



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

237 378

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 29 11 83
(21) PV 8894-83

(51) Int. Cl.¹

C 09 B 35/26

(40) Zveřejněno 14 12 84
(45) Vydáno 01 08 87

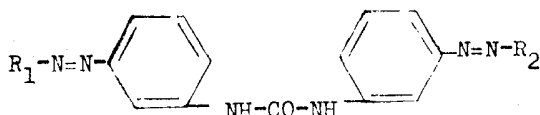
(75)
Autor vynálezu

CHLOST MILAN ing., PARDUBICE

(54)

Nové disazopigmenty a způsob jejich přípravy

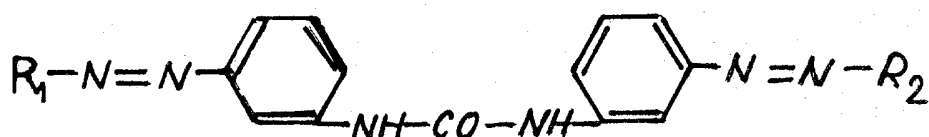
Nové disazopigmenty žlutých a červených odstínů obecného vzorce



kde R_1 , R_2 jsou stejné nebo různé zbytky azokomponent, neobsahující substituenty způsobující vodopropustnost a jsou kopulovány do o-polohy k fenolické nebo enolické hydroxyskupině, zejména zbytky azokomponent typu acetoacetarylů, fenylmetylpirazolonů, 2-naftolu či arylů kys. 2-hydroxy-3-naftoové.

Vynález se týká nových disazopigmentů žlutých až červených odstínů, které jsou nerozpustné nebo nepatrně rozpustné v běžných rozpouštědlech. Dosud známé a popsané jsou barevné disazopigmenty, vycházející z 4,4'-diaminodifenylmočoviny. Jsou použitelné k barvení papíru a vizkozových vláken ve hmotě, k potiskování textilií a papíru, k pigmentaci syntetických pryskyřic, laků a tiskových barev. Ve vyšších koncentracích mají vyhovující až dobré stálosti na světle, dobré až velmi dobré stálosti v praní, chemickém čištění, migraci, bělení peroxidem.

Nyní byly nalezeny barevné pigmenty obdobných vlastností, které mají obecný vzorec



kde R_1 , R_2 jsou stejné nebo různé zbytky azokomponent, neobsahující substituenty způsobující vodorozpustnost a jsou kopulovány do *o*-polohy k fenolické nebo enolické hydroxyskupině, zejména zbytky azokomponent typu acetoacetarylidů, fenylmetylpyrazolonů, 2-naftolu nebo arylidu kyseliny 2-hydroxy-3-naftoové.

Nové disazopigmenty je možno připravit tetrazolací 3,3'-diaminodifenylmočoviny v prostředí minerálních kyselin za chladu pomalým přidáváním roztoku dusitanu sodného. Tetrasloučenina může být kopulována s azokomponentami v prostředí octově kyselém, neutrálním nebo sodově alkalickém při teplotách 0 až 50 °C, případně za přítomnosti rozpouštědel. Připravené

pigmenty je možno podrobit dalšímu mechanickému zpracování, jako jemnému mletí v perlových mlýnech s amionaktivními nebo neionogenními dispergátory na obchodní formy pigmentových těst.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení.

Příklad 1

12,1 g 3,3'-diaminodifenylmočoviny rozpuštěno ve 200 ml vody pomocí 50 ml odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 5 mol/l, ochlazené pod 5 °C a přikapáno 40 ml odměrného roztoku dusitanu sodného o koncentraci 2,5 mol/l. Po půlhodině míchání přidán 1 g karborafinu a diazorzotok překlerován. Objem cca 400 ml, čirý, žlutohnědé barvy.

Mezitím rozpuštěno 18 g acetoacetanilidu v 650 ml vody pomocí cca 11 ml odměrného roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 10 mol/l při teplotě 40 °C. Po přidavku 0,5 g Solegalu W (kondenzační produkt etylenoxidu s alifatickými alkoholy nebo alkyľfenoly) přesrážen acetoacetanilid pomocí cca 6 ml kyseliny octové, koncentrované, hodnota pH upravena na 5,5 a při této hodnotě, udržované odměrným roztokem hydroxidu sodného, a při teplotě 40 až 45 °C připuštěn během 45 minut diazorzotok. Po doreagování komponent hodnota pH upravena na 7,0, reakční směs vyhřáta na 95 °C, a 1 hodinu při této teplotě míchána. Po zchlazení na 80 °C filtrace a pasta promyta teplou vodou. Výtěžek 204 g pasty, po usušení 33 g sušiny. ^{Teplota} tání 274 až 277 °C, po překrystalizaci z dimetylformamidu 300 až 302 °C. Zelenavě žlutý prášek je nerozpustný ve vodě, hexanu, trichloretylenu, velmi málo rozpustný za horka v etanolu a octanu etylnatém, rozpustný částečně v dimetylformamidu a dimetylsulfoxidu.

