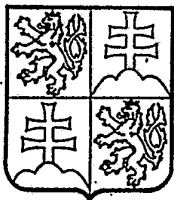


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

273 484

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁵
C 09 B 62/09

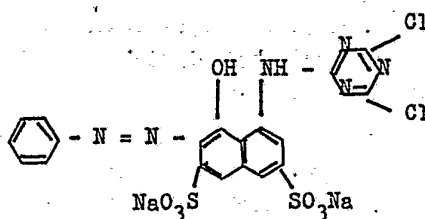
(21) PV 6916-88.T
(22) Přihlášeno 20 10 88

(40) Zveřejněno 12 07 90
(45) Vydáno 10 02 92

(75) Autor vynálezu HORYNA JAROSLAV ing., SVÍTKOV,
JARKOVSKÝ JIŘÍ ing. CSc.,
KOTLEBOVÁ IVANA, PARDUBICE

(54) Způsob přípravy stabilní krystalové
modifikace reaktivní dichlortriazinové
červeně

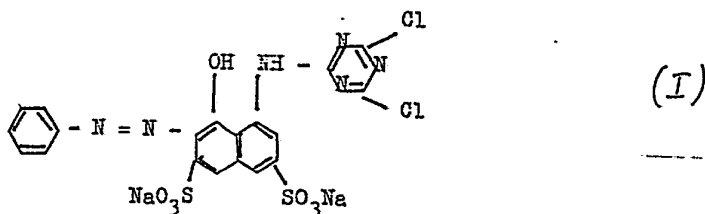
(57) Způsob přípravy stabilní krystalové
modifikace reaktivní dichlortriazinové
červeně, při kterém se barvivo vylučuje
z roztoku reakční směsi z jeho syntézy
o pH 6,0 až 7,0 volnou krystalizací, za
míchání reakční směsi při teplotě do
20 °C, po dobu 10 až 20 hodin.
K vyloučenému barvivu oddělenému filtrací
se výhodně přidává směs fosforečnanů
působících jako stabilizátor.



(I)

Vynález se týká způsobu přípravy stabilní krystalové modifikace reaktivní dichlortriazinové červeně.

Reaktivní dichlortriazinová červeně vzorce



je důležitým barvivem používaným k reaktivnímu barvení bavlny, regenerované celulózy, vlny nebo hedvábí na brilantní červené odstíny s velmi dobrými stálostmi v praní.

Příprava barviva uvedeného vzorce, avšak pro jiné aplikační určení (kyselé barvivo na vlnu), je popsána již ve starším německém patentu č. 436 179, podle něhož se barvivo izoluje z reakční směsi vysrážením přidavkem kuchyňské soli s následující filtrací. Z praxe je známo, že tímto způsobem se při výrobě reaktivní červeně uvedeného vzorce produkt izoluje i v současné době. Je to ostatně způsob izolace, který je zcela běžný u vodorozpuštěných reaktivních barviv i vodorozpuštěných barviv jiných aplikačních tříd obsahujících v molekule sulfoskupiny.

Uvedeným postupem izolovaná reaktivní červeně se však vyznačuje nízkou stabilitou vůči hydrolýze reaktivní dichlortriazinové skupiny, a to zejména ve formě vodné pasty. V důsledku toho dochází během nezbytného skladování pasty barviva před jejím dalším zpracováním ke vzniku hydrolytických produktů-hydroxytriazinových derivátů, které již nejsou schopné reakce s vláknem, jsou tedy z hlediska procesu barvení bezcenné. Vznik hydrolytických produktů tak prakticky snižuje výtěžek finálního reaktivního barviva.

Pokud se týče fyzikální formy barviva, difraktografickou analýzou, bylo zjištěno, že barvivo izolované z reakční směsi vysrážením chloridem sodným, je prakticky amorfni, krystalický podíl je nižší než 10 %.

Nyní bylo nalezeno, že reaktivní dichlortriazinová červeně výše uvedeného vzorce může tvořit i krystalovou modifikaci, kterou představují velmi drobné červené jehličky a která se od dosud známé formy liší i zřetelnou vnitřní krystalovou strukturou, jak bylo prokázáno difraktografickou analýzou. Tato krystalová modifikace se vyznačuje podstatně vyšší stabilitou vůči hydrolýze především ve formě pasty, ale i ve formě suchého barviva, což má význam při jeho dlouhodobém skladování.

Uvedená stabilní krystalová modifikace se získá volnou krystalizací barviva z reakční směsi po jeho syntéze, přičemž krystalizace probíhá v určitém teplotním rozmezí a při obsahu chloridu sodného v reakční směsi vzniklého neutralizací kyseliny chlorovodíkové v průběhu syntézy barviva. Tento způsob izolace vodorozpuštěného reaktivního barviva nebyl podle dostupných literárních údajů zatím znám a v případě reaktivní červeně uvedeného vzorce poskytuje překvapivě dobrý výsledek jak co do stability, tak co do výtěžku izolovaného barviva.

