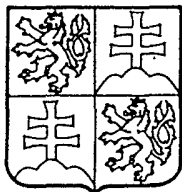


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

269 944

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 07 D 235/18

(21) PV 8463-87JL

(22) Přihlášeno 24 11 87

(40) Zveřejněno 13 10 89

(45) Vydáno 12 02 91

(75) Autor vynálezu GEMZOVÁ IVA Ing., PARDUBICE

(54)

Způsob přípravy čisté KOH addiční sloučeniny
trans izomeru naftoylenbenzimidazolu

(57)

Čistý KOH addukt se připravuje rekry-
stalizací ze svého roztoku oxidovaného pero-
xidem vodíku nebo chlorem. V roztoku je po-
měr barviva : KOH : vodě nebo směsi vody a
peroxidem vodíku 2 : 4,5 až 10 : 14 až 46.

Předmětem vynálezu je způsob přípravy čistého KOH addiční sloučeniny trans izomeru naftoylenbenzimidazolu, jehož hydrolýzou ve vodě, obsahující povrchově aktivní látku, vzniká pigment velmi dobré vydatnosti, vybarvující polypropylenové hedvábí jasnou oranžovou barvou s intenzivně žlutým odstínem.

Kondenzaací kyseliny 1, 4, 5, 8-naftalentetrakarbonové s 1,2-diaminobenzenem vzniká směsné naftoylenbenzimidazolové barvivo, které se popřípadě dělí na trans a cis izomer a směsné barvivo i izomery se používají jako kypová barviva nebo se izomery finalizují na pigmenty, které vzhledem ke svým stálostem za vysokých teplot nacházejí zejména v poslední době použití hlavně při barvení polypropylenového hedvábí. K dělení trans a cis izomeru se většinou používá rozdílné rozpustnosti jejich KOH addičních sloučenin, připravených zahříváním směsného barviva v prostředí obsahujícím vodu, etanol a KOH. Pevná KOH addiční sloučenina trans izomeru se oddělí od rozpustné KOH addiční sloučeniny cis izomeru a zpracuje na kypové barvivo nebo pigment.

Při zpracování KOH addiční sloučeniny trans izomeru na pigment se KOH addukt hydrolyzuje buď ve vroucí vodě, nebo ve vodě obsahující 0,05 až 1 % pyridinu, dimethylformamidu nebo butylaminu a hydrolýza se potom dokončí okyselením směsí kyselinou sírovou nebo se vodně alkoholicko-alkalická pasta KOH adduktu trans izomeru zpracuje s povrchově aktivní látkou, například draselnou solí kyseliny abietové a hydrolyzuje se za současného okyselení směsí na pH 5,5 až 6 zředěnou kyselinou sírovou. Odstín, čistota a vydatnost pigmentu jsou tím lepší, čím čistší je hydrolyzovaný KOH addukt.

Nyní bylo nalezeno, že čistý KOH addukt trans izomeru naftoylenbenzimidazolu je možno připravit tak, že se oxiduje suspenze nebo roztok KOH addiční sloučeniny trans izomeru naftoylenbenzimidazolu, přičemž v roztoku je poměr barviva : KOH : vodě nebo směsi 75 až 90 % vody a 10 až 25 % peroxidu vodíku třiceti procentního 2 : 4,5 až 10 : 14 až 46, popřípadě i etanol, peroxidem vodíku nebo chlorem při teplotě 20 až 90 °C a z roztoku KOH addiční sloučeniny, popřípadě zahřátého, přefiltrovaného nebo přefiltrovaného po vyčištění s aktivním uhlím se vyloučí přečištěný světle nažloutlý nebo zelenavěžlutavý KOH addukt trans izomeru po ochlazení nebo po smísení roztoku s etanolem obsahujícím KOH a ochlazení. Tento postup získání čistého KOH adduktu trans izomeru je předmětem vynálezu. Přečištěný KOH addukt poskytuje hydrolýzou ve vodě, obsahující polyetylenoxidový vosk (teplota tuhnutí 38 ± 2 °C, hustota při 20 °C 1,15 až 1,17, obchodního názvu Apretár RV nebo Apretár P) nebo chlorbenzenový roztok polyetylenoxidového vosku při teplotě 20 až 75 °C pigmentovou formu trans izomeru, vyznačující se vydatností a jasným žlutým odstínem oranžové barvy, a to i při barvení polypropylenového hedvábí.

Příklad 1.

