



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

209395
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
D 06 L 3/12

(22) Přihlášeno 31 03 80

(21) (PV 2230-80)

(40) Zveřejněno 27 02 81

(45) Vydáno 01 07 83

(75)

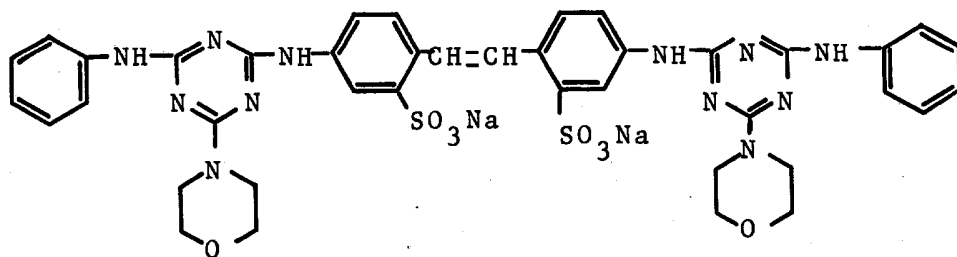
Autor vynálezu

PIRKL JAROMÍR ing. a
PODSTATÁ JIŘÍ, PARDUBICE

(54) Způsob přípravy rychle smáčivé bílé formy 4,4'-bis/6-morfolino-4-anilino-
triazin-2-ylamino/stilben-2,2'-disulfonanu sodného

Příprava uvedené látky tak, že se do směsi
kondenzačních látek přidá 0,5 až 1 % hm. na
hmotnost směsi přípravku založeného na sulfato-
vaném esteru kyseliny olejové.

Vynález se týká přípravy rychle smáčivé bílé formy sloučeniny vzorce



používané jako opticky zjasňující prostředek pro celulóзовé materiály, přidávaný do pracích prášků. Bílá forma sloučeniny shora uvedeného vzorce se připravuje např. zahříváním 4,4'-bis(6-chlor-4-anilino-2-triazin-2-ylamino)stilben-2,2'-disulfonátu sodného ve vodném prostředí s morfolinem za přidání NaOH a očkování bílou formou shora uvedené sloučeniny na teplotu kolem 100 °C (čs. A. O. 189 499). Získaný vysušený produkt se po vhození do vody téměř nesmáčí a nedává stabilní disperzi. Proto se dodatečně upravuje tak, že se po rozemletí suší do dutých kuliček (fran. pat. 1 551 263), nebo se smáčivosti dosahuje přidávkou různých pomocných látek (čs. A. O. 150 420, 183 350). V posledním případě se však smáčivé vlastnosti udrží jen u vysoce koncentrovaného produktu a po obvyklém naředění chloridem, síranem nebo uhličitánem sodným na sílu typu, se smáčivé vlastnosti opět ztrácejí.

Nyní bylo nalezeno, že dobrého smáčivého účinku, stabilního i po velkém naředění elektrolyty a zároveň i velmi bílého produktu se dosáhne tak, že se kondenzace 4,4'-bis(6-chlor-4-anilino-2-triazin-2-ylamino)stilben-2,2'-disulfonátu sodného s morfolinem provede za přidávky pomocné látky typu sulfatovaného esteru kyseliny olejové (Synferol AH), v poměrně husté vodné suspenzi a za přítomnosti NaOH se reakce dokončí zahřátím na teplotu 120 až 130 °C v uzavřené nádobě. Pasta produktu se po izolaci odsátím promyje 0,5 až 1 % ním roztokem uhličitanu či chloridu sodného, s výhodou 0,5 % ním roztokem uhličitanu sodného a po namísení získané pasty s 0,5 až 2 % přípravku na bázi dodecylbenzensulfonátu sodného (Abeson NAM) se pasta vysuší obvyklým způsobem. Přídavek Synferolu AH v množství 0,5 až 1 % hm. na hmotnost nasazené reakční směsi poskytuje dobrou smáčivost jen sušíně produktu, po naředění obvyklými elektrolyty se smáčivost ztrácí. Hlavním účinkem přidávky Synferolu AH je snadnější vymývání vedlejších látek do filtrátu a tím získání čistšího produktu. Teplota v rozmezí 120 až 130 °C je nezbytná pro vznik dobře smáčivé a bílé formy. Tuto teplotu je možno udržovat po dobu 1 hodiny nebo po jejím dosažení se vyhřívání zastaví. Promytí pasty produktu zředěnými roztoky elek-

trolýtů, nejlépe 0,5 % roztokem sody, zbavuje látku nežádoucích vedlejších sloučenin, zhasí fluorescenci nebo vybarvujících tkaninu při aplikaci žlutě. Při koncentraci 0,5 % roztoku sody dochází k největšímu vymytí nečistot, aniž se vlastní produkt přitom rozpouští nebo vrací na žlutou formu. Pasta produktu se již po přidání 0,5 % Abesonu NAM, na její hmotnost, roztéká na hustou kapalinu, která po vysušení obvyklými způsoby dává dobře smáčivý produkt, ani po namísení s velkým množstvím chloridu, síranu či uhličitanu sodného smáčivé vlastnosti neztrácí. Zvýšené množství Abesonu NAM není na závadu. Získaný produkt se po vnesení do vody dobře rozptyluje a po roztřesení dává poměrně stabilní a jemnou disperzi. Výhodou postupu přípravy podle vynálezu je možnost zpracování ve vysoké koncentraci a tím zvýšení produkce bez technologických potíží.

