



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

243694

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 09 B 5/28
C 09 B 1/48

(22) Přihlášeno 30 08 84
(21) PV 6529-84

(40) Zveřejněno 17 09 85

(45) Vydáno 15 07 87

(75)

Autor vynálezu

HAVLÍČKOVÁ LIBUŠE ing. CSc.; SLAVÍK VLASTIMIL ing. CSc., PARDUBICE

(54) Způsob přípravy hnědého kypového barviva

Způsob přípravy hnědého kypového barviva ve vysoké kvalitě karbazolizací 4,5'-dibenzolyamino-1,1'-dianthrimidu v kyselíně sírové tak, že se reakční směs po karbazolizaci v kyselině sírové o koncentraci 95 % až v oleu s obsahem 5 % rozpustěného kyslíčnicku sírového, s výhodou v kyselině sírové 98 až 100 %, naředí zředěnou kyselinou sírovou nebo vodou na koncentraci kyseliny sírové 80 až 90 %, s výhodou 83 až 87 %, a vyloučená sraženina sulfátu redukované formy barviva se izoluje filtrací, promyje kyselinou sírovou o koncentraci 83 až 87 % a převede na pastu barviva rozmícháním ve vodě a oxidací.

Vynález se týká způsobu přípravy hnědého kypového barviva C. I. Vat Brown 3 (Colour Index 95015) ve vysoké kvalitě karbazolizační reakcí 4,5'-dibenzoylamino-1,1'-dianthrimidu, která zahrnuje izolaci sulfátu redukované formy barviva.

Dosud běžně známý a ve výrobním měřítku používaný postup karbazolizace 4,5'-dibenzoylamino-1,1'-dianthrimidu, popisovaný ve starší literatuře (BIOS Final Reports 1493, str. 15) i v novějších pramenech (SSSR pat. 659591), spočívá v působení konc. kyseliny sírové 96 až 98% na uvedený dianthrimid, vlití karbazolizační směsi do vody, oxidaci suspenze a izolaci barviva filtrací.

Jestliže se takto má získat barvivo s vyhovujícím odstínem a jasným vybarvením, je bezpodmínečně nutné, aby výchozí 4,5'-dibenzoylamino-1,1'-dianthrimid byl prost ve vodě nerozpustných anthrachinonových nečistot.

Příprava 4,5'-dibenzoylamino-1,1'-dianthrimidu je náročná na kvalitu surovin, provedení anthrimidační reakce a na způsob izolace anthrimidu. Zjednodušování technologie přípravy 4,5'-dibenzoylamino-1,1'-dianthrimidu, ať už např. podle SSSR patentu 659591 či jinak, je prováděno získáváním tohoto produktu znečištěného vedlejšími látkami ze syntézy, a v důsledku toho nelze obvyklým způsobem karbazolizace dojít k barvivu vyhovujících kvalit.

Nyní bylo nalezeno, že ke kypové hnědi C. I. Vat Brown 3 výborné kvality lze dospět i ze silně znečištěného 4,5'-dibenzoylamino-1,1'-dianthrimidu způsobem podle vynálezu. Způsob přípravy hnědého kypového barviva ve vysoké kvalitě karbazolizací 4,5'-dibenzoylamino-1,1'-dianthrimidu spočívá podle vynálezu v tom, že po karbazolizaci v prostředí kyseliny sírové 95% až olea s obsahem 5 % kysličníku sírového, s výhodou v kyselině sírové 98 až 100%, se přídatky zředěné kyseliny sírové nebo i vody upraví koncentrace kyseliny sírové v karbazolizační směsi na hodnotu 80 až 90 %, s výhodou 83 až 87 %.

Rozptýlením izolovaného sulfátu do vody, oxidací suspenze v kyselém prostředí např. alkalickými chlorečnany a úpravou odfiltrovaného produktu na formu vhodnou k barvení se připraví C. I. Vat Brown 3 ve vysoké čistotě.

Předmět vynálezu je ilustrován následujícím příkladem.

P ř í k l a d

K směsi 96,5 kg 1,5-diaminoanthrachinonu (100 %) a 49 kg uhličitanu sodného ve 2 100 kg suchého nitrobenzenu se při teplotě 180 °C přidá během 30 minut 51,2 kg benzoylchloridu (100 %), po 30 minutách se reakční směs ochladí na teplotu nižší než 150 °C a přidá se 150 kg 1-benzoylamino-4-bromanthrachinonu, 5 kg mědi, 10 kg taveného octanu sodného a 130 kg uhličitanu sodného, reakční směs se zahřeje na teplotu 170 až 175 °C a udržuje na ní za míchání po dobu 4 až 6 hodin.

Pak se přidá 12 kg benzoylchloridu (100%) a reakční směs se po 30 minutách může zpracovávat. Rozpouštědlo se po případném přidavku vody oddestiluje ve Venuleťově sušiči, získaný suchý surový 4,5'-dibenzoylamino-1,1'-dianthrimid se vnese postupně při teplotě 20 až 29 °C do 100% kyseliny sírové (tzv. monohydrátu), předložené v množství 1 260 kg, roztok se míchá při teplotě 20 až 25 °C po dobu 2 až 6 hodin, až kapka zředěná koncentrovanou kyselinou sírovou je červenofialové barvy.

Pak se během 6 hodin přikape 2 181 kg kyseliny sírové o koncentraci 78 % a posléze se vyloučená sraženina sulfátu redukované formy barviva odfiltruje, promyje podle potřeby 600 až 1 200 kg kyseliny sírové o koncentraci 83 až 86 % a rozmíchá v roztoku 110 kg chlorečnanu draselného ve 2 800 l vody. Suspenze se oxiduje 6 hodin při teplotě 90 °C, aktivní chlor se zruší přidavkem potřebného množství siřičitanu sodného a pasta barviva

vhodná k finální úpravě se získá filtrací za horka a promytím pasty vodou do neutrální reakce filtrátů.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby hnědého kypového barviva ve vysoké kvalitě karbazolizací 4,5'-dibenzoylamino-1,1'-dianthrimidu v kyselině sírové, vyznačený tím, že se reakční směs po karbazolizaci v kyselině sírové o koncentraci 95 % až v oleu s obsahem 5 % rozpuštěného kysličníku sírového, s výhodou v kyselině sírové 98 až 100 %, naředí zředěnou kyselinou sírovou nebo vodou na koncentraci kyseliny sírové 80 až 90 %, s výhodou 83 až 87 %, a vy-loučená sraženina sulfátu redukované formy barviva se izoluje filtrací, promyje kyselinou sírovou o koncentraci 83 až 87 % a převede na pastu barviva rozmícháním ve vodě a oxidací.