



(12) **CERERE DE BREVET DE INVENȚIE**

(21) Nr. cerere: **a 2009 00869**

(22) Data de depozit: **27.10.2009**

(41) Data publicării cererii:  
**29.04.2011** BOPI nr. **4/2011**

(71) Solicitant:  
• **UNIVERSITATEA TEHNICĂ "GHEORGHE ASACHI" DIN IAȘI,**  
*BD. PROF. D. MANGERON NR. 67, IAȘI, IS, RO*

(72) Inventatori:  
• **STAN CORNELIU SERGIU,** *STR. TUTORA NR. 7C, BL. E3, SC. C, AP. 16, ET. 3, IAȘI, IS, RO;*  
• **SIBIESCU DOINA,** *STR. NICOLINA NR. 19, BL. 952, ET. 1, AP. 2, IAȘI, IS, RO;*

• **ROȘCA IOAN,** *STR. BUCIUM NR. 32, BL. 32, SC. A, AP. 4, IAȘI, IS, RO;*  
• **CREȚESCU IGOR,**  
*STR. TUDOR VLADIMIRESCU BL. Q1, SC. B, ET. 2, AP. 10, IAȘI, IS, RO;*  
• **CHIRILĂ LAURA,** *LOCALITATEA AGAPIA, NT, RO;*  
• **ROMEN BUTNARU,** *STR. SF. LAZĂR NR. 11, BL. J2, AP. 5, ET. 1, IAȘI, IS, RO;*  
• **VIZITIU MIHAELA AURELIA,**  
*STR. VASILE STROESCU NR. 12, AP. 2, IAȘI, IS, RO*

(54) **COMPUȘI AL FE(III) ȘI PROCEDEU DE OBȚINERE**

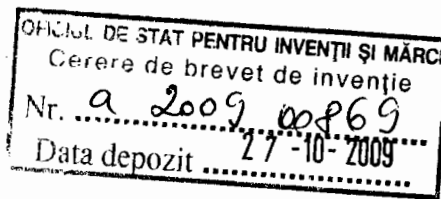
(57) Rezumat:

Invenția se referă la compuși de coordinație ai Fe(III) și la un procedeu de obținere a acestora. Compușii, conform invenției sunt sub formă de substanțe solide de culoare violet, solubile în apă la 20°C și prezintă o temperatură de descompunere de 190...200°C. Procedeu conform invenției constă din punerea în contact a FeCl<sub>3</sub> cu un colorant 2-amino-6-metoxibenzotiazol sulfonat de sodiu-1-naftol-4- sulfonat de sodiu, într-un raport molar

de 1:1, 1:2, 1:3, cu agitare timp de 90 min la temperatura camerei, în apă, produsul fiind separat prin centrifugare la 4000...5000 rpm, după care se spală de 5 ori cu un amestec apă:alcohol etilic 1:1 și se usucă la 105°C.

Revendicări: 2





## Compuși ai Fe(III) și procedeu de obținere

Invenția se referă la compuși ai Fe(III) utilizați la vopsirea lânii în industria textilă și procedeu de obținere a acestora.

Se cunosc în prezent numeroși compuși ai Fe (III) încadrați în categoria complexilor [1],[2] care se utilizează în procesele de vopsire a lânii.

Principalele dezavantaje ale compușilor sus menționați sunt:

- stabilitate scăzută a complexilor formați în baie de vopsire cu o influență negativă în procesele de prelucrare ulterioară a materialelor vopsite;
- calitate scăzută a materialelor vopsite cu acești compuși.

Cei mai asemănători complecși cunoscuți ai Fe folosiți în procesele de vopsire a lânii sunt combinațiile complexe ale Fe cu coloranți azoici.[1],[2].

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în obținerea unor noi compuși de coordinație ai Fe(III) cu 2-amino-6-metoxibenzotiazol sulfonat de sodiu →1-naphtol-4-sulfonat de sodiu cu aplicații în industria vopsirii lânii cât și metoda de obținere a acestora [3],[4],[5],[6].

Soluția problemei tehnice constă în sintetizarea a trei complecși ai Fe(III) cu 2-amino-6-metoxibenzotiazol- sulfonat de sodiu →1-naphtol-4-sulfonat de sodiu având solubilitate ridicată și caracteristici specifice pentru vopsirea lânii folosind un procedeu de obținere în soluție ai acestora.

Principalele avantaje ale invenției propuse sunt :

- permite obținerea a trei complecși cu Fe(III) cu solubilitate suficient de mare pentru a putea fi folosiți în procesele de vopsire a lânii;
- compușii obținuți nu sunt nocivi, au stabilitate termică mare și se sintetizează printr-un procedeu relativ simplu.

