



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 233 630

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 25 11 82
(21) (PV 8436-82)

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³ C 09 B 29/085,
C 09 B 51/00

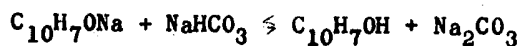
(40) Zveřejněno 13 08 84
(45) Vydáno 01 03 87

(75)

Autor vynálezu CHLOST MILAN ing.,
NOVÝ JIŘÍ ing.,
ŠŤASTNÝ LADISLAV ing., PARDUBICE
VODÁK JOSEF ing., SLATIŇANY

(54) Způsob přípravy červeného azopigmentu

Způsobu přípravy červeného azopigmentu se žlutým vydatným odstínem kopulací diazotovaného 3-nitro-4-toluidinu s 2-naftolem, přičemž se přidává roztok diaza do systému



při hodnotě pH 12,2 až 9.

Vynález se týká způsobu přípravy nové, žlutší a vydatnější modifikace červeného monoazopigmentu, obecně známého pod označením C.I.Pigment Red 3. Tento pigment se vyrábí kopulací diazotovaného 3-nitro-4-toluidinu (GL-aminu) s 2-naftolem.

Při všech dosud publikovaných způsobech výroby se 2-naftol před kopulací rozpustí ve vodě přidávkou alkalického hydroxidu (zpravidla hydroxidu sodného), neboť k úplnému převedení na vodorozpustnou sůl (naftolát) je třeba dosáhnout pH minimálně 12,2. Vlastní kopulace se pak provádí buď s rozpuštěným naftolátem, nebo se naftolát těsně před kopulací vysráží na jemnou disperzi 2-naftolu přidávkou minerální kyseliny. Podle kopulačních podmínek (teplota, pH, koncentrace reagujících složek, přítomnost dispergátorů, atd) se pak v jistých mezích mění odstín, brilance, vydatnost a textura pigmentu. Ve světě je známo cca 130 mírně odlišných obchodních značek C.I.Pigment Red 3 z produkce cca 660 výrobců.

Nyní bylo nalezeno, že novou, mimořádně žlutavou a zejména vydatnou modifikaci červeného pigmentu z diazotovaného 3-nitro-4-toluidinu a 2-naftolu, je možno připravit způsobem dle vynálezu, jehož podstatu spočívá v tom, že se roztok diazotovaného 3-nitro-4-toluidinu přidává do systému $C_{10}H_7ONa + NaHCO_3 \rightleftharpoons C_{10}H_7OH + Na_2CO_3$ použitého v množství potřebném k udržení hodnoty pH 12,2 až 9. Při kopulaci je výhodná přítomnost anionaktivních dispergátorů jako je sulfatovaný ricinový olej nebo sodná sůl kyseliny dodecylbenzensulfonové v množství 1 až 10 dílů na 100 dílů konečného pigmentu a/nebo bílých inertních ředících přísad jako kysličníku titaničitýho, síranu nebo uhlíčitánu barnatého nebo vápenatého v množství 1 až 40 dílů na 100 dílů konečného pigmentu. Uvedený systém se pak vytvoří před začátkem kopulace buď přidáním hydrogenuhlíčitanu sodného k roztoku 2-naftolátu, nebo rozpuštěním 2-naftolu ve směsi méně než ekvivalentního množství vodného hydroxidu sodného a přebytku uhlíčitanu sodného. V průběhu kopulace prováděné v rozmezí pH 12,2 až 9 se naznačená rovnováha stále samo-

volně obnovuje, 2-naftol pak kopuluje ve velmi jemné formě. Výhodou způsobu dle vynálezu je vznik velmi jemného pigmentu, který je vydatnější a má výrazně žlutý, koloristicky žádaný odstín. V přítomnosti dostatečného množství vhodných anion-aktivních dispergátorů je možné kopulaci provádět i ve značně koncentrovaných roztocích. Takto vzniklý pigment je možno buď ponechat v jeho vysoké vydatnosti, nebo je ho možno ředit přísadou inertní bílé složky, takže vydatnost se sníží na úroveň jiných protiznaček, ale výtěžnost se zvýší. Ředící inertní přísadu je možno do reakční směsi přidat buď před kopulací, nebo ji vytvářet v průběhu kopulace srážením současně s pigmentem. Některé z těchto přísad mají příznivý vliv na měkkou texturu pigmentu.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení.

Příklad 1

Do předložených 105 ml odměrného roztoku kys. ohlorovodíkové o koncentraci 9 mol/l se vnese 60,0 g GL-aminu 100% ve formě cca 85% vodné pasty, 2,4 g karborafinu a nechá se rozmíchat 2 až 4 hodiny k převedení na hydrochlorid. Pak se přidá cca 200 g ledu a při -5 až 0 °C se diazotuje přidavkem 160 ml odměrného roztoku dusitanu sodného o koncentraci 2,5 mol/l. Po skončené diazotaci se překleruje.

