



(12)

BREVET DE INVENȚIE

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

(22) Data de depozit: **27/10/2009**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/05/2016** BOPI nr. **5/2016**

(41) Data publicării cererii:
29/04/2011 BOPI nr. **4/2011**

(73) Titular:
• **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,** *ȘOS.NICOLINA NR.19,
BL.952, ET.1, AP.2, IAȘI, IS, RO;*

• **ROȘCA IOAN,** *STR.BUCIUM NR.32,
BL.32, SC.A, ET.1, AP.4, IAȘI, IS, RO;*
• **CREȚESCU IGOR,**
*STR.TUDOR VLADIMIRESCU, BL.Q 1,
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*

(56) Documente din stadiul tehnicii:
GB 827655; GB 816396

(54) **COMPUS DE COORDINAȚIE AL FE(III) ȘI PROCEDEU
DE OBȚINERE**



RO 126207 B1

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

3 Se cunosc lucrări cum ar fi *Venkataraman, The chemistry syntetic dyes, vol. III, Academic Press, NY, 1970 sau Butnaru, R., Prezent și perspectivă în chimia textilelor, Ed. Sedcom Libris , 2001, Iași*, care descriu numeroși compuși ai Fe (III) încadrați în categoria complexilor care se utilizează în procesele de vopsire a lânii.

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

9 Brevetul **GB 827655** descrie compuși azo-benzotiazolici care conțin o componentă de cuplare metilenică reactivă, și complecși metalici ai acestora; atât componenta de diazotare, cât și cea de cuplare pot conține grefate grupări sulfonice, iar benzotiazolul poate fi substituit în poziția 6 cu o grupare metoxi; complexarea se poate efectua prin tratarea colorantului azoic rezultat cu o sare metalică, de exemplu, clorură ferică, prin încălzirea colorantului cu sarea metalică, într-un solvent organic; coloranții complecși rezultați pot fi folosiți pentru colorarea diferitelor tipuri de fibre, între care și lâna. De asemenea, **GB 816396** descrie coloranți benzotiazolici în care radicalul aril al benzotiazolului poate fi substituit cu o grupare sulfonică, ce pot fi metalizați în prezența sărurilor de cobalt, nichel sau fier; compușii azoici metalizați pot fi aplicați pe fibre de diferite tipuri, inclusiv lână, sub formă de dispersii apoase.

19 Coloranții benzotiazolici sunt cunoscuți în literatura de specialitate, fiind descriși în numeroase lucrări, cum ar fi *Țârlea M., ș.a., Caracterizarea fizico-chimică a aminobenzotiazolilor 6-substituiți cu CH₃, OCH₃, -Cl, -NO₂, Rev. Chim., 2006; Țârlea M. M., ș.a. Noi derivați acizi sulfonici obținuți prin sulfonarea a 2-aminobenzotiazolilor-6-substituiți, Rev. Chimie 58, nr.2, 2007, p. 218, București; Țârlea M. M., Coloranți benzotiazolici acizi utilizați pentru vopsirea suporturilor proteice, Rev. Chimie, 58, nr. 10, 2007, p. 972; Țârlea M. M., Teza de doctorat, "Coloranți benzotiazolici pentru substraturi de tip proteic", decembrie 2007, Universitatea Politehnica București.*

27 Principalele dezavantaje ale compușilor sus menționați sunt:

29 - stabilitatea scăzută a complecșilor formați în baia de vopsire, cu o influență negativă în procesele de prelucrare ulterioară a materialelor vopsite;

31 - calitatea scăzută a materialelor vopsite cu acești compuși.

33 Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în creșterea stabilității complecșilor în baia de vopsire, ceea ce conduce la creșterea calității materialelor vopsite.

35 Compusul de coordinație al Fe (III) cu coloranți benzotiazolici, conform invenției, înlătură dezavantajele menționate prin aceea că este reprezentat prin formula generală $[Fe(C_{18}H_{10}N_3S_3O_8Na_2)_m(H_2O)_n]Cl_p$, în care $m = 1, 2$ sau 3 , $n = 0, 2$ sau 4 , $p = 0, 1, 2$, este de culoare violet, solubil în apă la 20°C, și prezintă o temperatură de descompunere la 190...200°C.

37 Procedeul de obținere a compusului de coordinație al Fe (III), conform invenției, constă în reacția clorurii ferice cu colorantul 2-amino-6-metoxibenzotiazol sulfonat de sodiu → 1-naftol-4-sulfonat de sodiu, la un raport molar de 1:1, 1:2 sau 1:3, la temperatura camerei, folosind ca solvent apa, după care produsul de reacție este separat prin centrifugare, spălat succesiv cu alcool etilic și apă, și uscat la 105°C, până la greutate constantă.