Způsob přípravy stabilní krystalové modifikace reaktivní dichlortriazinové

červeně uvedeného vzorce. Z reakční směsí, která je vodným roztokem o pH 6,0 až 7,0, obsahujícím 4 až 10 % barviva, vztaženo na hmotnost, uvedeného vzorce a 2 až 5 % vztaženo na hmotnost, chloridu sodného vzniklého neutralizací kyseliny chlorovodíkové během syntézy barviva podle vynálezu, spočívá v tom, že se reakční směs míchá při teplotě pohybující se během krystalizace od 0 do 20 °C. Po určité době, která se podle použité teploty pohybuje od několika minut do několika hodin, se barvivo vyloučí ve výše popsané krystalové modifikaci. K dosažení dostatečného výtěžku při izolaci je účelné, aby doba krystalizace, resp. doba míchání, byla v rozmezí 10 až 20 hodin. Vyloučené barvivo se izoluje filtrací.

Izolované barvivo ve formě pasty je možno vzhledem k jeho vysoké stabilitě skladovat bez znatelného rozkladu po dobu cca 10 dnů, což při výrobě má značný praktický význam. Pasta barviva se dále zpracovává na finální produkt obvyklým postupem používaným při výrobě reaktivních barviv, tj. sušením zejména v rozprašovací sušárně, před kterým se k barvivu s výhodou přidává stabilizátor, např. směs dihydrogenfosforečnanu sodného a hydrogenfosforečnanu dvojsodného.

Reaktivní dichlortriazinová červeně výše uvedeného vzorce připravená podle vynálezu se vyznačuje nízkým obsahem hydrolytických produktů, které pocházejí prakticky pouze z fáze syntézy barviva a velmi dobrou stabilitou při dlouhodobém skladování. Tato vlastnost je doložena v následujícím příkladu.

Příklad

400 dílů reakční směsi obsahující ve vodném roztoku o pH 6,3 24 dílů barviva výše uvedeného vzorce a 12 dílů chloridu sodného se míchá při teplotě 10 °C po dobu 15 hodin. Barvivo, které se během této doby vyloučí ve formě velmi drobných červených jehliček, se odfiltruje. Při skladování izolovaného barviva ve formě pasty po dobu 10 dnů je přírůstek hydrolytických produktů menší než 1 %.

Pasta barviva se dále rozmíchá v roztoku připraveném rozpuštěním 9 dílů hydrogenfosforečnanu dvojsodného krystalického v 50 dílech vody a přidáním 1 dílu roztoku HCl c (HCl) = 5 mol/l. Vzniklá suspenze se vysuší v rozprašovací sušárně za obvyklých podmínek sušení. Získá se 36 dílů suchého produktu, který obsahuje 23 dílů barviva uvedeného vzorce.

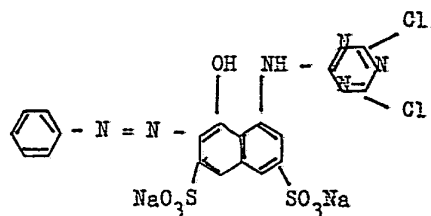
Získané barvivo je žlutavě červeným práškem, který je tvořen velmi drobnými červenými jehličkami, při difraktoGRAFICKÉ analýze vykazuje následující mezirovinové vzdálenosti:

d_{hkl}	$J_{rel.}$
1,99	100
3,24	50
5,21	47
4,62	33
5,57	33

Obsah hydrolytických produktů v suchém barvivu činí asi 5 % a při skladování barviva po dobu 6 měsíců vzrůstá pouze asi o 1 %, zatímco u barviva připraveného dosud známým postupem činí obsah hydrolytických produktů asi 10 % a jejich přírůstek během 6 měsíců asi 3 %.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy stabilní krystalové modifikace reaktivní dichlorotriazinové červeně vzorce



z reakční směsi obsahující ve vodném roztoku o pH 6,0 až 7,0 4 až 10 % barviva, vztaženo na hmotnost, uvedeného vzorce a 2 až 5 %, vztaženo na hmotnost, chloridu sodného vzniklého neutralizací kyseliny chlorovodíkové během syntézy barviva, vyznačený tím, že se barvivo vyloučí z roztoku volnou krystalizací mícháním reakční směsi při teplotě 0 až 20 °C po dobu 10 až 20 hodin, vyloučené barvivo se odfiltruje a vysuší, s výhodou za přídavku směsi fosforečnanů jako stabilizátoru.