g 98% H_2SO_4 do kyselé reakce na kongo-páírku. Produkt je separován na nuči.

Získáno bylo 125,1 g pasty produktu o diazotačně stanoveném obsahu 28,7% 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfokyseliny, tj. 35,9 g 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfokyseliny, což představuje 97,0% výtěžek teorie. Kvalita produktu, vyjádřená absorbancí jeho 3% voďného roztoku při pH 8 - 8,3, vykazovala hodnotu $E = 0,078$.

Příklad II

Viz páříklad I s tím rozáílem, že z pracovního postupu byla vypuštěna klerace pomocí kyseliny šťavelové. Absorbance roztoku produktu takto získaného vykazovala hodnotu $E = 0,136$.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfokyseliny redukcí sodné soli 4,4'-dinitrostilben-2,2'-disulfokyseliny železem v prostředí elektrolytu, vyznačující se tím, že se reakční soustava po redukcí kleruje přidáním 0,1 až 10% (na hmotnost 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfokyseliny) kyseliny šťavelové.