



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

216 455

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 30 12 80
(21) PV 9489-80

(51) Int. Cl. C 09 B 31/043
//C 09 B 67/00

(40) Zveřejněno 10 09 81
(45) Vydáno 01 07 84

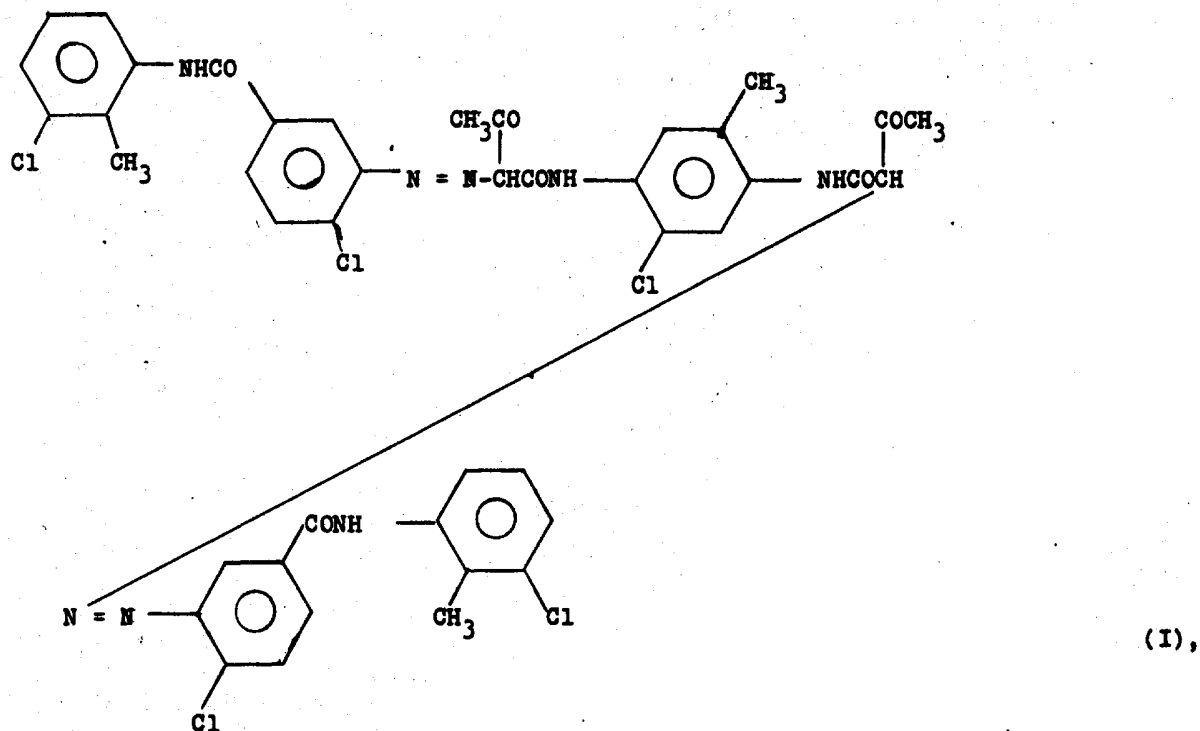
(75)
Autor vynálezu

CHRÁSKA JIŘÍ ing.
DRAČÍNSKÁ BOHUMILA ing.
HORÁK MILAN
KADANÍKOVÁ VĚRA PhMr., PARDUBICE
VELÍNSKÝ JAROSLAV ing., MORAVANY

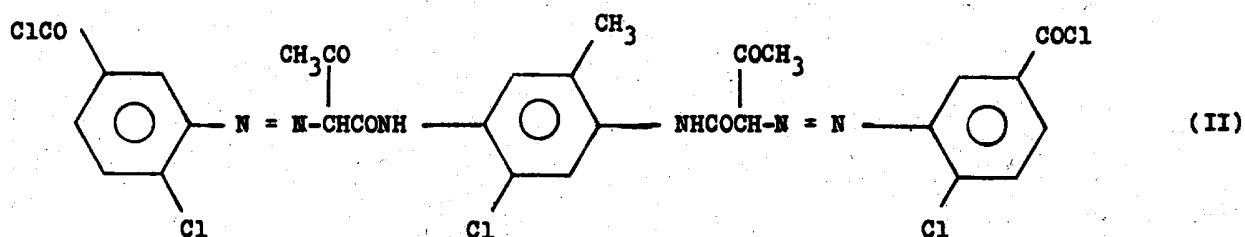
(54) Způsob přípravy žlutého azokondenzačního pigmentu se zvýšenou termickou stabilitou

Způsob přípravy žlutého azokondenzačního pigmentu se zvýšenou termickou stabilitou kondenzací 2-metyl-3-chloranilinu s dichloridem mezibarviva v prostředí o-dichlorbenzenu tak, že se kondenzace provede při teplotě 140 °C až teplotě varu použitého rozpouštědla. Tímto způsobem se připraví barvivo bez vázaného o-dichlorbenzenu, které je tepelně odolné až do teploty 300 °C, což má význam například při barvení materiálů ve hmotě, například při barvení polypropylenu.

