



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

202946
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 09 B 3/00

(22) Přihlášeno 18 04 79
(21) (PV 2636-79)

(40) Zveřejněno 30 05 80
(45) Vydáno 15 11 82

(75)
Autor vynálezu

RŮŽIČKA KAREL ing., PARDUBICE, HOLUB MIROSLAV prom. ped.,
OVČÁRY U KOLÍNA a MACH KAREL, PARDUBICE

(54) Způsob přípravy violantronu

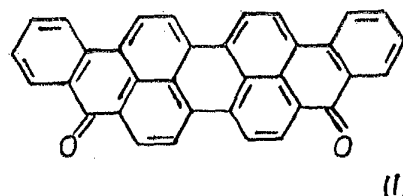
1

Vynález se týká způsobu přípravy violantronu. Příprava violantronu alkalickým tavením benzantronu pomocí alkalických hydroxidů (KOH, NaOH) v prostředí trietylenglykolu nebo trietanolaminu za přítomnosti NaNO_2 je známa například z pat. SSSR 164.371 nebo v prostředí tetraethylenglykolu, tripropylenglykolu, polyetylenglykoléterů apod., za přítomnosti NaClO_3 z US pat. 3.446.810. Přípravu violantronu v prostředí celosolvu za přítomnosti NaClO_3 chrání US pat. 2.872.459 zahříváním reakční směsi na teplotu 130 až 190 °C po dobu 3 až 5 hodin.

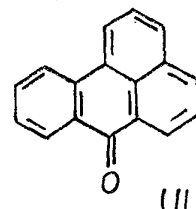
Nevýhodou těchto způsobů je, že v místech reakční nádoby s nedostatečným mícháním se benzantron dávkovaný v pevné fázi nedostatečně rychle smáčí, tvoří hrudky, které ve stanovené reakční době neproreagují. Nezareagovaný benzantron potom podstatně snižuje výtěžek a vydatnost barviva a z ekologického hlediska zhoršuje i manipulaci s tímto barvivem. Dále po vylití reakční směsi do vody se reakcí vzniklé vedlejší produkty nedostatečně solubilizují, zachytávají se na barvivu, a tak zvyšují nekypovatelný podíl a kalnost barviva, dále také otěry vybarvené bavlny. Tyto nedostatky odstraňuje způsob přípravy podle vynálezu.

2

Způsob přípravy violantronu vzorce I



reakcí benzantronu vzorce II



ve směsi hydroxidů alkalických kovů v prostředí trietylenglykolu, trietanolaminu, tetraethylenglykolu, tripropylenglykolu, polyetylenglykoléterů za přítomnosti oxidačních činidel spočívá podle vynálezu v tom, že reakce se provádí za přítomnosti alkylfenolů popřípadě oxyetylovaných alkylfenolů se 4 až 12 atomy uhlíku v alifatickém řetězci a počtu etylénoxidových jednotek 1 až 10, přičemž po skončení reakce se reakční směs

uvádí do vody s obsahem sulfonovaného resolového kondenzátu kresolů a 2-naftol-6-sulfokyseliny s formaldehydem popřípadě sulfatovaných alkoholů.

Přítomnost alkylfenolů nebo jejich oxetylátů zaručuje dobrou a rychlou smáčivost benzantronu II v reakční směsi a po zředění vodou částečnou solubilizaci některých vedlejších produktů, které přejdou do filtrátů. Rovněž se příznivě projevuje na zvýšení reakční rychlosti i při nižších teplotách, přičemž vzniklý produkt má, oproti původní technologii, jemnější mikrokrystallickou strukturu, což usnadňuje jednak mletí na perlových mlýnech a pozitivně ovlivňuje rychlost kypování barviva.

