



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

209385
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 09 B 33/06

(22) Přihlášeno 19 02 80

(21) (PV 1125-80)

(40) Zveřejněno 27 02 81

(45) Vydáno 01 07 83

(75)

Autor vynálezu

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

(54) Způsob izolace disazokondenzačních pigmentů

Způsob izolace disazokondenzačních pigmentů.
(Chemie).

Nový způsob izolace uvedených pigmentů z reakční směsi po kondenzaci chloridu arylazokarboxylové kyseliny s aromatickým diaminem tak, že se na reakční směs působí benzylaminem, deriváty benzylaminu nebo jejich ω -aminoalkylderiváty.

Pigmenty mají velmi dobré koloristické vlastnosti a nemigrují v plastických materiálech.

Vynález se týká způsobu izolace disazokondenzačních pigmentů z reakční směsi, která vznikne reakcí 1-arylazo-2-hydroxy-3-naftoylhalogenidu s aromatickým diaminem.

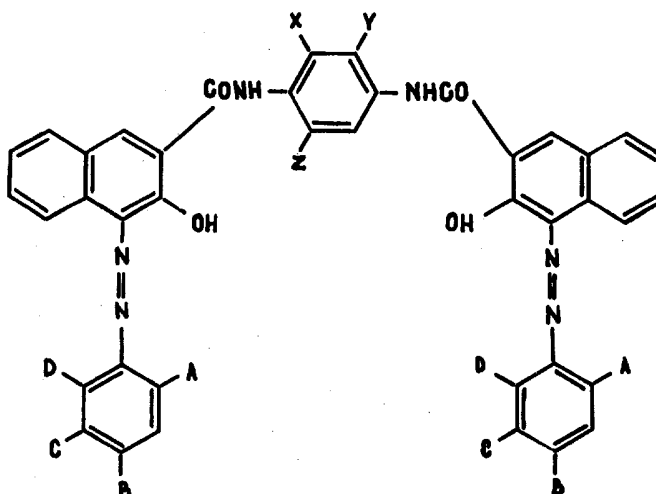
Disazokondenzační pigmenty se připravují reakcí 1-arylazo-2-hydroxy-3-naftoylhalogenidu s aromatickým diaminem v prostředí organického rozpouštědla. Tato příprava je popsána v mnoha patentech například švýc. pat. 297 020, 303 155, 304 984, 305 028, NSR pat. 2 518 560, čs. pat. 142 857, 143 034, 146 444, podle čs. autorského osvědčení č. 154 505, 155 040, 162 345, 177 736 atd.

Reakce probíhá v heterogenní směsi při zvýšené teplotě obvykle nad 120 °C. Aby bylo dosaženo co největší konverze pracuje se většinou v přebytku 1-arylazo-2-hydroxy-3-naftoylhalogenidu. Výsledná reakční směs pak obsahuje nadbytečný 1-arylazo-2-hydroxy-3-naftoylhalogenid a produkty vedlejších reakcí. Tyto látky je nutno z pigmentu odstranit. To se provádí filtrací a promýváním surového produktu velkým množstvím rozpouštědel při zvýšené teplotě cca 140 °C. Pro další bezpečné a hygienické zpracování je nutno promytý filtrační koláč promýt ještě alkoholem mísícím se s vodou a nakonec vodou. Takto

upravený pigment lze teprve vysušit a použít k vhodné aplikaci. Tento způsob je nevýhodný z hlediska ekonomického, protože je nutno ohřívat značné množství rozpouštědla a po promytí je nutno toto rozpouštědlo regenerovat. Další nevýhoda spočívá v tom, že se separace provádí při vysokých teplotách 140 °C a klade vysoké nároky na konstrukci a konstrukční materiály separačních zařízení. Promýváním velkými kvanty rozpouštědel vznikají také časové ztráty. Z ekologického hlediska je nutno celé separační zařízení dokonale izolovat, aby výpary horkých rozpouštědel neohrožovaly po zdravotní stránce okolí. Z čs. autorského osvědčení 209 383 je známa izolace disazokondenzačních pigmentů za přítomnosti piperidinu, piperazinu nebo N-(ω-aminoalkyl)piperidinu. Nyní bylo zjištěno, že lze izolaci provést též v prostředí benzylaminu anebo jeho derivátu. Uvedené látky jsou běžné polotovary v organické technologii a připravují se snadno hydrogenací příslušných nitrilů.