Předmětem vynálezu je způsob přípravy žlutého azokondenzačního pigmentu s vyšší termickou stabilitou strukturního vzorce I



který vzniká kondenzací 2-metyl-3-chloranilinu s dichloridem mezibarviva vzorce II



v prostředí o-dichlorbenzenu.

Vysokomolekulární žluté disazopigmenty typu vzorce I jsou ceněny zvláště pro svoje všestranně vynikající stálosti. Kondenzační reakce halogenidů karboxylových kyselin s deriváty aromatických aminů jsou známy např. z čs. autorských osvědčení 154505 a 176708. Reakce se provádí v prostředí inertních rozpouštědel, obvykle v prostředí o-dichlorbenzenu, a to při teplotě obecně nad 100 °C. Při aplikaci tohoto postupu na přípravu pigmentu strukturního vzorce I vzniká pigment, který zadržuje určitý podíl o-dichlorbenzenu. Tento o-dichlorbenzen se váže do krystalové mříže pigmentu v množství až do molárního poměru 1 : 1, přičemž mění její charakter. Vázaný o-dichlorbenzen je příčinou nižší termické stability: zmíněný adukt pigmentu s o-dichlorbenzenem se začíná rozkládat při teplotách nad 100 až 105 °C, přičemž rozklad je prakticky ukončen

při 200 až 220 °C. Tato nižší termická stabilita může působit potíže při aplikaci pigmentu např. pro barvení polypropylenu ve hmotě. Je proto žádoucí připravovat pigment s minimálním obsahem vázaného o-dichlorbenzenu.

Snížení obsahu vázaného o-dichlorbenzenu lze dosáhnout např. sušením při zvýšené teplotě v rozsahu teplot odpovídajících rozkladu aduktu, nebo zahříváním vodné suspenze pigmentu se současným proháněním vodní párou. Tyto způsoby však nejsou příliš vhodné, protože jsou dosti náročné na spotřebu energie a dále mohou vznikat ztráty na rozpouštědla i potíže z ekologického hlediska.

Nyní bylo zjištěno, že daleko výhodněji lze dosáhnout vhodné formy pigmentu bez vázaného o-dichlorbenzenu již v průběhu kondenzační reakce způsobem podle vynálezu. Způsob přípravy žlutého azokondenzačního pigmentu se zvýšenou termickou stabilitou kondenzací 2-metyl-3-chloranilinu s dichloridem mezibarviva vzorce II v prostředí o-dichlorbenzenu spočívá podle vynálezu v tom, že se kondenzace provádí při teplotě 140 °C až teplotě varu použitého rozpouštědla, s výhodou při teplotě 160 až 170 °C. Pokud z určitých důvodů při výrobě pigmentu nelze použít zvýšení teploty na výše uvedené hodnoty, dá se stabilita pigmentu zlepšit úpravou postupu dávkování. V průběhu kondenzace se kombinuje nižší hladina s postupným či plynulým dávkováním roztoku 2-metyl-3-chloranilinu v o-dichlorbenzenu do směsi uvedeného dichloridu mezibarvive s o-dichlorbenzenem. Získaný pigment vykazuje zcela odlišné difraktografické spektrum, což svědčí o jiné struktuře krystalové mříže, a dále vykazuje zvýšenou termickou stabilitu, neboť při zahřívání na teploty do 300 °C vykazuje nižší úbytky na hmotnosti. Zvýšením teploty nad hodnotu 130 až 150 °C, doporučenou pro provádění kondenzací obdobného typu, vzniká pigment vzorce I s prakticky nepatrným obsahem vázaného o-dichlorbenzenu. Toto zvýšení je nutno aplikovat přímo při probíhající kondenzační reakci; dodatečné zahřívání reakční směsi po skončené reakci pro tvorbu pigmentu bez vázaného o-dichlorbenzenu nepostačuje.

