



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

207599
(11) (B2)

(51) Int. Cl.³
C 09 B 45/01

(22) Přihlášeno 20 04 78

(21) [PV 2549-78]

(32) (31) (33) Právo přednosti od 20 04 77
(P-197515) Polská lidová republika

(40) Zveřejněno 15 09 80

(45) Vydáno 15 03 84

(72)
Autor vynálezu

PERUGIEWICZ JÓZEF dr. ing., CIEŚLAK WIESŁAW dr., PABIANICE,
OSIŃSKI JANUSZ dr. ing., ŁÓDŹ, OSIŃSKI STANISŁAW dr. ing. a
SAŁAGACKI RYSZARD dr. ing., PABIANICE (PLR)

(73)
Majitel patentu

PABIANICKIE ZAKŁADY FARMACEUTYCZNE „POLFA“, PABIANICE
(PLR)

(54) Způsob výroby vnitřně komplexních solí azobarviv s kobaltem nebo chromem, typu 1 : 2

1

Předmětem vynálezu je způsob výroby vnitřně komplexních solí azobarviv s kobaltem nebo chromem, typu 1 : 2, určených pro barvení bílkovinných vláken, polyamidových vláken a kůže z neutrálních nebo slabě kyselých lázní.

Jsou již známy způsoby výroby vnitřně komplexních solí azobarviv s kovy typu 1 : 2, majících složení vhodné pro léčiva; těmito azobarvivy jsou o,o'-dihydroxyazo, o-hydroxy-o'-karboxyazo nebo o-hydroxy-o'-aminoazo.

V závislosti na struktuře molekuly barviva a metalizačního činidla se metalizační reakce provádí ve vodném prostředí nebo v organických rozpouštědlech za zvýšené teploty a normálního nebo zvýšeného tlaku.

K nejdůležitějším způsobům výroby těchto sloučenin patří chromování o,o'-dihydroxyazobarviv pomocí chromsalicylových komplexních sloučenin ve vodném prostředí podle německého patentu 741 462, chromování pomocí chromitých solí ve formamidu podle německého patentu 715 082, kobaltování o,o'-dihydroxyazobarviv ve vodném roztoku v zásaditěm prostředí za použití síranu nebo chloridu kobaltnatého podle francouzského patentu 1 071 168 a německého patentu 934 905. Pro tvorbu vnitřně komplexních solí s kovy se azobarviva předem

2

odfiltrují a pak znovu rozpustí ve vodě nebo v organickém rozpouštědle nebo se používá roztoků nebo suspenzí barviv v reakční směsi získané po kopulaci.

Účelem vynálezu je metalizační proces podstatně urychlit a zjednodušit technologii získávání vnitřně komplexních solí azobarviv s kovy.

Podle vynálezu se metalizace provádí současně se sušením pastovitěho barviva ve fluidizační rozprašovací sušárně nebo v sušárně jiného typu při vysoké teplotě, s výhodou až do 230 °C.

Je tedy předmětem vynálezu způsob výroby vnitřně komplexních solí azobarviv s kobaltem nebo chromem, typu 1 : 2, vyznačující se tím, že se o,o'-dihydroxyazobarviva, o-hydroxy-o'-karboxyazobarviva, o-hydroxy-o'-aminoazobarviva v podobě past, suspenzí nebo roztoků smísí se sloučeninami uvolňujícími chrom a kobalt a suší se za teploty v rozmezí 160 až 230 °C.

Způsob podle vynálezu se účelně provádí tak, že se pasty o,o'-dihydroxyazobarviva, o-hydroxy-o'-karboxyazobarviva, o-hydroxy-o'-aminoazobarviva nebo jejich vodné suspenze před sušením mísí v mísiči s vhodným množstvím metalizačního činidla, načež se odvádějí pro sušení nejvýhodněji při teplotách až 230 °C. Metalizace probíhá sou-

časné se sušením barviva. Pro usnadnění metalizačního procesu je možno k pastám, suspenzím nebo roztokům určeným pro sušení přidávat smáčecí činidla, jako je například sodná sůl kyseliny butyl-naftalensulfonové (Nekalin S) nebo Polikol 42.

Dále uvedené příklady způsob podle vynálezu blíže objasňují.

Příklad 1

41 hmotnostních dílů monoazosloučeniny, připravené kopulací diazotovaného 2-aminofenol-4-sulfonamidu s 2-chlor-acetylacetanilidem v podobě pasty, se vnese do 300 objemových dílů vody a vzniklá směs se míchá až do rozplavení pasty, načež se přidá 46 objemových dílů 13,5 % vodného roztoku chloridu kobaltnatého a 3,9 objemového dílu 45% roztoku hydroxidu sodného. Suspenze se míchá 15 minut, načež se vede na talíř rozprašovací sušárny. Teplota přiváděného vzduchu je v rozmezí 180 až 190° Celsia. Po skončení sušení a metalizace se získá žlutohnědý prášek, který z neutrální nebo slabě kyselé lázně uděluje vlně, polyamidovým vláknům a kůži žluté zbarvení.

