



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

202 380

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³

C 09 B 5/48

(22) Přihlášeno 20 11 78

(21) PV 7529-78

(40) Zveřejněno 30 04 80

(45) Vydáno 30 08 82

(75)

Autor vynálezu

VALÍK Josef, Ing., ŽALOUDEK Josef, dipl. tech.,
MATOULEK Jaroslav, dipl. tech. a
MAXA Milan, Ing., Ústí nad Labem

[54] Způsob přípravy indanthronu ve formě pigmentu s červenavě modrým odstínem

1

Vynález se týká přípravy indanthronu ve formě pigmentu s červenavě modrým odstínem.

Indanthron [N, N'-dihydro-1,1',2,2'-antrachinonazin] je klasické barvivo používané jako kypové barvivo a jako organický pigment, univerzálně použitelný pro lakářské, plastikařské a vláknařské účely, zvláště pro barvení polypropylenových vláken ve hmotě. Barvení polypropylenových vláken ve hmotě vyžaduje vysoce kvalitní pigment s dobrou dispergovatelností a termostabilitou v tavenině polypropylenu při teplotách kolem 300 °C. Tomuto požadavku vyhovuje jen velmi jemný a chemicky čistý pigment.

Nejpoužívanější způsob průmyslové výroby indanthronu je alkalicko-oxidační tavení 2-aminoantrachinonu s následující redukční rafinací vzniklého indanthronu dithionitátem sodným za vzniku sodné leukosoli indanthronu, která se po izolaci oxiduje vzduchem při 75 °C na tzv. surový indanthron. Tento produkt lze užít jako kypové barvivo, ne však jako pigment, neboť má malou vydatnost, kalný odstín a v tavenině polypropylenu je obtížně dispergovatelný.

Existuje několik postupů získávání indanthronu v pigmentové formě. Postup založený na oxidaci suspenze leukosloučeniny indanthronu sulfonovanými aromatickými nitrolátkami poskytuje červenavě modrý pigment lepších vlastností pro aplikaci než oxidace vzduchem. Tento postup je však ekologicky škodlivý, neboť při něm dochází

2

k znečišťování odpadních vod biologicky neodbouratelnými látkami, a vyžaduje značné množství drahých surovin. Jiný postup přípravy indanthronu ve formě pigmentu s červenavě modrým odstínem je založen na oxidaci indanthronu, přečištěného frakční krystalizací z kyseliny sírové, kyselinou dusičnou, kysličníkem manganičitým nebo kysličníkem chromitým, následující redukci solemi železnatými nebo sířičitanem a závěrečné úpravě v alkalickém roztoku redukujícího cukru za varu. Tento postup je několika-
stupňový, nákladný, neboť vyžaduje mnoho pomocných surovin, a technologicky náročný.

Nyní bylo zjištěno, že uvedené nevýhody odstraňuje způsob přípravy indanthronu ve formě pigmentu s červenavě modrým odstínem podle tohoto vynálezu. Tento způsob spočívá v tom, že se roztok indanthronu v koncentrované kyselině sírové vlije do nasyceného vodného roztoku síranu železnatého, okyseleného kyselinou sírovou na koncentraci 1 až 35 % hmot. kyseliny sírové v tomto roztoku, indanthron se oddělí ze vzniklé směsi, smísí se s vodným roztokem glukózy o hodnotě pH 7 až 14 v molárním poměru ke glukóze 1:1 až 1:8 a vzniklá suspenze se zahřívá při teplotě v rozmezí 70 °C až teplota varu. Postup podle vynálezu je tvořen kombinací dvou chemickotechnologických znaků, které se, každý samostatně, užívaly ve spojení s dalšími znaky k přípravě indanthronu v různých formách. Zcela

nová kombinace znaků v postupu podle vynálezu, tj. srážení indanthronu na koloidním kyselém síranu železnatém a následující redukce v alkalickém roztoku glukózy, je v technologickém provedení velmi jednoduchá při vysoké kvalitě získaného pigmentu.

Výchozí surovinou při postupu výroby podle vynálezu je s výhodou síran indanthronu, který se získá rozpuštěním surového indanthronu v 96 až 98 % kyselině sírové při teplotě do 40 °C, naředěním vzniklého roztoku na konečnou koncentraci kyseliny sírové 80 až 85 % a volnou krystalizací z tohoto roztoku za normální teploty.

