



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

225 698

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita  
(22) Přihlášeno 01 07 82  
(21) PV 5007-82

(51) Int. Cl.<sup>3</sup> C 09 B 29/085

(40) Zveřejněno 24 06 83

(45) Vydáno 01 07 85

(75)

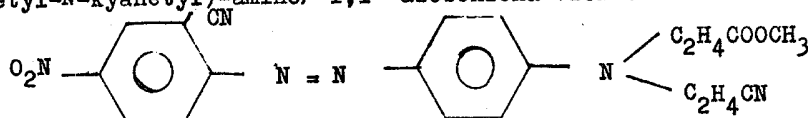
Autor vynálezu VANC VÁCLAV RNDr. ing., HABROVICE

SMETANA KAREL, ÚSTÍ NAD LABEM

(54) Způsob přípravy 2-kyan-4-nitro-4'-(metoxykarbonyletyl-N-kyanetyl)-amino/-1,1'-azobenzenu

1

Vynález se týká způsobu provedení kopulace při přípravě 2-kyan-4-nitro-4'-(N-metoxykarbonyletyl-N-kyanetyl)-amino/-1,1'-azobenzenu vzorce

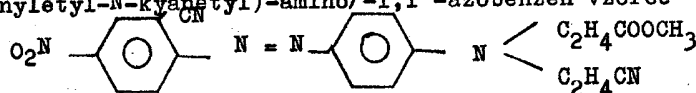


Tento barevný pigment slouží po disperzním mletí za mokra s vhodným dispergačním činidlem především k barvení a tisku polyesterových vláken.

Předmětné barvivo se připravuje tak, že se roztok diazoniové soli, připravené diazotací 2-kyan-4-nitroanilínu kyselinou nitrosylsírovou, rozpuštěnou v koncentrované kyselině sírové, nechá přitéci na předložený led a k takto vzniklému vodnému roztoku diazoniové soli se připouští při teplotě 0 až 5 °C pomalu N-metoxykarbonyletyl-N-kyanetylanilín.

Nevýhodou tohoto způsobu je, že tvořící se pigment narůstá do hrubších krystalků a krystalických konglomerátů, které v sobě uzavírají část dosud nezkopulovaných komponent a brání tím jejich intermolekulárnímu styku. Tento nepříznivý průběh se projeví především snížením výtěžků pigmentu a na délce trvání reakce.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob provedení kopulace diazotovaného 2-kyan-4-nitroanilínu s N-metoxykarbonyletyl-N-kyanetylanilínem ve vodném kyselém prostředí na 2-kyan-4-nitro-4'-(N-metoxykarbonyletyl-N-kyanetyl)-amino/-1,1'-azobenzen vzorce



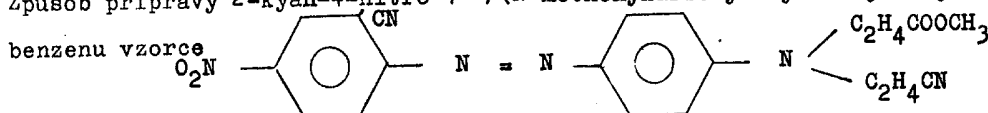
podle vynálezu tím, že se kopulace provede za přítomnosti tenzidu na bázi alkylpolyglykoleteru obecného vzorce  $R-O-(CH_2CH_2O)_{n-1}-CH_2CH_2OH$ , kde R je alkyl  $C_{10}$  až  $C_{18}$  a  $n = 1$  až 25 a/nebo alkylpolyglykoletersírové kyseliny nebo její sodné soli obecného vzorce  $R-O-(CH_2CH_2O)_{n-1}-CH_2CH_2O^+SO_3^-$ , kde R je alkyl  $C_{10}$  až  $C_{20}$  a  $n = 1$  až 20, v množství 0,5 až 20 % z hmotnosti očekávaného pigmentu. S výhodou lze použít alkylpolyglykoleteru, kde R je alkyl  $C_{12}$  a  $n = 3, 4$  a 5, alkylpolyglykoletersírovou kyselinu nebo její sodnou sůl, kde R je  $C_{12}$  a  $n = 4$  nebo lze použít směsi alkylpolyglykoleteru s alkylpolyglykoletersulfátem v poměru 1 : 1.

