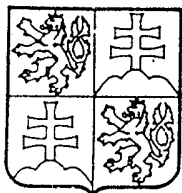


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

269 946

(21) PV 8465-87.P
(22) Přihlášeno 24 11 87

(40) Zveřejněno 13 10 89
(45) Vydáno 12 02 91

(11)
(13) B1
(51) Int. Cl.⁴
C 07 D 235/18

(75) Autor vynálezu GEMZOVÁ IVA Ing., PARDUBICE

(54) Způsob přípravy pigmentové formy trans
izomeru naftoylenbenzimidazolu

(57) Pigmentová forma se připravuje hydrolyzou KOC_2H_5 nebo NaOC_2H_5 adduktu ve vodě obsahující polyetylenoxidový vosk nebo chlorbenzenový roztok polyetylenoxidového vosku. KOC_2H_5 nebo NaOC_2H_5 addukt se připraví zahříváním v etanolu s KOH nebo NaOH za přítomnosti jen malého množství vody.

Předmětem vynálezu je způsob přípravy pigmentové formy trans izomeru naftoylenbenzimidazolu.

Kondenzací kyseliny naftalentetrakarbonové 1,4,5,8 s 1,2-diaminobenzenem vzniká směsné naftoylenbenzimidazolové barvivo, které se často dělí na izomery a směsné barvivo i izomery se používají jako kypová barviva nebo se izomery finalizují na pigmenty, které vzhledem ke svým stálostem za vysokých teplot nacházejí zejména v poslední době použití hlavně při barvení polypropylenového hedvábí. K dělení trans a cis izomeru se většinou používá rozdílné rozpustnosti jejich KOH addičních sloučenin, připravených zahříváním směsného barviva v prostředí obsahujícím vodu, etanol a KOH. Pevná KOH addiční sloučenina trans izomeru se oddělí od rozpustné KOH addiční sloučeniny cis izomeru a zpracuje na kypové barvivo nebo pigment. Podle literatury se pigmentové formy oranžového trans izomeru naftoylenbenzimidazolu dosahuje hydrolýzou světle šedožlutých KOH addičních sloučenin trans izomeru ve vroucí vodě nebo hydrolýzou KOH addiční sloučeniny trans izomeru ve vroucí vodě, obsahující 0,05 až 1 % pyridinu, dimethylformidu nebo butylaminu a hydrolýza se dokončí okyselením směsí kyselinou sírovou nebo zpracováním 33 až 50 % pasty draselné soli trans izomeru naftoylenbenzimidazolu v etanolu a louhu s povrchově aktivní látkou, například draselnou solí kyseliny abietové a hydrolýzou za současného okyselení směsí na pH 5,5 až 6 zředěnou kyselinou sírovou. Další způsob spočívá v mletí naftoylenbenzimidazolového barviva v přítomnosti Na_2SO_4 a komerční toluensulfonové nebo xylenulfonové kyseliny nebo ve zpracování vodné pasty trans izomeru naftoylenbenzimidazolu s alifatickou karbonovou kyselinou a alifatickým aminem nebo kalafunou.

Popsanými způsoby vznikají pigmenty, použitelné jako laky, eventuálně i pro vybarvení polypropylenového hedvábí v oranžových, oranžově hnědavých a červenavěoranžových odstínech. Vzhledem k tomu, že oranžový trans izomer v některých aplikacích zastupuje žlutý pigment, je žádoucí, aby jeho barevný odstín byl co nejžlutější a nejjasnější.

Nyní bylo nalezeno, že pigment trans naftoylenbenzimidazolu s vyšší vydatností, vyšší čistotou odstínu a žlutého odstínu oranže, vybarvující polypropylenové vlákno, vzniká, je-li ve vodě nebo ve vodě obsahující polyetylenoxidový vosk nebo chlorbenzenový roztok polyetylenoxidového vosku (o bodu tuhnutí $38 \pm 2^\circ\text{C}$, hustoty při 20°C 1,15 až 1,17, obchodního názvu například Apretár RV nebo Apretár P) hydrolýzován KOC_2H_5 nebo NaOC_2H_5 addukt trans naftoylenbenzimidazolu, krystalická oranžová sloučenina s nažloutlým odstínem, která vzniká zahříváním trans naftoylenbenzimidazolu s etanolem, obsahujícím maximálně 7 % vody, s výhodou zahříváním s 96% etanolem a pevným KOH nebo NaOH na 65 maximálně 70°C . Hydrolýza ve vodě nebo ve vodě obsahující polyetylenoxidový vosk nebo chlorbenzenový roztok polyetylenoxidového vosku se provede při 20 až 75°C .

