



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

209383
(11) (B1)

(22) Přihlášeno 11 02 80
(21) (PV 894-80)

(51) Int. Cl.³
C 09 B 67/18
C 09 B 33/06

(40) Zveřejněno 27 02 81
(45) Vydáno 01 07 83

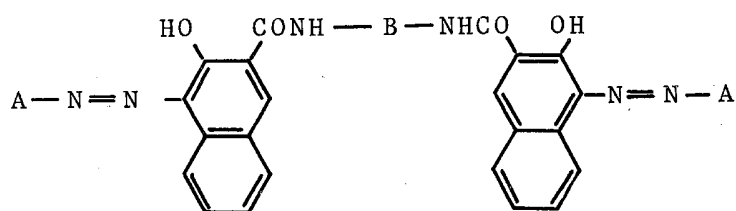
(75)

Autor vynálezu

NEČAS MIROSLAV ing. CSc. a
HORÁČEK JOSEF ing., PARDUBICE

(54) Způsob izolace disazokondenzačních pigmentů

Způsob izolace disazokondenzačních pigmentů
obecného vzorce



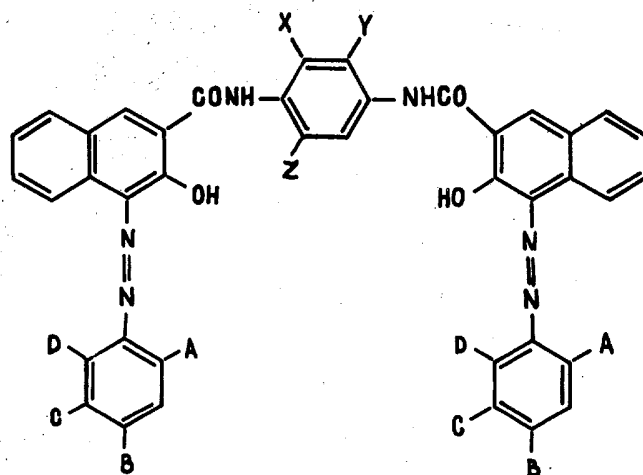
kde A a B jsou fenylenové nebo fenylnadikály
popřípadě dále substituované tak, že se reakční
směs po kondenzaci smísí s piperidinem, piperazi-
nem nebo N-(ω-amnoalkyl)piperidinem v množ-
ství 10 % až 110 % hmotnostních vztaženo na
přípravený pigment. (Chemie).

Vynález se týká způsobu izolace disazokondenzačních pigmentů z reakční směsi po kondenzaci aromatického diaminu s halogenidem kyseliny 1-arylazo-2-hydroxy-3-naftoové.

Disazokondenzační pigmenty se připravují kondenzací halogenidu arylazokarboxylové kyseliny s aromatickým substituovaným nebo nesubstituovaným diaminem například podle švýc. pat. 297 020, 303 155, 304 984, 305 028, NSR pat. 2 518 560, čs. pat. č. 142 857, 143 034, 146 444, čs. autorského osvědčení č. 154 505, 155 048, 162 345, 177 736 atd. Vyznačují se jasnými odstíny, vynikající odolností ke světlu, teplu, rozpouštědlům a působení chemikálií. Kondenzace halogenidu (obvykle chloridu) arylazokarboxylové kyseliny s aromatickým diaminem se provádí v molárním poměru 1 : 0,45 až 1 : 0,60 v prostředí aromatického rozpouštědla. Reakce probíhá v heterogenní fázi při zvýšené teplotě obvykle nad 120 °C

a i když stupeň konverze je vysoký, obsahuje výsledná reakční směs produkty vedlejších reakcí, které je nutno odstranit. To se provádí filtrací za horka a promýváním pigmentu velkým množstvím rozpouštědel, a to opět při zvýšené teplotě (například 140 °C). Tato operace je zdoluhavá, klade značné nároky na filtrační zařízení, které musí odolávat korozi, nákladná je i regenerace rozpouštědel. Dosavadní způsob izolace disazokondenzačních pigmentů je tedy nevýhodný jak z technologického hlediska tak i z ekologického hlediska. Pokud se z pigmentu po kondenzaci dokonale neodstraní všechny vedlejší látky, vykazuje produkt nevyhovující aplikační vlastnosti.

