



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

206092

(II)

(B1)

(22) Přihlášeno 01 08 79
(21) (PV 5295-79)

(40) Zveřejněno 29 08 80

(45) Vydáno 02 05 84

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

(75)
Autor vynálezu

HORÁČEK JOSEF ing., RYBITVÍ,
NEČAS MIROSLAV ing. CSc. a
ČERMÁK JIŘÍ ing. CSc., PARDUBICE

(54) Způsob izolace disazokondenzačních pigmentů

Vynález se týká způsobu izolace disazokondenzačních pigmentů připravených reakcí halogenidu arylazokarboxylové kyseliny s aromatickým diaminem.

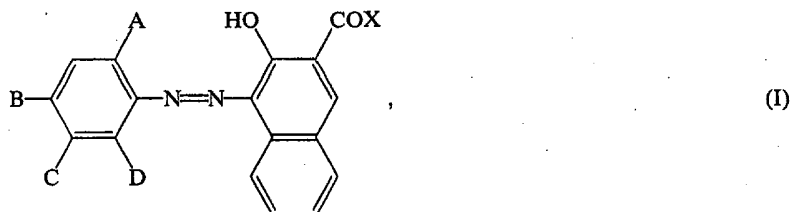
Vysoce hodnotné disazokondenzační pigmenty se připravují reakcí halogenidu arylazokarboxylové, zejména arylazonaftoové kyseliny s příslušným aromatickým diaminem v molárním poměru 2:1. Reakce se provádí v indiferentním bezvodém organickém rozpouštědle za zvýšené teploty. Pigment se z reakční směsi izoluje filtrací při teplotě nad 110 °C, pak se promyje horkým rozpouštědlem, dále alkoholem mísícím se s vodou a nakonec případně vodou. Vodný filtrační koláč se suší ve vhodné sušárně. Postup přípravy disazokondenzačních pigmentů je popsán v patentech např. Čs pat. č. 142 857, 143 034, 146 444, Čs. aut. osv. č. 154 505, 155 048, 162 342, NSR pat. 2 518 560, Švýc. pat. 297 020, 303 155, 304 984, 305 028, 397 913, atd.

Nevýhodou dosavadních způsobů přípravy je obtížná izolace pigmentu z reakční směsi po kondenzaci chloridu arylazokarboxylové kyseliny s aromatickým diaminem. Aby bylo získáno aplikačně vyhovující barvivo, musí být z pigmentu odstraněny všechny rozpustné vedlejší látky. To se dosahuje dokonalým promytím pigmentu indiferentním organickým rozpouštědlem při teplotě nad 110 °C, což klade vysoké nároky na konstrukční materiály separačních zařízení a navíc se zvyšuje nebezpečí zamoření pracovního prostředí výpary horkého rozpouštědla. Množství rozpouštědla, potřebné k dokonalému promytí pigmentu je velmi vysoké a tím rostou náklady na jeho regeneraci. Z ekologického a bezpečnostního hlediska je tedy dosavadní způsob izolace disazokondenzačních pigmentů značně náročný a nevýhodný.

Výzkumem bylo nyní zjištěno, že uvedené nevýhody se odstraní způsobem izolace disazo-

206 092

kondenzačních pigmentů podle vynálezu, který spočívá v tom, že na reakční směs po kondenzaci halogenidu azokarboxylové kyseliny obecného vzorce



kde A, B, C, D znamenají vodík, metyl, chlor, metoxyl, trifluormetyl, NO₂, CONH₂, COOCH₃, a X je chlor nebo brom, s aromatickým diaminem obecného vzorce



kde A, B mají význam uvedený výše a aminoskupiny jsou ve vzájemné *meta*- nebo *para*- poloze, přičemž kondenzace se provede v prostředí organického rozpouštědla za teploty 90 °C až 170 °C, se působí cykloalifatickým aminem obecného vzorce



kde R je H nebo alkyl o počtu uhlíků 1 až 5, nebo polyaminem vzorce



kde R je vodík nebo alkyl o počtu uhlíků 1 až 6, $m = 2$ nebo 3, v množství 10 až 100 % hmot. na pigment, při teplotě 40 °C až 120 °C, pigment se pak separuje filtrací nebo odstředěním a promyje metanolem nebo etanolem.

Kondenzace halogenidů azokarboxylových kyselin s aromatickým diaminem se provádí v prostředí organických rozpouštědel, např. v toluenu, xylenu, chlorbenzenu, dichlorbenzenu, trichlorbenzenu, chlortoluenu, nitrobenzenu atd. při teplotě 90 °C až 170 °C. Po kondenzaci se na reakční směs podle vynálezu působí cykloalifatickým aminem, např. cyklohexylaminem, N-cyklohexyl-1,3-propandiaminem, atd. v množství 10 % až 100 % hmot. na pigment při teplotě 40 °C až 120 °C. Směs se udržuje při této teplotě s výhodou za míchání po dobu např. 0,1 až 5,0 hodin. Pak se disazokondenzační pigment izoluje filtrací např. na vakuové nebo tlakové nuči nebo na kalolise, příp. odstředěním, při teplotě 40 °C až 100 °C. Produkt se promyje alkoholem mísícím se neomezeně s vodou, např. metanolem, etanolem, propanolem nebo butanolem. Získaný azokondenzační pigment se pak může promýt ještě vodou a vysušit ve vhodném sušícím zařízení.