Uvedené nedostatky lze tedy odstranit způsobem izolace disazokondenzačních pigmentů podle vynálezu, který spočívá v tom, že se disazokondenzační pigment obecného vzorce

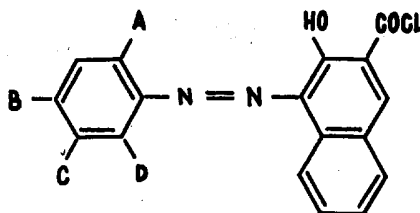
(I),



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

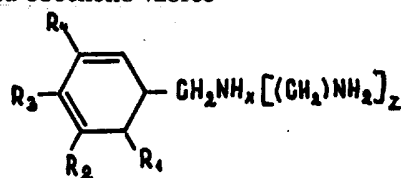
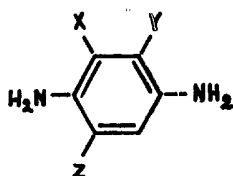
(II),



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

kde X, Y, Z mají význam uvedený výše, izoluje působením benzylaminu nebo jeho ω-aminoalkyl-derivátů obecného vzorce

(III),



kde R_1, R_2, R_3, R_4 jsou vodík, chlor, brom, metyl, $\text{CH}_3\text{O}-\text{C}_2\text{H}_5-\text{O}-$ a $x = 2 - z$, $y = 2$ až 4 a z je 0 nebo 1, v množství 10 % až 100 % hmot. na pigment při teplotě 40 až 110 °C, načež se pigment separuje, promyje alkoholem mísitelným s vodou, pak případně ještě vodou a vysuší.

Reakce 1-arylazo-2-hydroxy-3-naftoylchloridu obecného vzorce II s aromatickým diaminem obecného vzorce III se provádí v prostředí aromatických organických rozpouštědel, jako je například toluen, xylen, chlorbenzen, dichlorbenzen, trichlorbenzen, nitrobenzen, chlortoluen, při teplotě nad 100 °C. Po kondenzaci se na reakční směs působí benzylaminem, 3-methylbenzylaminem, 3,4-dimethoxybenzylaminem, 4-methylbenzylaminem, N-(3-aminopropyl)benzylaminem, N-(2-aminoethyl)benzylaminem, N-(4-aminobutyl)benzylaminem, N-(3-aminopropyl)-3-methylbenzylaminem, N-(3-aminopropyl)-4-methylbenzylaminem, 2-chlorbenzylaminem atd. v množství 10 až 100 % hmot. na pigment. Po přidání báze se směs udržuje za míchání při teplotě 40 až 110 °C. Přitom dojde k rozpuštění všech vedlejších produktů vzniklých při reakci 1-arylazo-2-hydroxy-3-naftoylchloridu s aromatickým diaminem popřípadě k rozpuštění nadbytečného 1-arylazo-2-hydroxy-3-naftoylhalogenidu, přičemž se vzniklý disazokondenzační pigment nerozpouští. Pigment se dále separuje z reakční směsi filtrací nebo odstředěním a zbytky organického rozpouštědla a aminu se odstraní promytím alkoholem mísitelným s vodou, například metanolem nebo etanolem. Produkt se nakonec může promýt vodou, usuší se ve vhodné sušárně a rozemele.

Výhodou způsobu izolace disazokondenzačních pigmentů podle vynálezu je to, že se odstraní dosavadní náročné a nepříjemné promývání surového pigmentu velkým množstvím organického rozpouštědla. Tím se sníží energetické nároky na ohřev tohoto rozpouštědla a na jeho regeneraci. Izolace pigmentu probíhá při nižší teplotě, což snižuje požadavky na konstrukční materiál separačního zařízení. Snížení množství rozpouštědel a snížení teploty při izolaci podstatně zmenšuje nebezpečí zamoření pracovního prostředí výpary organického rozpouštědla a na druhé straně zvyšuje výkonnost separačního zařízení. 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 10,8 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 49,5 g 1-(2,5-dichlorfenylazo)-2-hydroxy-3-naftoylchloridu. Teplota reakční směsi byla udržována 1 hodinu na 60 °C a pak 3 hodiny při 145 °C. Dále byla teplota směsi snížena na 100 °C, do vařáku bylo připuštěno 30 g benzylaminu a suspenze byla při 100 °C míchána 60 minut. Obsah vařáku byl pak zfiltrován na vakuové nuči, koláč byl rozmyt horkým etanolem a nakonec vodou. Pigment byl usušen při 105 °C do konstantní 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 byl použit pigment připravený dosavadním postupem):