Přiložený výkres a níže uvedené příklady ilustrují provedení podle vynálezu i ve srovnání s dosavadním stavem. Na obr. 1 je znázorněno difraktografické spektrum krystalové mříže pigmentu vyrobeného způsobem podle vynálezu, obr. 2 znázorňuje difraktografické spektrum krystalové mříže pigmentu s obsahem vázaného o-dichlorbenzenu, přičemž na ose x jsou vyneseny hodnoty difrakčního úhlu a na ose y relativní intenzity linií difraktografického spektra. Příklad 1 dokumentuje způsob výroby známou technologií. Díly a procenta jsou míněny hmotnostně, pokud není jinak uvedeno.

Příklad 1

16,3 dílu suchého dichloridu mezibarviva (II) se vnese do 390 dílů o-dichlorbenzenu. Suspenze se za stálého míchání vyhřeje na 140 °C. Do vyhřáté suspenze se za míchání během 15 minut vnese roztok 6,7 dílu 2-metyl-3-chloranilinu v 36 dílech

o-dichlorbenzenu. Teplota se udržuje po dobu 75 minut na 140°C . Poté se reakční směs zneutralizuje pomocí 0,3 dílu hydrogenuhličitanu sodného a za horka se zfiltruje. Filtrační koláč se promyje 214 díly horkého o-dichlorbenzenu, dvakrát 174 díly horkého etanolu a nakonec 386 díly vody. Z vodné pasty se opatrným sušením získá žlutý pigment, který vykazuje při zahřívání do teploty 300°C úbytek na hmotnosti 10,5 %. Je. a difraktografické spektrum odpovídá spektru na obr. 2.

Příklad 2

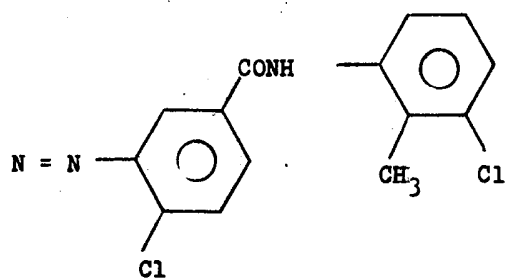
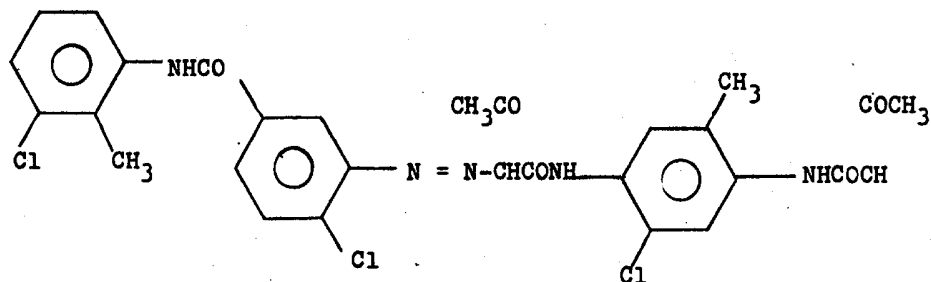
Příprava pigmentu se provede v hmotnostních poměrech uvedených v příkladu 1. Reakční směs se vyhřeje na teplotu 160 až 165°C , dávkování 2-metyl-3-chloranilinu i vlastní reakce se provádí při této teplotě. Po zneutralizování, promytí a opatrném vysušení reakčního produktu se získá žlutý pigment, který při zahřívání do teploty 300°C vykazuje úbytek na hmotnosti 1 %. Difraktografické spektrum odpovídá spektru na obr. 1.

Příklad 3

Příprava pigmentu se provede v hmotových poměrech uvedených v příkladu 1. Reakční směs se vyhřeje na teplotu 140°C a do ní se během 90 minut postupně nebo plynule dává roztok 2-metyl-3-chloranilinu v o-dichlorbenzenu. Po zneutralizování, promytí a opatrném vysušení se získá pigment, který při zahřívání do teploty 300°C vykazuje úbytek na hmotnosti pouze 5,5 %.