Suspenzi barviva je nutno přivádět tak rychle, aby barvivo nemohlo ulpívat na stěnách sušárny.

Příklad 2

37,3 hmotnostního dílu monoazosloučeniny, získané kopulací diazotovaného 2-aminofenol-4-sulfonamidu s 1-fenyl-3-methyl-5-pyrazolonem v podobě pasty, se vnese do 300 objemových dílů vody a 2 objemových dílů sodné soli kyseliny butyl-naftalensulfonové (Nekalin S). Směs se míchá až do rozplavení pasty. Pak se přidá 45 objemových dílů 15,5% vodného roztoku síranu kobaltnatého a 3,9 objemového dílu 45% roztoku hydroxidu sodného.

Vzniklá suspenze se míchá 15 minut, načež se vede na talíř rozprašovací sušárny. Teplota přiváděného vzduchu je v rozmezí 180 až 190 °C. Suspenzi barviva je nutno přivádět tak rychle, aby barvivo nemohlo ulpívat na stěnách sušárny.

Po skončení sušení a metalizace se získá žlutohnědý prášek, který z neutrální nebo

slabě kyselá lázně dává vlně, polyamidovým vláknům a kůži žlutohnědé zbarvení.

Příklad 3

34,3 hmotnostního dílu monoazosloučeniny, připravené kopulací diazotovaného 2-aminofenol-4-sulfonamidu s 2-naftolem, se vnese do 200 objemových dílů vody a 2 hmotnostních dílů sodné soli kyseliny butyl-naftalensulfonové (Nekalin S). Vzniklá směs se míchá do rozplavení pasty, načež se přidá 150 objemových dílů roztoku chromsalicylátu sodnodraselného, obsahujícího 2,86 gramatomu chromu. Suspenze se míchá 15 minut, načež se vede na talíř rozprašovací sušárny. Teplota přiváděného vzduchu je v rozmezí 220 až 230 °C. Suspenzi barviva je nutno přivádět tak rychle, aby barvivo nemohlo ulpět na stěnách sušárny.

Po skončení sušení a metalizace se získá hnědočerný prášek, který z neutrální nebo slabě kyselá lázně uděluje vlně, polyamidovým vláknům a kůži tmavě fialové zbarvení.

Příklad 4

20 hmotnostních dílů monoazosloučeniny, připravené kopulací diazotované kyseliny 2-aminobenzenkarboxylové s 1-(4'-sulfonamido)-fenyl-3-methyl-5-pyrazolonem, a 20 hmotnostních dílů monoazosloučeniny, připravené kopulací diazotované kyseliny 2-aminobenzenkarboxylové s 1-(4'-sulfo)-fenyl-3-methyl-5-pyrazolonem, se v podobě pasty vnese do 300 objemových dílů vody. Vzniklá směs se míchá až do rozplavení pasty.

Pak se přidají 43 objemové díly 16,6% vodného roztoku chloridu chromu nebo 55 objemových dílů mravenčanu chromu, obsahujícího 2,86 gramatomu chromu, jakož i 3,9 objemového dílu 45% roztoku hydroxidu sodného. Vzniklá suspenze se míchá 15 minut, načež se vede na talíř rozprašovací sušárny. Přiváděný vzduch má teplotu v rozmezí 220 až 230 °C. Suspenzi barviva je nutno přivádět tak rychle, aby barvivo nemohlo ulpět na stěnách sušárny.

Po skončení sušení a metalizace se získá žlutý prášek, který z neutrální nebo slabě kyselá lázně uděluje vlně, polyamidovým vláknům a kůži žluté zbarvení.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby vnitřně komplexních solí azobarviv s kobaltem nebo chromem, typu 1:2, vyznačující se tím, že se o,o'-di-hydroxyazobarviva, o-hydroxy-o'-karboxyazobarviva, o-hydroxy-o'-aminoazobarviva v podobě past, suspenzí nebo roztoků smísí se sloučeninami uvolňujícími chrom nebo

kobalt a suší se za teploty v rozmezí 160 až 230 °C.

2. Způsob podle bodu 1 k výrobě vnitřně komplexních solí azobarviv s kobaltem nebo chromem, typu 1:2, vyznačující se tím, že se k pastám, suspenzím nebo roztokům určeným pro sušení přidají smáčecí činidla.