Jako účinné povrchově aktivní látky lze s výhodou použít alkylfenoly s délkou alkylového řetězce C_4 až C_{12} nebo jejich směsi, resp. oxetylované alkylfenoly s délkou alifatického řetězce C_8 až C_{12} s 1 až 10 EO jednotkami. Alkylfenoly s delším alifatickým řetězcem C_8 až C_{12} vykazují vyšší účinnost a jejich optimální koncentrace se pohybuje v rozmezí 1 až 3 %, vztaženo na hmotnost benzantronu II.

Způsob přípravy violantronu I s použitím alkylfenolů je ilustrován v následujících příkladech, které však nejsou jeho omezením. Díly jsou uvažovány hmotnostní.

Příklad 1

Směs 250 dílů trietylenglykolu, 250 dílů KOH, 10 dílů NaOH a 3 dílů nonylfenolu se za míchání vytemperuje na 130°C . Do směsi je postupně, pod dusíkovou atmosférou, dávkováno 110 dílů sublimovaného benzantronu II a 10 dílů KClO_3 , ve formě vodného nasyceného roztoku. Po skončení dávkování se reakční směs během 5 hodin vyhřeje na 180°C a přetlačí do 6000 dílů chladné vody se 3 díly rozpuštěného sulfonovaného resolového kondenzátu kresolů a 2-naftol-6-sulfokyseliny s formaldehydem za

uvádění proudu vzduchu pod hladinu. Suspenze se pozvolna vyhřeje na 80°C a po dooxidování leukoformy violantronu I filtruje a promývá. Vodná pasta se potom rozmíchá ve směsi ligninsulfonátů a oxetylovaných mastných alkoholů v poměru:

1 díl violantronu (sušina),

0,45 dílu ligninsulfonátů,

0,05 dílu oxetylovaných mastných alkoholů a mele na perlovém mlýnu. Po skončení mletí se směs doplní podle požadované koloristické síly ligninsulfonaty.

Příklad 2

Syntéza byla provedena obdobně jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že místo trietylenglykolu bylo použito stejné množství tetraetylenglykolu a místo nonylfenolu bylo použito stejné množství oxetylovaného nonylfenolu s 5 EO jednotkami.

Příklad 3

Syntéza violantronu byla provedena obdobně jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že namísto KClO_3 bylo použito stejného množství NaNO_2 a místo nonylfenolu 2,5 dílu oxetylovaného oktylfenolu s 10 EO jednotkami.

Příklad 4

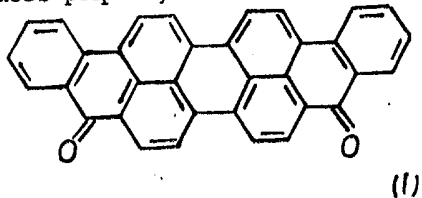
Syntéza violantronu byla provedena jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že namísto TEG bylo použito 260 dílů trietanolaminu a místo nonylfenolu byly použity 4 díly terc. butylfenolu.

Příklad 5

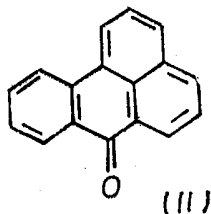
Příprava violantronu byla provedena jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že namísto TEG bylo použito 270 dílů polyetylenglykoléteru a namísto nonylfenolu bylo použito stejné množství oktylfenolu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy violantronu vzorce I



reakcí benzantronu vzorce II



ve směsi hydroxidů alkalických kovů v prostředí například trietylenglykolu, trietanolaminu, tetraetylenglykolu, tripropylenglykolu nebo polyetylenglykoléterů za přítomnosti oxidačních činidel, jako KClO_3 nebo NaNO_2 , vyznačený tím, že reakce se provádí za přítomnosti alkylfenolů, popřípadě oxetylovaných alkylfenolů se 4 až 12 atomy uhlíku v alifatickém řetězci a počtu etylénoxidových jednotek 1 až 10, přičemž po skončení reakce se reakční směs uvádí do vody s obsahem sulfonovaného resolového kondenzátu kresolů a 2-naftol-6-sulfokyseliny s formaldehydem, popřípadě sulfatovaných alkoholů.