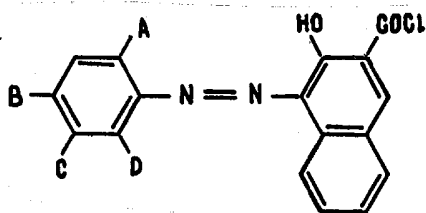
Uvedené nevýhody a nedostatky se odstraní způsobem izolace disazokondenzačních pigmentů podle vynálezu, který spočívá v tom, že azokondenzační pigment obecného vzorce



(I),

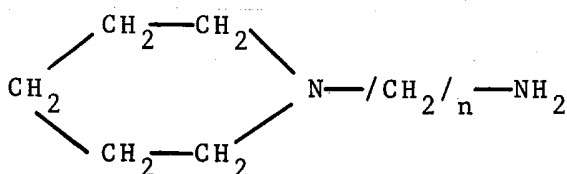
kde A, B, C, D jsou vodík, metyl, chlor, chlormetyl, NO₂, CONH₂, COOCH₃ a X, Y, Z jsou vodík, metyl, chlor, se z reakční směsi po kondenzaci chloridu arylazokarboxylové kyseliny vzorce

kde X, Y, Z mají význam uvedený výše, izoluje působením piperidinu nebo N-(ω-aminoalkyl)piperidinu) obecného vzorce



(II),

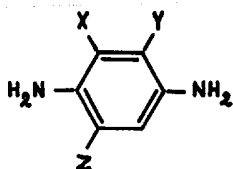
kde A, B, C, D mají význam uvedený výše, s aromatickým diaminem obecného vzorce



(IV),

kde n = 2 až 4, na reakční směs po kondenzaci v množství 10 až 110 % hmot. na pigment, při teplotě 40 °C až 110 °C, načež se pigment separuje, promyje alkoholem mísitelným s vodou pak případně ještě vodou a vysuší.

Kondenzace 1-arylazo-2-hydroxy-3-naftoylchloridu obecného vzorce II s aromatickým diaminem (vzorec III) se provádí obvykle při teplotě nad 100 °C v prostředí aromatického rozpouštědla, jako například toluenu, xyleny, chlorbenzenu, dichlorbenzenu, trichlorbenzenu, nitrobenzenu, chlortoluenu atd. Po kondenzaci se na reakční směs působí dusíkatými organickými bázemi například piperidinem, N(2-aminoetyl)piperidinem, N-(4-



(III),

-aminobutyl)piperidinem v množství 10 % až 110 % hmotnostních na pigment. Po přidání báze se směs udržuje za míchání při teplotě 40 °C až 110 °C. Přitom dojde k dokonalému rozpuštění všech nečistot vzniklých vedlejšími reakcemi při kondenzaci 1-aryl-azo-2-hydroxy-3-naftoylchloridu s aromatickým diaminem, přičemž výsledný disazokondenzační pigment se v použitých dusíkatých bázích nerozpouští. Pigment se dále separuje filtrací nebo odstředěním a zbytky organického rozpouštědla, dusíkaté báze a rozpuštěných nečistot se odstraní promytím alkoholem mísitelným s vodou, například metanolem nebo etanolem. Produkt se může nakonec ještě promýt vodou, usuší se ve vhodném zařízení a semele.

Výhodou způsobu izolace disazokondenzačních pigmentů podle vynálezu je to, že se odstraní dosavadní náročné a nepříjemné promývání produktu po kondenzaci velkým množstvím organického rozpouštědla, sníží se nároky na separační zařízení a klesají náklady na regeneraci rozpouštědel. Významné je i to, že se podstatně zmenší nebezpečí zamoření pracovního prostředí výpary horkého rozpouštědla. Přitom výsledné produkty mají velmi dobré koloristické vlastnosti a nemigrují v plastických hmotách.

Příklad 1

Do baňky o obsahu 1,5 l opatřené míchadlem a zpětným chladičem, bylo předloženo 10,6 g 2,5-dichlor-1,4-fenylendiaminu a 745 g o-dichlorbenzenu. Za míchání byl obsah baňky vyhřát na 55 °C a pak bylo vneseno 48 g 1-(2,5-dichlorbenzenazo)-2-hydroxy-3-naftoylchloridu. Teplota reakční směsi byla udržována 1 hodinu na 55 °C a pak 3 hodiny při 140 °C. Dále byla teplota směsi snížena na 100 °C, do vařáku bylo připuštěno 30 g piperidinu a suspenze byla při 100 °C míchána 60 minut. Obsah vařáku byl pak zfiltrován na vakuové nuči, koláč byl promyt horkým etanolem a nakonec vodou. Pigment byl usušen při 105 °C do konstant-

ní hmotnosti. Produkt měl dobrou vydatnost a čistý odstín v olejovém nátěru i v polyvinylchloridu a byl migračně stálý.