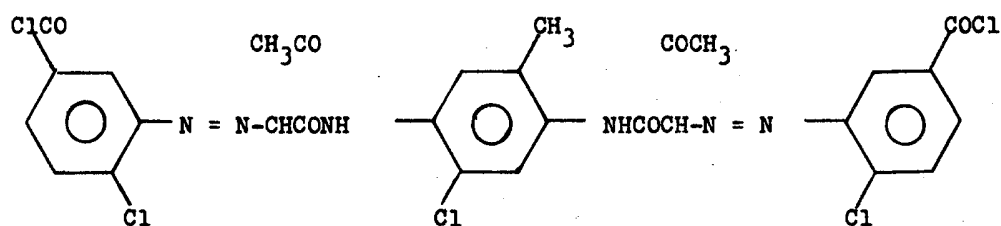
PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob přípravy žlutého azokondenzačního pigmentu se zvýšenou termickou stabilitou vzorce I



(I)

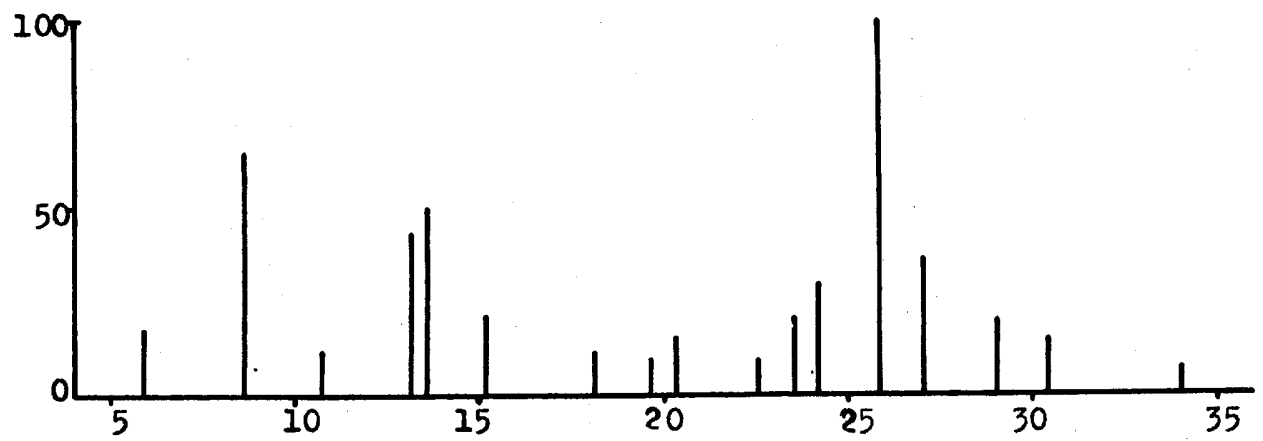
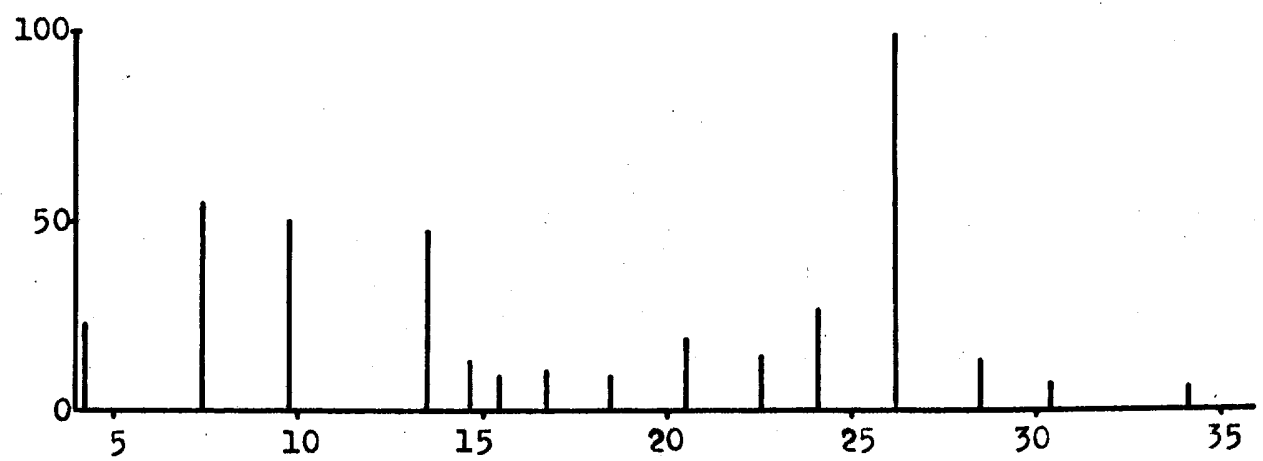
kondenzací 2-metyl-3-chloranilinu s dichloridem mezibarviva vzorce II



(II)

v prostředí o-dichlorbenzenu, vyznačený tím, že se kondenzace provádí při teplotě 140 °C až teplotě varu použitého rozpouštědla.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se kondenzace provádí při teplotě 160 až 170 °C.

*Obr. 1**Obr. 2*