Výhodou tohoto postupu je, že přidávkem tenzidu lze průběh kopulace ovlivnit v tom smyslu, že tvořící se produkt vypadává v jednmých krystalcích, bez tvorby hrubších shluků a krystalických konglomerátů. Dochází tím nejen k rychlejšímu průběhu kopulace, ale jsou též silně ovlivněny výtěžky vzniklého produktu. Zatím co se při kopulaci bez tenzidu výtěžky pohybují v rozmezí 75 až 82 % teorie pigmentu, a výtěžkem až 52 % teorie čistého barviva, zvyšují se výtěžky za přítomnosti tenzidu na 90 až 97 % teorie pigmentu s výtěžkem až 80 % teorie čistého barviva, zjištěného kolorimetricky. Vedle výhody podstatně zvyšujících se výtěžků použitím tenzidu, dochází i ke značné energetické úspoře a snížení opotřebení mléčícího zařízení při snadnějším a rychlejším dispergačním mletí pasty pigmentu. Příklad.

46,4 g N-metoxykarbonyletyl-N-kyanetylanilínu se rozpustí ve 168 g kyseliny octové. Do reakční nádoby se naváže jako předloha 800 g ledu a přidá roztok 4g směsi alkylpolyglykoleteru s alkylpolyglykoletersulfátem v poměru 1 : 1, rozpuštěné v 50 ml vody. Do této předlohy se připouští za dobrého míchání co nejrychleji diazotační směs 2-kyan-4-nitroanilínu v kyselině sírové tak, aby teplota nepřestoupila  $0^\circ C$ . Současně s malým zpožděním, jakmile je 10 až 25 % celkového množství koncentrované diazotační směsi v předloze, připustí se rychle připravený roztok pasivní komponenty v kyselině octové tak, aby byl již všechn v předloze ještě před přitokem posledního množství diazoniové sloučeniny. Při teplotě  $-15$  až  $0^\circ C$  je kopulace zpravidla za 10 až 30 minut skončena. Ke zlepšení filtrace domíchává se reakční směs ještě 8 až 16 hodin, zředí vodou na objem cca 3 000 ml, filtruje a koláč se promyje vodou až do neutrální reakce. Pasta pigmentu se dále zpracuje finální úpravou, běžně prováděnou u disperzních barviv.

#### PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob přípravy 2-kyan-4-nitro-4'-(N-metoxykarbonyletyl-N-kyanetyl)-amino/-1,1'-azobenzenu vzorce



kopulací diazotovaného 2-kyan-4-nitroanilínu s N-metoxykarbonyletyl-N-kyanetylanilínem ve vodném kyselém prostředí, vyznačený tím, že se kopulace provádí za přítomnosti tenzidu na bázi alkylpolyglykoleteru obecného vzorce  $R-O-(CH_2CH_2O)_{n-1}-CH_2CH_2OH$ , kde R je alkyl  $C_{10}$  až  $C_{18}$  a  $n = 1$  až 25 a/nebo alkylpolyglykoletersírové kyseliny nebo její sodné soli obecného vzorce  $R-O-(CH_2CH_2O)_{n-1}-CH_2CH_2O^+SO_3^-$ , kde R je alkyl  $C_{10}$  až  $C_{20}$  a  $n = 1$  až 20, v množství 0,5 až 20 % z hmotnosti očekávaného pigmentu.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se k reakční směsi přidává alkylpolyglykoleter

obecného vzorce  $R-O-(CH_2CH_2O)_{n-1}-CH_2CH_2OH$ , kde R je alkyl  $C_{12}$  a  $n = 3, 4$  až 5.

3. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se k reakční směsi přidává alkylpolyglykoletersírová kyselina nebo její sodná sůl obecného vzorce  $R-O-(CH_2CH_2O)_{n-1}-CH_2CH_2O^+SO_3^-$ , kde R je alkyl  $C_{12}$  a  $n = 4$ .
4. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se použije směsi alkylpolyglykoleteru s alkylpolyglykoletersulfátem nebo jeho volnou kyselinou v poměru 1 : 1.