41 Produsul rezultat este utilizat pentru vopsirea lânii.

43 Principalele avantaje ale invenției propuse sunt:

45 - permite obținerea a trei complecși cu Fe (III), cu solubilitate suficient de mare pentru a putea fi folosiți în procesele de vopsire a lânii;

47 - compușii obținuți nu sunt nocivi, au stabilitate termică mare și se sintetizează printr-un procedeu relativ simplu.

RO 126207 B1

Conform invenției, procedeul 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-naftol-4-sulfonat de sodiu în concentrație 0,1 M, se pornește agitarea, după care se introduce în masa de reacție FeCl_3 0,1 M. Amestecul reactant se agită circa 30...40 min, 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.

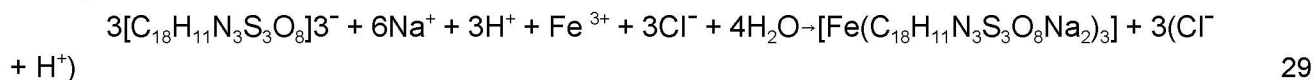
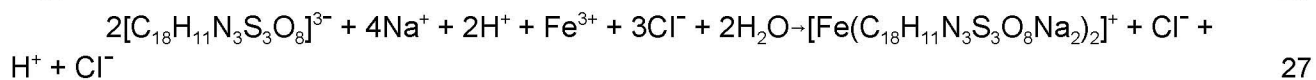
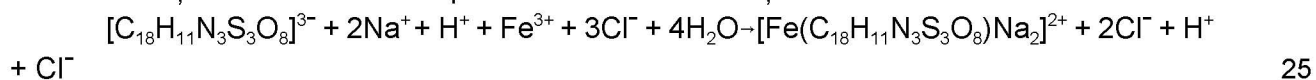
Se prezintă în continuare un exemplu nelimitativ de obținere a compușilor conform invenției.

Exemplu. Obținerea compusului reprezentat prin formula structurală $[\text{Fe}(\text{C}_{18}\text{H}_{10}\text{N}_3\text{S}_3\text{O}_8\text{Na}_2)(\text{H}_2\text{O})_4]\text{Cl}_2$

Într-un pahar Berzelius de 0,75 l, prevăzut cu un agitator magnetic, se introduc 500 ml apă, 0,05 moli de FeCl_3 și 0,05 moli 2-amino-6-metoxibenzotiazol-sulfonat de sodiu – 1-naftol-4-sulfonat de sodiu. Amestecul obținut se menține sub agitare timp de 90 min, 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 aceiași reactanți, însă în raport molar 1:2, respectiv, 1:3.

Reacțiile care au loc corespund următoarelor ecuații chimice:



Compușii sintetizați folosind procedeul sus menționat au fost testați la vopsirea lânii conform următoarei proceduri: s-au făcut patru vopsiri în mediu acid, $\text{pH} = 4$, realizat cu acid sulfuric (1.a), și alte patru vopsiri în mediu acid, $\text{pH} = 4$, realizat cu acid acetic (1.b), utilizând cei trei complecși sintetizați mai sus și colorantul necomplexat.

Au fost luate în lucru 0,2 g lână pentru fiecare caz. Baia de vopsire conținând: 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 10 g/l ($\text{pH} = 4$) a fost adusă la temperatura de 100°C și $\text{Hm} = 1:100$. Timpul de lucru a fost de 10 min.

RO 126207 B1

Revendicări

1
3 1. Compus de coordinație al Fe (III) cu coloranți benzotiazolici, **caracterizat prin aceea**
că este reprezentat prin formula generală:



în care $m = 1, 2$ sau 3 , $n = 0, 2$ sau 4 , $p = 0, 1$ sau 2 ,

7 este solid, de culoare violet, solubil în apă la 20°C , și prezintă o temperatură de
descompunere la $190\dots 200^\circ\text{C}$.

9 2. Procedeu de obținere a compusului de coordinație al Fe (III) definit în revendicarea
1, **caracterizat prin aceea că** are loc reacția clorurii ferice cu colorantul 2-amino-6-metoxi-
11 benzotiazol sulfonat de sodiu -1-naftol-4-sulfonat de sodiu, la un raport molar de 1:1, 1:2 sau
1:3, sub agitare timp de 90 min, la temperatura camerei, în apă, după care produsul de reacție
13 este separat prin centrifugare la 4000...5000 rpm, spălat succesiv cu un amestec de alcool etilic
și apă în raport volumetric de 1:1, și uscat la 105°C , până la greutate constantă.



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la: Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
sub comanda nr. 226/2016