olejový nátěr

– vydatnost 90/100

– odstín Ž

Polyvinylchlorid

– vydatnost 105/100

– odstín Ž 2 J

– migrace 5

Příklad 2

Postupem jako je uvedeno v příkladu 1 byla provedena reakce. Po ochlazení reakční směsi na 100 °C bylo k ní přidáno 30 g N-(3-aminopropyl)benzylaminu. Suspenze byla při 100 °C míchána 2 hodiny. Obsah vařáku byl zfiltrován na vakuové nuči, koláč byl promyt horkým etanolem a nakonec vodou. Pigment byl sušen při 105 °C do konstantní hmotnosti. Produkt měl dobrou vydatnost a čistý odstín v olejovém nátěru i v polyvinylchloridu a byl migračně stálý.

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

Olejový nátěr

– vydatnost 100/100

– odstín 1–2 J

Polyvinylchlorid

– vydatnost 110/100

– odstín 1–2 Ž 1 J

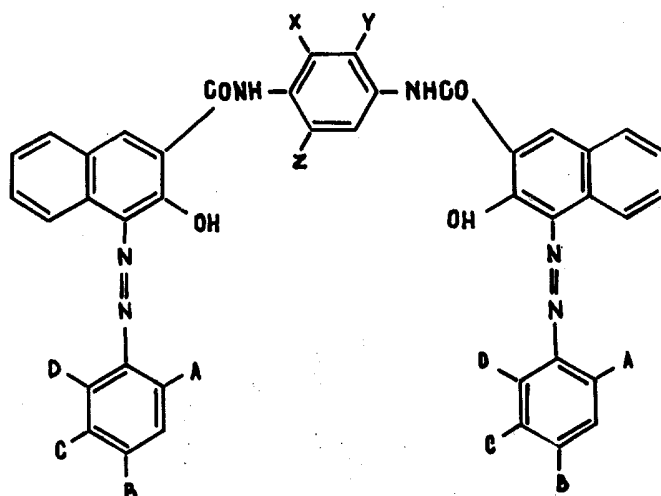
– migrace 5

Příklad 3

Postupem jako v příkladu 1 byla provedena kondenzace 1,4-fenylendiaminu a 1-(2,5-dichlorfenylazo)-2-hydroxy-3-naftoylchloridu v molárním poměru 1 : 2,05. Po kondenzaci byl do vařáku přidán N-(3-aminopropyl)-3-methylbenzylamin v množství 70 % na výsledný pigment. Reakční směs byla zpracována stejným způsobem jako v příkladu 1. Výsledný pigment měl velmi dobré vlastnosti a nemigroval v PVC.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob izolace disazokondenzačních pigmentů
obecného vzorce

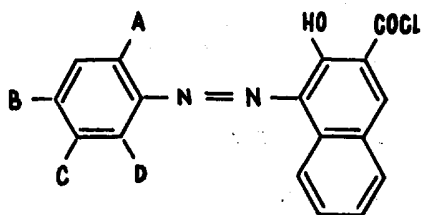


(I),

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

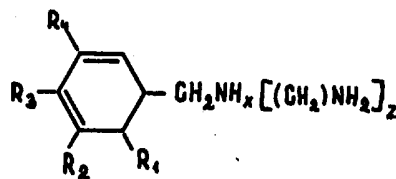
kde X, Y, Z mají význam uvedený výše, vyznačený tím, že se na reakční směs po kondenzaci působí benzylaminem, nebo jeho ω-aminoalkylderiváty obecného vzorce

(II),



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

(IV),



kde R₁, R₂, R₃, R₄ jsou vodík, chlor, brom, metyl, CH₃O, C₂H₅O a x = (2 - z), y = 2 až 4 a z je 0 nebo 1 v množství 10 až 100 % hmot. na pigment při teplotě 40 až 110 °C, načež se pigment separuje, promyje alkoholem mísitelným s vodou, popřípadě ještě vodou a vysuší.

(III),