Conform invenției procedeu de obținere decurge într-un vas de reacție cu volumul de 1000-1500 mL prevăzut cu agitator magnetic în care se introduce 2-



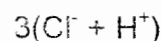
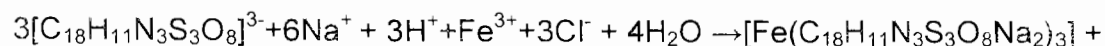
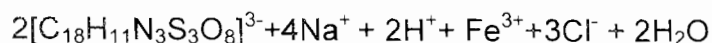
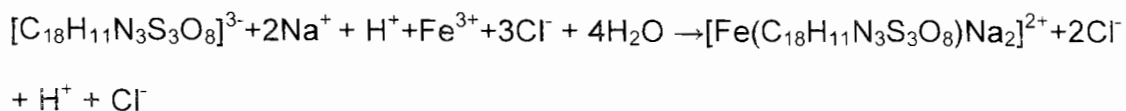
amino-6-metoxibenzotiazol- sulfonat de sodiu →1-naphtol-4-sulfonat de sodiu în concentrație 0,1M se porneste agitarea după care se introduce în masa de reacție FeCl<sub>3</sub> 0,1M. Amestecul reactant se agită circa 30 - 40 minute după care produsul rezultat se separă prin centrifugare folosind un separator centrifugal ce funcționează cu circa 4000-5000 rot/min. Precipitatul format în urma centrifugării se supune unei operații de uscare la temperatura de 105 °C.

Folosind acest procedeu randamentul reacțiilor de sinteză este în toate cazurile de peste 99 % și conduce la obținerea de produse solide, de culoare violet, cu solubilități în apă de 1,5-2% și de 20% în DMSO.

Se prezintă în continuare un exemplu de obținere a unuia dintre complexii menționați , respectiv →[Fe(C<sub>18</sub>H<sub>10</sub>N<sub>3</sub>S<sub>3</sub>O<sub>8</sub>Na<sub>2</sub>)(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub>]Cl<sub>2</sub> : într-un pahar Berzelius de 0,75 L prevăzut cu un agitator magnetic se introduc 500 mL apă, 0,05 moli de FeCl<sub>3</sub> și 0,05 moli 2-amino-6-metoxibenzotiazol-sulfonat de sodiu →1-naphtol-4-sulfonat de sodiu. Se agită amestecul obținut timp de 90 minute apoi se separă produsul solid prin centrifugare după care se spală succesiv cu un amestec de apă alcool etilic în raport volumetric 1:1, de cinci ori. După aceste operații produsul este supus uscării la temperatura de 105 °C până la pondere constantă.

Prin același procedeu se pot sintetiza produșii proveniți de la aceeași reactanți însă în raport molar 1:2 respectiv 1:3.

Reacțiile care au loc corespund următoarelor ecuații chimice:



Compușii sintetizați folosind procedeu sus menționat au fost testați la vopsirea lânii conform următoarei proceduri: s-au făcut patru vopsiri în mediu acid , pH=4



realizat cu acid sulfuric(1.a) si alte patru vopsiri in mediu acid , pH=4 realizat cu acid acetic(1.b) utilizând cei trei complecșii sintetizați mai sus și colorantul necomplexat.

Au fost luate in lucru 0,2 g lână, pentru fiecare caz. Baia de vopsire continând:4 mL soluție complex (colorant) de concentrație  $0,5 \cdot 10^{-3}$  mol/L, 16 ml apă sulfat de sodiu 3%, 0,05 mL acid sulfuric 10g/L (pH =4) , a fost adusă la temperatura de  $100^{\circ}\text{C}$ , și Hm=1:100. Timpul de lucru a fost de 10 minute.



## Revendicări

1. Compuși ai Fe(III) definiți de formulele:  $[\text{Fe}(\text{C}_{18}\text{H}_{10}\text{N}_3\text{S}_3\text{O}_8\text{Na}_2)(\text{H}_2\text{O})_4]\text{Cl}_2$ ,  $[\text{Fe}(\text{C}_{18}\text{H}_{10}\text{N}_3\text{S}_3\text{O}_8\text{Na}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_2]\text{Cl}$ ,  $\text{Fe}(\text{C}_{18}\text{H}_{10}\text{N}_3\text{S}_3\text{O}_8\text{Na}_2)_3$ , caracterizați prin aceea ca 2-amino-6-metoxibenzotiazol sulfonat de sodiu  $\rightarrow$  1-naftol-4-sulfonat de sodiu reprezintă anionul și având următoarele proprietăți fizico-chimice: sunt solizi, de culoare violet, solubili în apă la temperatura de 20 °C având timp de descompunere de 190-200 °C.

2. Procedeele de preparare a compușilor Fe(III) conform cu revendicarea 1. caracterizat prin reacțiile  $\text{FeCl}_3$  cu colorantul 2-amino-6-metoxibenzotiazol sulfonat de sodiu  $\rightarrow$  1-naftol-4-sulfonat de sodiu au loc în raport molar de 1:1,1;2,1:3 la temperatura camerei folosind ca solvent apă apoi produsul de reacție este separat prin centrifugare spălat succesiv cu alcool etilic și apă urmând a fi uscat la 105 °C până la pondere constantă.