Působením cykloalifatického aminu v reakční směsi po kondenzaci halogenidu azokarboxylové kyseliny s aromatickým diaminem se podstatně zvýší rozpustnost vedlejších produktů kondenzační reakce. Separaci výsledného pigmentu v reakční směsi je pak možno provést při teplotě 40 °C až 100 °C a získaný produkt se vůbec nemusí promývat horkým organickým rozpouštědlem, tak jak se to provádělo při dosavadních postupech. Způsobem izolace disazokondenzačních pigmentů podle vynálezu se odstraní obtíže při separaci produktu a sníží nároky na separační zařízení. Indiferentní organické rozpouštědlo se při novém postupu

izolace používá pouze jako prostředí při kondenzační reakci. Způsobem podle vynálezu se podstatnou měrou zlepšuje syntéza disazokondenzačních pigmentů z ekologického a bezpečnostního hlediska. Výsledné pigmenty mají dobré koloristické vlastnosti (čistý odstín, dobrou vydatnost) a jsou odolné proti migraci.

Způsob izolace disazokondenzačních pigmentů podle vynálezu je ilustrativně ukázán v následujících příkladech.

Příklad 1

Do vařáku bylo předloženo 747 g *o*-dichlorbenzenu a 7,6 2,5-dichlor-1,4-fenylendiaminu a směs byla za míchání zahřáta na 60 °C. Pak bylo vneseno 47,8 g 1-(2,5-dichlorbenzenazo)-2-hydroxy-3-naftoylchloridu a za míchání byla směs udržována 60 minut při 60 °C. Dále byla teplota vařáku zvýšena na 145 °C a takto bylo udržováno 180 minut, čímž se dokončí kondenzační reakce. Pak byla teplota reakční směsi snížena na 115 °C, do vařáku bylo vneseno 24 g cyklohexylaminu a při teplotě 110 °C až 120 °C byla směs míchána 120 minut. Obsah vařáku byl ochlazen na 60 °C a zfiltrován na vakuové nuči. Koláč byl promyt 750 ml etanolu a 700 ml vody. Produkt byl usušen při teplotě 80 °C až 90 °C do konstantní hmotnosti. Výsledný pigment měl dobrou vydatnost a čistý odstín v olejovém nátěru a v PVC a byl migračně stálý.

Příklad 2

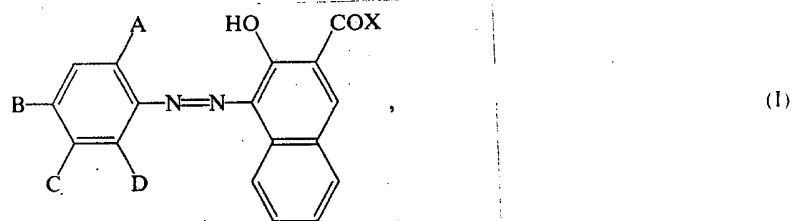
K suspenzi po kondenzační reakci, provedené postupem jako v příkladu 1, bylo přidáno 25 g N-cyklohexyl-1,3-propandiaminu a směs byla míchána při 90 °C po dobu 120 minut. Při této teplotě byla suspenze zfiltrována a produkt promyt 750 ml etanolu a 750 ml vody. Vlhký koláč byl usušen při teplotě asi 90 °C. Produkt měl velmi dobré koloristické vlastnosti.

Příklad 3

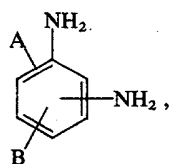
Postupem jako v příkladu 1 byla provedena kondenzace 23,9 g 1-(2,5-dichlorbenzenazo)-2-hydroxy-3-naftoylchloridu s 3,24 g 1,4-fenylendiaminu v prostředí 343 g *o*-dichlorbenzenu. Reakční směs byla pak míchána s 21 g N-cyklohexyl-1,3-propandiaminu 120 minut při teplotě 90 °C až 100 °C. Suspenze byla pak ochlazená na 50 °C a zfiltrována na vakuové nuči. Koláč byl promyt 250 ml etanolu a 250 ml vody. Usušený produkt měl velmi dobré koloristické vlastnosti a byl migračně stálý.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob izolace disazokondenzačních pigmentů z reakční směsi po kondenzaci halogenidu azokarboxylové kyseliny obecného vzorce



kde A, B, C, D znamenají vodík, metyl, chlor, metoxyl, trifluormetyl, NO₂, CONH₂, COOCH₃ a X je chlor nebo brom, s aromatickým diaminem obecného vzorce

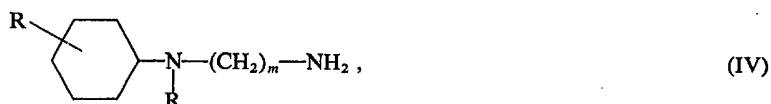


206 092

kde A, B mají význam uvedený výše a aminoskupiny jsou ve vzájemné *meta*- nebo *para*-poloze, přičemž kondenzace se provede v prostředí organického rozpouštědla, vyznačený tím, že na reakční směs po kondenzaci se působí cykloalifatickým aminem obecného vzorce



kde R je vodík nebo alkyl o počtu uhlíků 1 až 6, nebo cykloalifatickým polyaminem typu



kde R má význam uvedený výše a $m=2$ nebo 3, v množství 10 až 100 % hmot. na pigment, při teplotě 40 °C až 120 °C a pigment se po separaci promyje metanolem nebo etanolem.