Níže uvedený příklad dostatečně popisuje postup přípravy podle vynálezu; uváděné díly jsou hmotnostní.

Příklad

Do nerezového autoklávu se předloží 220 dílů 4,4'-bis(6-chlor-4-anilino-2-triazin-2-ylamino)stilben-2,2'-disulfonátu sodného, ve formě 46 % ním vodné pasty, 800 dílů vody, 10 dílů Synferolu AH, 50 dílů morfolinu a 25 dílů hydroxidu sodného ve formě koncentrovaného vodného roztoku. Autokláv se uzavře, během 1 hodiny se vyhřeje na 130 °C, míchá se při této teplotě 1 hodinu a pak se za míchání nechá vychladnout na 95 °C. Suspenze se za horka odsaje a pasta produktu se po částech promyje s 500 díly 0,5 % roztoku sody. Nyní se pasta rozmíchá s 10 díly Abesonu NAM, přičemž nabude konzistence husté kapaliny. Vysuší se obvyklým postupem na fluidní sušárně. Získá se 210 dílů koncentráту produktu, dobře smáčivého a snadno se ve vodě rozptylujícího. Zhomogenizováním za sucha s 490 díly kalcinované sody se získá 600 dílů produktu za zachování smáčivých i ostatních dobrých vlastností.

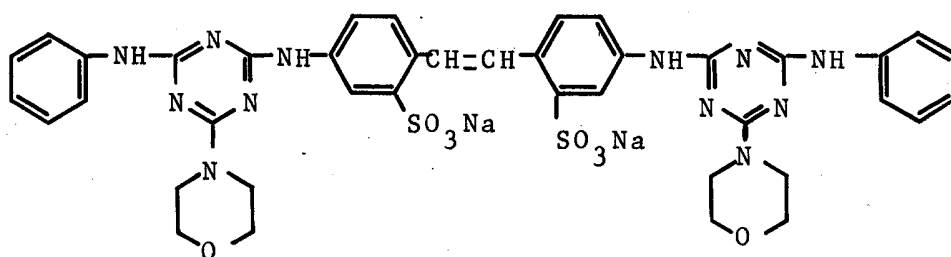
Pro ilustraci výsledků postupu podle vynálezu je předloženo porovnání smáčivosti a vzhledu různých připravených produktů:

Produkt připravený při teplotě	Přídavek Synferolu AH	Pasta produktu promyta roztokem	Přídavek Abesonu NAM	Smáčivost koncen- trátu	namíseného se sodou	Vzhled pasty produktu
130 °C	ne	ne	ne	3 min	15 min	krémová
130 °C	ne	2 % NaCl	ne	30 s	3 min	krémová
130 °C	ne	0,5 % soda	ne	30 s	2 min	světlá
130 °C	ano	ne	ne	3 min	15 min	světlá
130 °C	ano	0,5 % soda	ne	ihned	10 min	bílá
110 °C	ano	0,5 % soda	0,5 %	4 s	8 min	bílá
120 °C	ano	0,5 % soda	0,5 %	3 s	ihned	bílá
130 °C	ano	0,5 % soda	0,5 %	3 s	ihned	bílá
130 °C	ano	0,5 % soda	2 %	3 s	ihned	bílá
130 °C	ano	0,5 % NaCl	2 %	3 s	ihned	světlá
130 °C	ano	voda	2 %	3 s	ihned	žlutne

Smáčivost se zjišťuje nasypaním 1 g sušiny produktu do 100 ml destilované studené vody v kádince o průměru 7 cm a stanoví se doba od vhození do potopení poslední částice.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy rychle smáčivé bílé formy
4,4'-bis(6-morfolino-4-anilino-1,2,4-triazin-2-ylamino)
stilben-2,2'-disulfonátu sodného vzorce



kondenzací 4,4'-bis(6-chlor-4-anilino-1,2,4-triazin-2-ylamino)stilben-2,2'-disulfonátu sodného s morfolinem ve vodném prostředí vyznačený tím, že se do směsi obou komponent ve vodě přidá 0,5 až 1 % hm. na hmotnost směsi, přípravku založeného na sulfatovaném esteru kyseliny olejové, ekvivalentní nebo až o 50 % zvýšené množství hydroxidu sodného a směs se postupně vyhřeje na teplotu 120

až 130 °C, v rozmezí této teploty se udržuje 10 až 60 minut a po vychladnutí na 95 °C se produkt izoluje odsátím, promyje se 0,5 až 1 % roztokem uhličitanu nebo chloridu sodného, pasta se namísí s 0,5 až 2 % hm., na její hmotnost, přípravku založeného na dodecylbenzensulfonátu sodném a směs se vysuší.