



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

198 030

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita  
(22) Přihlášeno 27 09 78  
(21) PV 6240-78

(51) Int. Cl.<sup>3</sup> C 09 B 29/20

(40) Zveřejněno 31 08 79  
(45) Vydáno 01 6 82

(75)  
Autor vynálezu

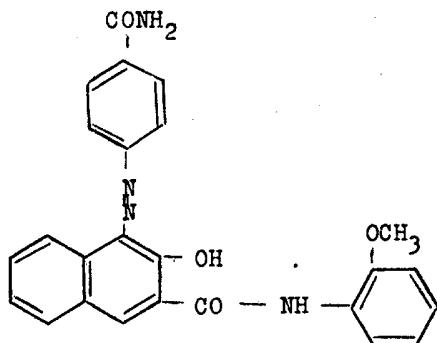
CHLÁST MILAN ing., PARDUBICE, KASAL JAROSLAV ing., KOJICE,  
SOTONA VIA DIMÍR ing., LUSTIG JIŘÍ ing. a JÁKL JAROSLAV ing.,  
PARDUBICE

(54)

Způsob výroby červeného monoazopigmentu

1

Vynález se týká způsobu výroby červeného monoazopigmentu vzorce I



v jemně dispergované formě vodného těsta pro účely textilního tisku k získání jasných modravě červených tónů, nebo ve formě prášku pro plastické a nátěrové hmoty.

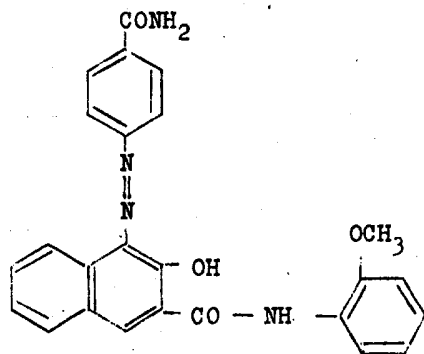
Dosavadní způsoby přípravy barviva vzorce I, které je samo o sobě známé, používají k získání koloristicky cenné formy pigmentu buď kopulaci diazotovaného p-aminobenz amidu s 2-hydroxy-3-naftoyl-N-(2'-methoxyfenyl)-amidem v prostředí organických rozpouštědel, nebo v případě kopulace ve vodném prostředí se pigment dodatečně zahřívá za přídavku smáčedel, nebo se zahřívá v prostředí organických rozpouštědel. Potom se takto upravený pigment odfiltruje s mele s přísadou dispergátorů na jemně disperzní těsto, nebo se po odfiltrování suší

pro použití v plastických a nátěrových hmotách.

Při všech těchto způsobech přípravy se 2-hydroxy-3-naftoyl-N-(2'-methoxyfenyl)-amid před vlastní kopulační reakcí upravuje do rychle reagující formy jemné suspenze rozpuštěním ve vodě s přísadou hydroxidů a následujícím vykyselením buďto přidavkem kyseliny nebo přímo vnášením do minerálně kyselého roztoku diazotovaného p-aminobenzamidu.

Tyto popsané způsoby přípravy přinášejí sebou některé nevýhody, z nichž je zejména závažná skutečnost, že se získá produkt, který se obtížně izoluje, neboť se vyloučí ve velmi jemné, špatně filtrovatelné formě; zpravidla není možno bez dodatečného přisoušení získat produkt s požadovaným obsahem sušiny, který je nutný pro další zpracování. Při použití organických rozpouštědel je nutno do technologie zařadit jejich regeneraci a vyřešit problémy exhalací a požárně bezpečnostní, což je nákladné a komplikuje se tím výroba.

Uvedené nevýhody jsou odstraněny způsobem výroby červeného monosazopigmentu vzorce I



který je předmětem vynálezu a jehož podstata spočívá v tom, že ke kopulaci diazotovaného p-aminobenzamidu se použije 2-hydroxy-3-naftoyl-N-(2'-methoxyfenyl)-amid upravený mletím ve vodě s přísadou 3 až 15 % hmotnostních neionogenních dispergátorů, na částice průměrné velikosti pod 10  $\mu\text{m}$ , načež se kopulací získané barvivo vzorce I odfiltruje. Hmotnostní % jsou vztažena na celkovou hmotnost disperze.

Mletím vzniklá disperze 2-hydroxy-3-naftoyl-N-(2'-methoxyfenyl)-amidu obsahuje obvykle hmotnostně 10 až 40 % účinné látky, 1 až 20 % neionogenního dispergátoru a 40 až 89 % vody; ve styku s roztokem diazotovaného p-aminobenzamidu velmi rychle a kvantitativně kopuluje a vzniklý pigment vzorce I po reakci prakticky neobsahuje zbytky nezreagovaných kopulačních komponent, je chemicky jednotný a má koloristicky žádoucí modravě červený odstín. Získaný produkt má dobře a rychle filtrující formu a tím je umožněno dosáhnout vysokého obsahu sušiny ve filtračním koláči.