Síran indanthronu se rozpustí v kyselině sírové a vzniklý roztok se vlije do nasyceného vodného roztoku síranu železnatého okyseleného kyselinou sírovou. Současně s koloidním kyselým síranem železnatým se vylučují jemné částice barviva. Vlitím suspenze do přebytku vody se kyselý síran železnatý rozpustí a indanthron o velikosti částic od 0,1 do 1,0 μm se oddělí filtrací a promyje do neutrální reakce. Takto zpracovaný indanthron se zahřívá ve vodném alkalickém roztoku glukózy ve výše uvedeném rozmezí teplot. K dosažení alkalického prostředí vodného roztoku glukózy se s výhodou použije hydroxid sodný nebo draselný v množství 2 až 3 moly na 1 mol glukózy. Konečná koncentrace připraveného roztoku glukózy je přibližně 0,1 až 0,2 M. Produkt se za horka oddělí od roztoku např. filtrací, promyje se horkou vodou do neutrální reakce, usuší se a homogenizuje mletím. Pro zlepšení dispergovatelnosti pigmentu v lakařských a plastikářských aplikacích je vhodné pigment sušit s dispergačními prostředky, nejlépe neionogenního typu.

Indanthron ve formě pigmentu s červenavě modrým odstínem získaný postupem podle vynálezu se svou kvalitou neliší od produktů získaných nejlepšími dosavadními postupy. Výborně se hodí pro lakařské, plastikářské a vláknařské účely, zejména pro barvení polypropylenových vláken ve hmotě na červenavě modré odstíny. Oproti dosavadním způsobům přináší postup podle vynálezu technologicky jednodušší řešení a zkrácení doby operace. Při tomto postupu se užívá jen několika málo surovin, které jsou snadno dostupné a levné. Postup podle vynálezu je ekologicky nezávadný.

Příklad 1

V 1600 g 96 % kyseliny sírové se během 1 h při normální teplotě rozmíchá 200 g

pasty síranu indanthronu, vzniklá směs se vlije do roztoku kyselého síranu železnatého, připraveného z 800 ml nasyceného roztoku síranu železnatého při 20 °C a 480 g 93 % kyseliny sírové. Viskózní temně modrá suspenze barviva se okamžitě vlije tenkým proudem do 5000 ml vody a po rozmíchání se barvivo odfiltruje a promyje vodou do neutrální reakce.

Filtrační koláč se vnese do roztoku 69 g hydroxidu sodného v 590 ml vody, rozmíchá se a přidá se 95 g glukózy ve 150 ml vody, načež se celkový objem směsi upraví přidáním vody na 3160 ml. Suspenze se vyhřeje na teplotu 90 °C, při které se 1 h míchá. Poté se suspenze za míchání ochladí na 80 °C, produkt se odfiltruje, promyje se vodou o teplotě 80 °C do neutrální reakce a suší při 70 °C v teplovzdušné sušárně. Získá se 51 g suchého pigmentu, který se mele na kolíčkovém mlýnu. Velikost primárních částic získaného pigmentu je v mezích od 0,1 do 1,0 μm .

Příklad 2

Filtrační koláč, získaný stejným postupem jako v příkladu 1, se vnese do předloženého roztoku 102 g hydroxidu sodného v 890 ml vody, rozmíchá se a přidá se roztok 141 g glukózy v 250 ml vody. Celkový objem suspenze se upraví přidáním vody na 4500 ml, vyhřeje se na teplotu 70 °C a 1 h se míchá. Poté se produkt odfiltruje, promyje vodou o teplotě 70 °C do neutrální reakce a suší se při 70 °C v teplovzdušné sušárně. Získá se 50,5 g suchého pigmentu, který se mele na kolíčkovém mlýnu. Získaný pigment má stejný rozsev jako pigment z příkladu 1.

Příklad 3

Filtrační koláč, získaný stejným postupem jako v příkladu 1, se vnese do roztoku 30 g hydroxidu sodného v 300 ml vody, rozmíchá se a přidá se roztok 45 g glukózy ve 100 ml vody, načež se celkový objem suspenze upraví přidáním vody na 2500 ml. Suspenze se vyhřeje k varu a 1 h se míchá. Po ochlazení na 80 °C se produkt odfiltruje, promyje vodou 80 °C teplotou do neutrální reakce a suší při 70 °C v teplovzdušné sušárně. Získá se 50 g suchého pigmentu, který se mele na kolíčkovém mlýnu. Získaný pigment má stejnou velikost primárních částic jako pigment z příkladu 1.

Způsob přípravy indanthronu ve formě pigmentu s červenavě modrým odstínem, je význačný tím, že se roztok indanthronu v koncentrované kyselině sírové vlije do nasyceného vodného roztoku síranu železnatého, okyseleného kyselinou sírovou na koncentraci 1 až 35 % hmot. kyseliny sírové

v tomto roztoku, indanthron se oddělí ze vzniklé směsi, smísí se s vodným roztokem glukózy o hodnotě pH 7 až 14 v molárním poměru ke glukóze 1:1 až 1:8 a vzniklá suspenze se zahřívá při teplotě z rozmezí 70 °C až teplota varu.