



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

216 362

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 20 11 80
(21) PV 7910-80

(51) Int. Cl.³ C 09 B 67/48
C 09 B 1/16

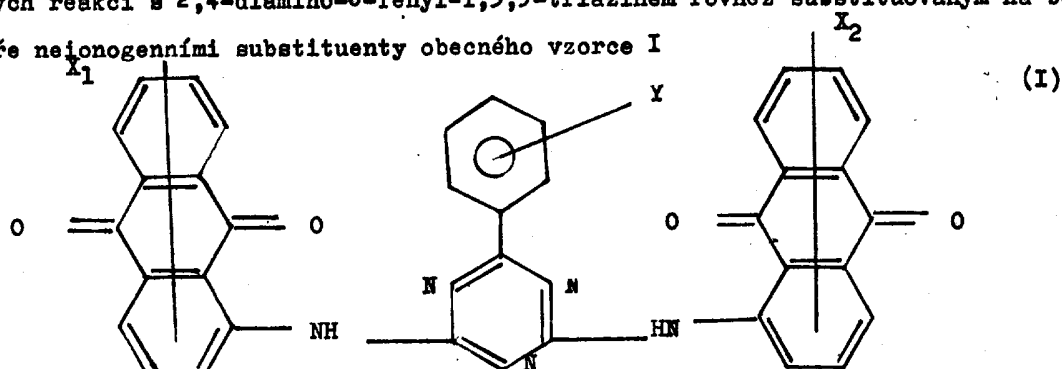
(40) Zveřejněno 31 12 81
(45) Vydáno 01 07 84

(75)
Autor vynálezu KREIDL ZDENĚK, RYBITVÍ,
HAVLÍČKOVÁ LIBUŠE ing. CSc., PARDUBICE

(54) Způsob úpravy antrachinonových barviv

Způsob přípravy antrachinonových barviv obsahujících v molekule substituované triazinové jádro tak, že se jejich amorfni forma připravená srážením z koncentrované kyseliny sírové do vody buď přímo nebo přes sulfáty, dále zahřívá ve vodě s povrchově aktivní látkou za normálního nebo zvýšeného tlaku, s výhodou při teplotě 80 až 265 °C a tlaku 0 až 5,0 MPa.

Vynález se týká způsobu úpravy antrachinonových barviv s triazinovým kruhem, která vznikají z halogenantrachinonů především chlor- a bromderivátů popřípadě ještě dále substituovaných reakcí s 2,4-diamino-6-fenyl-1,3,5-triazinem rovněž substituovaným na benzenovém jádře nejonogenními substituenty obecného vzorce I



kde X_1 , X_2 značí vodík, skupinu metylovou nebo benzoylaminovou, přičemž X_1 a X_2 jsou stejné nebo různé a Y značí atom vodíku, chloru, alkyl s 1 až 4 atomy uhlíku, nebo skupinu alkoxylovou, kde alkyl obsahuje 1 až 4 atomy uhlíku.

Zlepšená příprava uvedených barviv je popsána v popisu vynálezu k autorskému osvědčení 216 361. Zde jde o barviva surová, která nemají vhodnou aplikační formu pro barvení různých materiálů. Vylučují se vesměs při syntéze v nevhodné, hrubě krystalické formě, což má své výhody při jejich přípravě, nikoliv však při použití.

Uvedená barviva mohou sloužit jako barviva kypová, ale také jako pigmenty. Pro obě použití je zapotřebí převést je na jemnou formu, u pigmentů pak rozhoduje i tvar primárních částic, jejich aglomerace nebo agregace, reologické vlastnosti, termostabilita, a celá řada stálostí, hlavně na světle a v povětrnosti, a v neposlední řadě i chemická čistota a schopnost vybarvovat substrát v čistých tónech apod.

Kypová barviva se upravují většinou ve vodné disperzi za přídavku dispergátorů mletím. Barví se přímo kapalnou disperzí nebo se také suší a před barvením se barvivo opět redisperguje a použije k barvení. K dispergaci, ke ztekucení při mletí a stabilizaci částic lze užít celou řadu povrchově aktivních látek, dispergátorů i jejich směsí.

Mnohem více rozhodující jsou fyzikální a chemické vlastnosti u pigmentů. Rozhoduje nejen velikost částic, jejich distribuce, ale i tvar, zda jde o částici krystalickou nebo amorfni apod. Mohou se použít i směsi částečně krystalických produktů. Úpravy lze provádět cestou chemickou i fyzikální, popřípadě lze obě metody vhodně kombinovat k dosažení lepší účinnosti.

Nyní bylo zjištěno, že připraví-li se amorfni forma barviva vzorce I přesrážením z kyseliny sírové buď přímo nebo přes sulfáty, a tato se převede částečně nebo úplně na jemně krystalickou formu, získají se barviva s lepší a všestrannější použitelností pro barvení různých substrátů.

Způsob úpravy antrachinonových barviv obecného vzorce I, kde X_1 , X_2 a Y mají dříve uvedený význam, spočívá podle vynálezu v tom, že se amorfni forma připravená srážením z koncentrované kyseliny sírové dále zahřívá ve vodě s povrchově aktivní látkou za normálního nebo zvýšeného tlaku, s výhodou při teplotě 80 až 265 °C a tlaku 0 až 5,0 MPa.