Filtrační koláč je pak možno podrobit dalším úpravám pro účely textilního tisku mletím ve vodě za přidavku neionogenního dispergátoru, jako dispergátoru na bázi alkylpolyglykol-etherů, popřípadě ve směsi s anionogenním dispergátorem, jako dispergátorem na bázi sulfatovaného ricinového oleje, v množstvích, odpovídajících obsahu 15 až 30 % hmotnostních barviva vzorce I, 5 až 15 % hmotnostních neionogenního dispergátoru, 0 až 5 % hmotnostních anionogenního dispergátoru a 50 až 80 % hmotnostních vody v konečném produktu.

Při tomto mletí je možno též přidat další látky, jako prostředky proti plísním, zejména látky na bázi organociničitých sloučenin, apod.

Takto upravený produkt lze použít přímo pro textilní tisk nebo je možno ho mísit s jinými těsty pigmentů na odstíny požadované koloristy.

V případě, že monoazopigment vzorce I je určen pro použití při výrobě plastických a nátěrových hmot, filtrační koláč se usuší.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení, v nichž uváděná % jsou % hmotností.

#### Příklad 1

59,6 g 2-hydroxy-3-naftoyl-N-(2'-methoxyfenyl)-amidu 96 % (0,205 g/mol) se vnese do 200 ml vody, přidá se 13,5 g dispergátoru na bázi alkylpolyglykoetheru, objem se upraví přidávkou vody na 280 ml, přidá se 330 ml balotiny a mele se 1 hodinu na velikost částí pod 10  $\mu$ m. Potom se vzniklá mlékovitá disperze odfiltruje od balotiny, přidá se 150 ml vody, 5 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , pH se upraví přidávkou louhu na 8 až 10 a při teplotě 20 až 25  $^{\circ}\text{C}$  se přikapává roztok připravený diazotací 28 g 98% p-aminobenzemidu (0,201 g/mol) ve 450 ml 1 N HCl pomocí 80 ml 2,5 N  $\text{NaNO}_2$ .

Během přikapávání roztoku diazolátky se udržuje pH na hodnotě 8 až 10 přidáváním 10 N roztoku NaOH a teplota se udržuje stále na 20 až 25  $^{\circ}\text{C}$ . Po skončení přidávání roztoku diazolátky se reakční směs míchá do vymizení pozitivní reakce na přítomnost diazoniové soli, načež se suspenze pigmentu odfiltruje a promyje vodou.

Výtěžek pasty je 350 g s obsahem 88 g pigmentu, tj. 100 % teorie; chromatografickou kontrolou nalezen obsah příměsí pod 1 %.

Pasta se usuší a použije pro plastické a nátěrové hmoty.

#### Příklad 2

K pastě, získané podle příkladu 1, se přidá 35 g dispergátoru na bázi alkylpolyglykoetheru a 7 g oleje na tureckou červen (sulfátovaný ricinový olej) a mele se přidávkou 450 ml balotiny na těsto o velikosti částic 1  $\mu$ m. Hotové těsto se odfiltruje od balotiny, přidá se 1 g alkylciničitého přípravku proti plísním a použije se k textilnímu tisku na modravě červený odstín.

#### Příklad 3

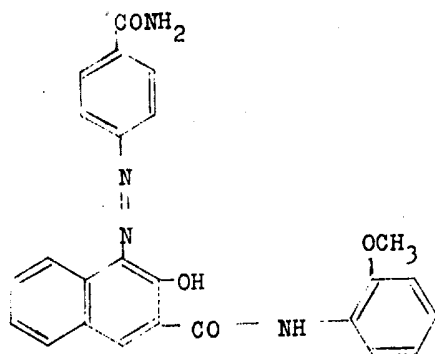
Provedení stejné jako v příkladu 1, k předemletí 2-hydroxy-3-naftoyl-N-(2'-methoxyfenyl)-amidu se použije 8,5 g neionogenního dispergátoru na bázi aralkylpolyglykoetheru, tj. kondenzačního produktu nonylfenolu s ethylenoxidem.

#### Příklad 4

Provedení stejné jako v příkladu 1, k předemletí 2-hydroxy-3-naftoyl-N-(2'-methoxyfenyl)-amidu se použije 42 g neionogenního dispergátoru na bázi kondenzačního produktu rostlinného oleje s ethylenoxidem.

## PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby červeného monozopigmentu vzorce I



kopulací diazotovaného p-aminobenzamidu s 2-hydroxy-3-naftoyl-N-(2'-methoxyfenyl)-amidem ve vodném prostředí, vyznačující se tím, že se pro kopulaci použije 2-hydroxy-3-naftoyl-N-(2'-methoxyfenyl)-amid upravený mletím ve vodě s přísadou 3 až 15 % hmotnostních neionogenního dispergátoru na částice průměrné velikosti pod 10  $\mu$ m, přičemž hmotnostní % jsou vztažena na celkovou hmotnost disperze, načež se kopulací získané barvivo vzorce I odfiltruje.