Ostře odsátý filtrační koláč KOH adduktu trans izomeru naftoylenbenzimidazolu, obsahující 20 g sušiny barviva, byl suspendován ve 200 ml 23,3 % KOH zředěného 50 ml 30 % peroxidu vodíku, po třech hodinách míchání byla suspenze zahřata na 50 °C, roztok byl přefiltrován a vrácen do filtrátu po odfiltrování koláče KOH adduktu trans izomeru, obsahující roztok KOH adduktu cis naftoylenbenzimidazolu. Po přidavku 57,8 g pevného KOH a ochlazení vykryštoval přečištěný KOH addukt trans izomeru, světle nažloutlá sraženina.

Příklad 2.

Ostře odsátý filtrační koláč KOH adduktu trans izomeru naftoylenbenzimidazolu, obsahující 20 g sušiny barviva, byl suspendován ve směsi 100 g KOH, 330 ml vody a 100 ml 30 % peroxidu vodíku, po 30 minutách míchání byl roztok přefiltrován, smísen se 330 ml 96 % etanolu obsahujícího 115,6 g pevného KOH a ochlazen ledovou vodou. Vykryštovaný přečištěný KOH addukt trans izomeru byl odfiltrován.

Příklad 3.

Ostře odsátý filtrační koláč KOH adduktu trans izomeru, obsahující 20 g sušiny barviva, byl suspendován ve směsi 100 g KOH, 330 ml vody a 100 ml 30 % peroxidu vodíku. Suspenze byla přefiltrována, přidáno 100 ml 96 % etanolu a 280 g pevného KOH, reakční směs byla míchána 1 hodinu, zahřata na 70 °C a při této teplotě míchána 10 minut. Po ochlazení na 5 °C vykry-

staloval KOH addukt trans izomeru jako zelenavě žlutavé lístky a byl odfiltrován. Filtrační koláč vážil 50 g. Filtrát se rozdělil na dvě vrstvy, vrchní červenohnědou vrstvu obsahující roztok KOH adduktu cis izomeru a čirou vrstvu roztoku KOH.

Příklad 4.

Postup přípravy obdobný příkladu 1 až na to, že suspenze KOH adduktu trans izomeru v 20 až 25 % KOH byla oxidována 5 g chloru, přičemž teplota stoupla ze 20 na 50 °C, potom byla míchána tři hodiny, vyhřáta na 70 °C, za tepla přefiltrována a filtrát zpracován jako v příkladu 1 nebo 2.

Příklad 5.

Ostře odsátý filtrační koláč KOH adduktu trans izomeru naftoylenbenzimidazolu, obsahující 20 g sušiny barviva, byl suspendován ve směsi 220 g 40 až 44 % KOH, 25 ml 30 % peroxidu vodíku a 100 ml 96 % etanolu a směs byla zahřáta na 70 °C. Po ochlazení nebo přefiltrování a ochlazení ledovou vodou vykristaloval přečištěný KOH addukt trans izomeru jako žlutavě zelenavé lístky.

Příklad 6.

Přečištěný KOH addukt trans izomeru byl rozmíchan v 400 ml 5 °C teplé vody, obsahující 1 g Apretáru RV nebo P nebo 1 g Apretáru RV nebo P rozpuštěného ve 4 ml chlorbenzenu. Suspenze byla míchána 3 hodiny při normální teplotě, popřípadě ještě 3 hodiny při 70 °C, po ochlazení bylo barvivo odfiltrováno, promyto etanolem a vodou a vysušeno při 80 až 90 °C. Bylo získáno 18 g pigmentu, vyznačujícího se výdatností a jasným intenzivně žlutým odstínem.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy KOH addiční sloučeniny trans izomeru naftoylenbenzimidazolu z vodně alkoholicko alkalického prostředí, vyznačující se tím, že se KOH addiční sloučenina rekrystaluje po oxidaci své suspenze nebo roztoku, obsahujících 2 hmotnostní díly barviva : 4,5 až 10 hmotnostním dílům KOH : 14 až 46 hmotnostním dílům vody nebo směsi 75 až 90 % vody a 10 až 25 % třicetiprocentního peroxidu vodíku, popřípadě i etanol, peroxidem vodíku nebo chlorem při teplotě 20 až 90 °C, popřípadě po zahřátí, přefiltrování nebo přefiltrování po vyčerení s aktivním uhlím, popřípadě po smísení s etanolem obsahujícím KOH a ochlazení.