Změny krystalické struktury se dají ověřovat na RTG přístroji proti příslušným standardům. Přechody krystalických stavů se většinou vyznačují tepelným zabarvením exotermní

nebo endotermní reakce a lze je sledovat při vhodné úpravě na diferenční kalorimetru.

Pomocné látky potřebné k úpravě povrchu se volí podle toho, zda má být povrch hydrofilní nebo hydrofobní, má-li usnadňovat dispergaci nebo stabilizovat primární částice, zlepšovat filtraci apod. Zlepšují užité vlastnosti barviv pro speciální nebo všeobecné použití.

Níže uvedené příklady ilustrují provedení podle vynálezu. Uváděné díly jsou hmotnostní.

Příklad 1

10 dílů žlutého barviva vzorce I, kde X_1 , X_2 značí vodík, Y značí 4-chlor-, se rozpustí v 60 dílech koncentrované kyseliny sírové do teploty 35 °C. Roztok barviva se vkape za intenzivního míchání do 600 dílů vody. Vyloučená sraženina amorfního barviva se odfiltruje a promyje vodou do neutrální reakce. Koláč barviva se rozmíchá ve 100 až 200 dílech vody, přidá amoniak na hodnotu pH 8, 10 dílů roztoku 10% pryskyřičného mýdla, uvede k varu a poté udržuje 1 hodinu při 110 °C za mírného přetlaku. Při 80 °C se okyselí zředěnou kyselinou sírovou na pH 6, zfiltruje a promyje vodou do ztráty SO_4^{2-} iontů. Pasta se dále zpracovává nebo suší a mele. Získá se žlutý pigment.

Příklad 2

Žluté barvivo, kde X_1 , X_2 značí vodík, Y značí 4-metyl-, přesrážené z kyseliny sírové jako v příkladu 1, ve formě neutrální pasty se rozmíchá ve 100 dílech vody, přidá 0,2 dílu sulfonového ricinového oleje a 1 díl polymerizovaných pryskyřičných kyselin ve formě roztoku draselné soli. Směs se zahřeje tak, až tlak vzroste na 3,0 MPa, ochladí, zfiltruje a promyje vodou. Získaná pasta se usuší a mele. Získá se žlutý pigment.

Příklad 3

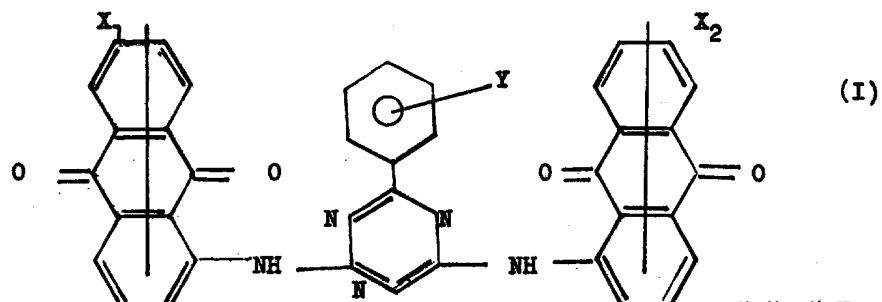
K přesráženému barvivu ve formě neutrální pasty jako v příkladu 1 se přidá ligninsulfonan nebo kondenzační produkt formaldehydu s 2-naftalensulfokyselinou, nebo jiný dispergátor nebo jejich směs v poměru 2:8 až 1:1. Upraví se vodou a mele v pískovém nebo jiném mlýnu na potřebnou velikost částic. Teplota se nechá vystoupit až na 95 °C, případně ještě výše. Takto získaná disperze se použije k barvení vláken z kypy a to i pro rychlofixační postupy nebo pro barvení viskozy ve hmotě. Barví jasným zelenavě žlutým odstínem s výbornými stálostmi.

Příklad 4

10 dílů oranžového barviva, kde X_1 , X_2 značí 8-benzoylamino-, Y značí 4-chlor-, se rozpustí ve 100 dílech koncentrované kyseliny sírové. Vkape se za míchání do vody při teplotě 35 až 40 °C. Vyloučený produkt se odfiltruje, promyje vodou do neutrální reakce, smísí se 100 díly 1% roztoku sodné soli pryskyřičných kyselin. Suspenze se protlačuje zónou ohřívanou až na 260 °C, ochladí se, zfiltruje a promyje vodou. Koláč se usuší a mele. Získá se oranžový pigment.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob úpravy antrachinonových barviv obecného vzorce I,



kde X_1 , X_2 značí vodík, skupinu metylovou nebo benzoylamínovou, přičemž X_1 a X_2 jsou stejné nebo různé a Y značí atom vodíku, chloru, alkyl s 1 až 4 atomy uhlíku, nebo skupinu alkoxylovou, kde alkyl obsahuje 1 až 4 atomy uhlíku, vyznačený tím, že se jejich amorfnní forma připravovaná srážením z koncentrované kyseliny sírové do vody buď přímo nebo přes sulfáty, promísí ve vodě s povrchově aktivní látkou v množství 10 až 100 % hmot. při teplotě 80 až 265 °C a tlaku 0,1 až 5,0 MPa.