Mezitím se připraví suspenze pasivní komponenty ke kopulaci. V 500 ml vody se rozpustí 59,3 g betanaftolu přidavkem 3,0 g sulfatovaného ricinového oleje a 45 ml odměrného roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 10 mol/l. Po rozpuštění se přidá 1,2 g křemeliny a po 10 až 15 minutách míchání se roztok překleruje. Čirý filtrát se napustí do roztoku 40 g hydrogenuhlitanu sodného v 600 ml vody. Vytvoří se mlékovitá suspenze částečně vysráženého betanaftolu. Teplota suspenze se upraví na 15 až 20 °C.

Do suspenze pasivní komponenty se v průběhu 40 až 60 minut napouští překlerovaný roztok diazotovaného GL-aminu. Alkalita

reakční směsí se po celou dobu kopulace samovolně udržuje v rozmezí pH 11,5 až 9,0. Jestliže ke konci poklesne pod tuto mez, je nutno při zastaveném přítoku diaza přidat několik ml odměrného roztoku hydroxidu sodného. Po skončené kopulaci se suspenze pigmentu 1 hodinu vyhřívá na 60 °C, pak za tepla filtruje, promyje teplou vodou a suší při 60 °C. Výtěžek činí cca 120 g suchého pigmentu, posouzeného koloristicky proti platnému typu Versálového šarlatu RNL 65/100, značně žlutší.

Příklad 2

Násady i provedení jsou stejné, kopulace se však provádí při teplotě 0 °C. Výtěžek činí 125 g suchého pigmentu, posouzeného jako značně až neporovnatelně žlutší, o málo jasnější, 55/100.

Příklad 3

Násady i provedení jsou stejné jako v příkladě 1, do suspenze pasivní komponenty se však před připouštěním diazoroztoku rozmíchá 25 g kysličníku titaničitého. Výtěžek činí 145 g suchého pigmentu, posouzeného jako o málo až něco žlutší, nepatrně jasnější, 90/100.

Příklad 4

Násady a provedení jsou obdobné jako v příkladě 1, v roztoku diazomlové soli se však před klerací rozmíchá navíc 26 g chloridu vápenatého a v suspenzi pasivní komponenty se před připouštěním diaza rozpustí 30 g síranu sodného. Výtěžek činí 145 g suchého pigmentu, posouzeného jako o málo až něco žlutší, 85/100.

Příklad 5

Diazotace GL-aminu se provede jako v příkladu 1. Mezitím se

připraví roztok pasivní komponenty tak, že se do kádinky odměří 120 ml vody a za míchání se přidá 8 g sodné soli kyseliny alkylbenzensulfonové, dále 21 g roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 10 mol/l, 42,4 g uhličitanu sodného bezvodého a 58,8 g 100% 2-naftolu. Násada se rozpustí při teplotě 40 až 70 °C a potom se pozvolna přileje do 2800 ml studené vody. Kopulace se provede jako v příkladě 1, pigment se odfiltruje a usuší. Získá se 116 g sušiny pigmentu, který je posouzen proti typu jako značně žlutší při vydatnosti 70/100.

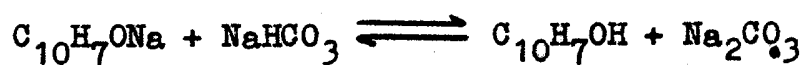
Příklad 6

Diazotace GL-aminu se provede jako v příkladě 1. Roztok pasivní komponenty se připraví tak, že se do kádinky předloží 300 ml vody a za míchání se přidá 4 g sodné soli kyseliny alkylbenzensulfonové, 36 ml roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 10 mol/l, 2,1 g uhličitanu sodného bezvodého a 58,8 g 2-naftolu 100% a vše se zahřeje na teplotu 40 až 70 °C do rozpouštění. Roztok se vlije do 2500 ml studené vody. Kopulace se provede jako v příkladu 1, pigment se odfiltruje, promyje a usuší. Získá se 120 g sušiny pigmentu, který je posouzen proti typu jako značně žlutší, síla 70/100.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

233 630

Způsob přípravy červeného azopigmentu kopulací diazotovaného 3-nitro-4-teluidinu s 2-naftolem za vzniku modifikace, která je mimořádně žlutavá a vydatná, vyznačený tím, že se roztok diazotovaného 3-nitro-4-teluidinu přidává do systému na bázi 2-naftolátu sodného, uhličitanu sodného a hydrogenuhličitanu sodného a 2-naftolu



použitého v množství potřebném k udržení hodnoty pH 12,2 až 9, s výhodou za přítomnosti anionaktivních dispergátorů jako je sulfatovaný ricinový olej nebo sodná sůl kyseliny dodecylbenzensulfonové v množství 1 až 10 dílů na 100 dílů konečného pigmentu a/nebo bílých inertních ředících přísad jako kysličníku titaničitého, síranu nebo uhličitanu barnatého nebo vápenatého v množství 1 až 40 dílů na 100 dílů konečného pigmentu.