Na rozdíl od postupu, při kterém je hydrolýzována KOH addiční sloučenina trans izomeru, vznikající z vodně alkoholicko-alkalického prostředí, je nyní hydrolýzována KOC_2H_5 (nebo NaOC_2H_5) addiční sloučenina trans izomeru. Hydrolýzou KOH addiční sloučeniny ve vodě nevzniká pigmentová forma, zatímco hydrolýzou KOC_2H_5 addiční sloučeniny vzniká pigmentová forma trans izomeru.

Příprava pigmentové formy trans naftoylenbenzimidazolu spočívající v přípravě KOC_2H_5 (nebo NaOC_2H_5) addiční sloučeniny trans naftoylenbenzimidazolu a v hydrolýze adduktu ve vodě, obsahující rozpustný polyetylenoxidový vosk nebo chlorbenzenový roztok polyetylenoxidového vosku, je předmětem tohoto vynálezu.

Pigment připravený postupem podle vynálezu je vydatný a vybarvuje polypropylenové hedvábí jasnou oranžovou barvou se žlutým odstínem.

Postup přípravy dále objasňují příklady.

Příklad 1.

10 g vysušeného trans naftoylenbenzimidazolu,

89 ml 96% etanolu a

19 g pevného KOH bylo za míchání zahřáto na 65 až 70 °C a při této teplotě mícháno 10 minut. Po ochlazení byla odfiltrována a ostře odsáta oranžová sraženina, která byla po částech vnesena do 200 ml vody 5 °C teplé obsahující 0,5 g polyetylenoxidového vosku obchodního názvu Apretár RV, rozpuštěného ve 2 ml chlorbenzenu. Po rozmíchání byla směs míchána 3 hodiny při normální teplotě, 3 hodiny při 70 až 75 °C. Ochlazená směs byla přefiltrována, filtrační koláč byl promyt etanolem a vodou. Po vysušení při 80 až 90 °C bylo získáno 8 g pigmentu vybarvujícího polypropylenové hedvábí jasně oranžovou barvou se žlutým odstínem.

Příklad 2.

10 g vysušeného trans izomeru naftoylenbenzimidazolu

90 ml 96% etanolu a

10 g pevného NaOH bylo za míchání zahříváno na 65 až 70 °C 60 minut. Po vychladnutí byla suspenze filtrována, ostře odsátý koláč oranžověžlutavé sraženiny adduktu byl po částech vnesen do 100 ml vody chlazené ledem, obsahující 0,5 g polyetylenoxidového vosku obchodního názvu Apretár P rozpuštěného ve 2 ml chlorbenzenu, 15 minut byla směs míchána za chlazení a potom za normální teploty 8 hodin. Po filtraci, promytí etanolem a vodou a vysušení při 80 až 90 °C bylo získáno 8 g pigmentu velmi jasné oranžové barvy se žlutým odstínem.

Příklad 3.

KOC₂H₅ addukt byl připraven jako v příkladě 1 a koláč adduktu byl po částech vnesen do vody ochlazené ledem na 5 °C, obsahující 0,4 g polyetylenoxidového vosku. Směs byla 5 hodin míchána při normální teplotě, pigment byl odfiltrován, promyt vodou a vysušen při 80 °C.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy pigmentové formy trans izomeru naftoylenbenzimidazolu, vyznačující se tím, že se připraví KOC₂H₅ nebo NaOC₂H₅ addiční sloučenina trans naftoylenbenzimidazolu zahříváním s etanolem obsahujícím maximálně 7 % vody, s výhodou s 96% etanolem a pevným KOH nebo NaOH na 65 až 70 °C, a ta se hydrolyzuje ve vodě, obsahující ve vodě rozpustný polyetylenoxidový vosk nebo chlorbenzenový roztok polyetylenoxidového vosku při teplotě 20 až 75 °C.