Výsledky koloristického hodnocení připraveného pigmentu (jako srovnávací vzorek použit pigment připravený dosavadním postupem):

Olejový nátěr

- vydatnost 100/100
- odstín 1 M 2 J

Polyvinylchlorid

- vydatnost 100/100
- odstín 1 Ž 2 J
- migrace 5

Příklad 2

Do vařáku bylo předloženo 5,3 g 2,5-dichlor-1,4-fenylendiaminu a 372 g toluenu. Po vyhřátí na 60 °C bylo za míchání vneseno 25 g 1-(2,5-dichlorbenzenazo)-2-hydroxy-3-naftoylchloridu.

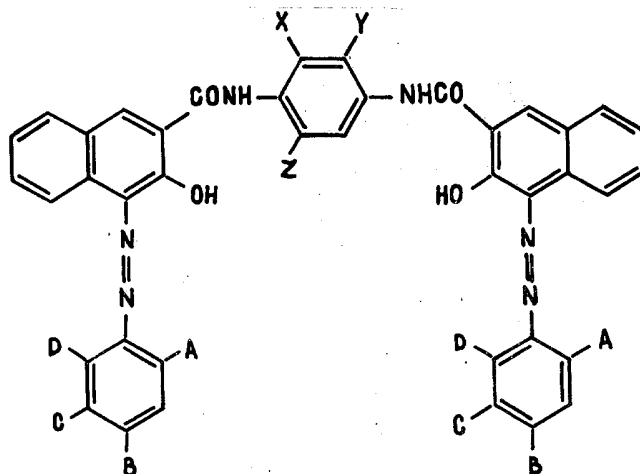
Kondenzace byla prováděna nejprve 1 hodinu při 60 °C a pak 4 hodiny při 110 °C. Teplota reakční směsi byla snížena na 85 °C a do vařáku bylo přidáno 17 g N-(3-aminopropyl)piperidinu. Při teplotě 85 °C byla suspenze míchána 120 minut. Pak byl obsah vařáku zfiltrován na Büchnerově nuči a koláč byl promyt etanolem a vodou. Produkt byl usušen do konstantní hmotnosti. Připravený červený pigment měl dobrou vydatnost, čistý odstín a byl migračně stálý.

Příklad 3

Postupem jako u příkladu 1 byla provedena kondenzace 1,4-fenylendiaminu a 1-(2,5-dichlorbenzenazo)-2-hydroxy-3-naftoylchloridu v molárním poměru 1 : 2,05. Po kondenzaci byl do vařáku přidán piperidin v množství 60 % hmot. na výsledný pigment a reakční směs byla zpracována stejným postupem jako v příkladu 1. Výsledný pigment měl velmi dobré koloristické vlastnosti a nemigroval v PVC.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob izolace disazokondenzačních pigmentů obecného vzorce

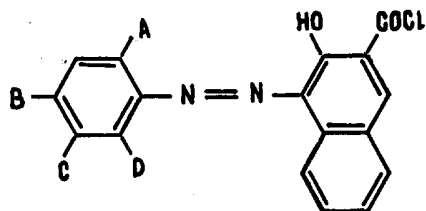


(I),

209383

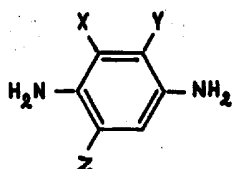
4

kde A, B, C, D jsou vodík, metyl, chlor, chlormetyl, NO_2 , CONH_2 , COOCH_3 , a X, Y, Z jsou vodík, metyl, chlor z reakční směsi po kondenzaci chloridu arylazokarboxylové kyseliny vzorce



(II),

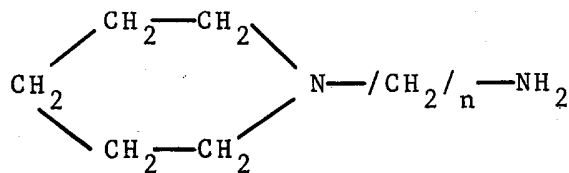
kde A, B, C, D mají význam uvedený výše, s aromatickým diaminem obecného vzorce



(III),

kde X, Y, Z mají význam uvedený výše, vyznačený tím, že na reakční směs po kondenzaci se působí piperidinem, nebo N-(ω -aminoalkyl)piperidinem vzorce

(IV),



kde $n = 2$ až 4 , v množství 10% až 110% hmot. na pigment při teplotě 40°C až 110°C , načež se pigment separuje, promyje alkoholem mísitelným s vodou, pak případně ještě vodou a vysuší.