25 g usušeného pigmentu rozemleto v perlovém mlýně v 90 ml vody s přísadou 10 g Solegalu W a 1 g silikonového odpěňovače na těsto o velikosti částic 0,1 až 1 μm. Disperze tohoto těsta ve vodě jeví v procházejícím světle CIE souřadnice u = 0,210,

$v = 0,158$. Při použití v textilním tisku s vhodným pojivem na bázi butadien-akrylátových polymerů dává zelenavěžluté vybarvení s výbornými stálostmi v praní a chemickém čištění a průměrnými stálostmi na světle.

Provádí-li se kopulace při pH 10 až 11 místo 5,5, vznikne intenzivnější zbarvený produkt o ~~teplotě~~ tání přes 350°C .

Příklad 2

Diazotace a kopulace provedena jako v příkladě 1, místo acetoacetanilidu použito jako azokomponenty 21 g acetoacet-o-anisididu. Výtěžek činil 37 g zelenavěžlutého prášku o ~~teplotě~~ tání 264 až 268°C , zcela nerozpustného v hexanu a trichloretylenu, nepatrně rozpustného v etanolu a octanu etylnatém za horka. Po semletí s vodou a Solegalem W použit k potiskování textilií na zelenavě žlutý odstín s výbornými stálostmi v praní a chemickém čištění a dobrou světlostálostí. CIE souřadnice vodné disperze v procházejícím světle $u = 0,190$, $v = 0,105$. Po semletí s vodou a Tamolem NNO (koncenzační produkt naftalensulfokyseliny s formaldehydem) použit k vybarvení viskozového hedvábí ve hmotě na žlutý odstín s výbornými stálostmi v praní, chemickém čištění, bělení a na světle.

Příklad 3

Diazotace provedena jako v příkladě 1 (místo acetoacetanilidu použito jako azokomponenty 14 g bis-acetoacet-p-fenylendiaminu, kopulace provedena při pH 8 až 9 v prostředí hydrogenuhličitanu sodného za přítomnosti anionaktivního dispergátoru (olej na tureckou červen). Výtěžek činil 29 g žlutého prášku, zcela nerozpustného v hexanu, trichloretylenu, dibutylftalátu i etanolu, nepatrně rozpustného v acetonu. V měkčeném polyvinylchloridu dává žluté nemigrující vybarvení s průměrnou stálostí na světle.

Příklad 4

Diazotace provedena jako v příkladě 1. Ke kopulaci předložena směs 9 g fenylmetylpirazolonu a 7,5 g 2-naftolu, které byly společně rozpuštěny ve vodě přídavkem hydroxidu sodného a přesráženy přídavkem hydrogenuhličitanu sodného na pH 8 až 9.

Po skončení kopulace byla reakční směs odfiltrována, pasta promyta teplou vodou až filtráty neobsahovaly chloridové ionty, pasta semleta v perlovém mlýně s přísávkem neionogenního dispergátoru na velikost částic pod 1 μ m a použita k textilnímu tisku na oranžový odstín s dobrou stálostí v praní, chemickém čištění a na světle.

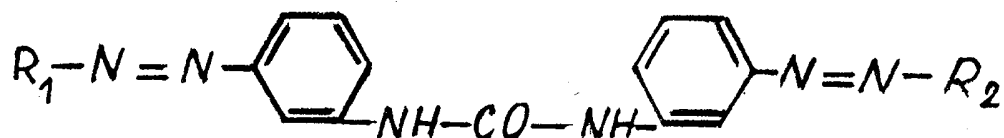
Metodami, popsány v příkladech 1 až 4 byly připraveny další disazopigmenty:

Azokomponenta	odstín v textilním tisku
2'-metoxy fenylamid kys. 2-hydroxy-3-naftoové	červeně
2-naftol	žlutavá červeně
2,5'-dimetoxifenylamid kys. 2-oxy-3-naftoové	modravá červeně
acetoacet-o-chloranilid	zelenavá žluť
1-/p-tolyl/-3-metyl-5-pyrazolon	červenavá žluť
1-/2'-chlorfenyl/-3-metyl-5-pyrazolon	červenavá žluť

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Nové disazopigmenty obecného vzorce

237 378



kde R_1 , R_2 jsou stejné nebo různé zbytky azokomponent, neobsahující substituety způsobující vodorozpustnost a jsou kopulovány do o- polohy k fenolické nebo enolické hydroxyskupině, zejména zbytky azokomponent typu acetoacetarylů, fenylmethylypyrazolonů, 2-naftolu nebo arylů kyseliny 2-hydroxy-3-naftoové.

2. Způsob přípravy nových disazopigmentů podle bodu 1, vyznačující se tím, že jeden mol tetrazotované 3,3'-diaminodifenylmočoviny kopuluje se dvěma moly azokomponenty neobsahující substituety, způsobující vodorozpustnost a schopné kopulace do o-polohy k fenolické nebo enolické hydroxyskupině, nebo se dvěma moly směsi takových komponent, nebo s jedním molem difunkční azokomponenty.