



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

236 435

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita  
(22) Přihlášeno 29 12 83  
(21) PV 10191-83

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>

C 09 B 45/16

(40) Zveřejněno 17 09 84

(45) Vydáno 01 06 86

(75)

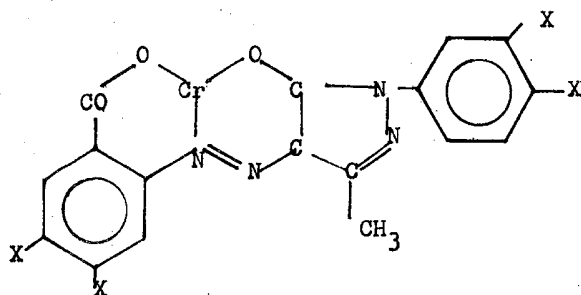
Autor vynálezu

HANOUSEK VÍTĚZSLAV ing.,  
PAVLÍKOVÁ JARMILA ing.,  
THOROVSKÝ ZDENĚK ing., ÚSTÍ NAD LABEM

(54)

Způsob přípravy chromitého komplexu monoazobarviva

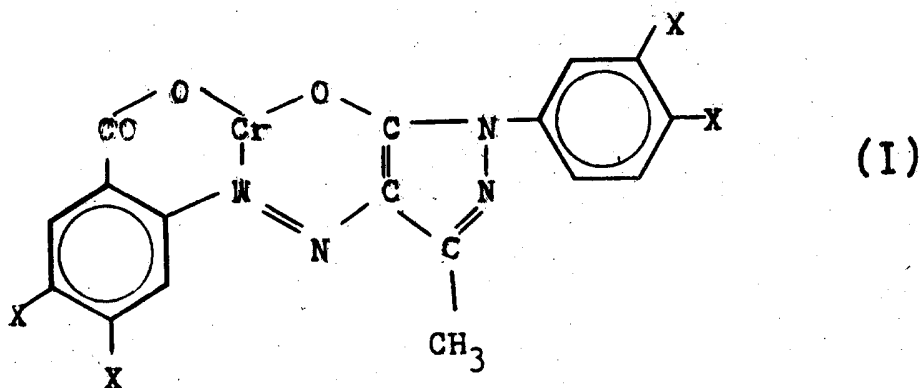
Způsob přípravy chromitého komplexu  
monoazobarviva obecného vzorce



chromací polobarviva ve vodném prostředí  
za přídavku 0,01 až 0,3 molu minerální  
kyseliny, vztaženo na 0,1 molu chromité  
sole.

236 435

Vynález řeší způsob přípravy chromitého komplexu monoazobarviva obecného vzorce I



kde:

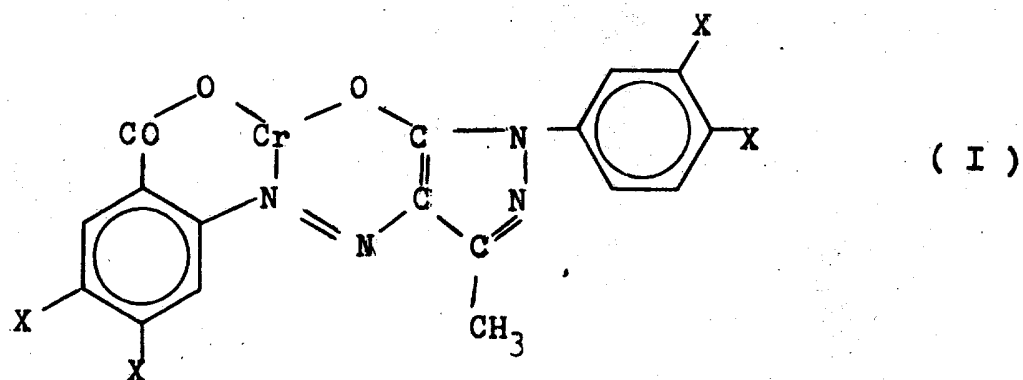
jedno ze čtyř X je  $-\text{SO}_3\text{H}$  a zbylá tři X jsou H.

Tento komplex je meziproduktem k výrobě barviv vhodných pro barvení vlny, hedvábí, polyamidových a polyuretanových vláken nebo jejich směsí ze slabě kyselé až neutrální lázně žlutými odstíny s vysokými stálostmi. Může být ale také použit i k jiným účelům.

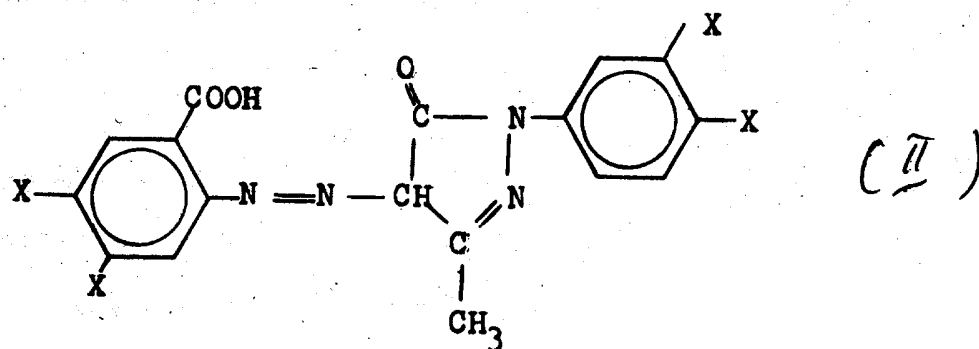
Uvedený chromitý komplex se připravuje působením chromitých solí na výchozí monoazobarvivo ve vodném prostředí při teplotě nad  $100^\circ\text{C}$  (v uzavřené nádobě) za přídavku 5 až 20 % hmot. kyseliny mravenčí vztaženo na hmotnost azobarviva.

Nevýhodou tohoto postupu je kromě dlouhé reakční doby i nutnost použití značného přebytku chromitých solí i mravenčí kyseliny, který nejen že nezaručí kvantitativní průběh chromace, ale při izolaci chromitého komplexu přechází do odpadních vod.

Nyní bylo nalezeno, že uvedené nevýhody odstraňuje způsob přípravy chromitého komplexu monoazobarviva obecného vzorce I



kde jedno ze čtyř X je  $-SO_3H$  a zbylá tři jsou atomy vodíku, chromací monoazobarviva obecného vzorce II



kde jedno ze čtyř X je  $\text{SO}_3\text{H}$  a zbylá tři X jsou atomy vodíku chromitými solemi ve vodném prostředí, podle vynálezu tím, že se chromace provádí za přídavku 0,01 až 0,3 mol minerální kyseliny vztaženo na 0,1 mol chromité sole, případně za přídavku 0,01 až 0,3 mol kyseliny mravenčí.

#### Příklad 1

0,1 mol neutrální kopulační suspenze monoazobarviva z 2-amino-4-sulfobenzoové kyseliny a 1-fenyl-3-methyl-5-pyrazolonu o objemu 500 ml se okyselí 0,1 mol kyseliny solné, přidá se 0,11 mol chloridu chromitého a reakční směs se zahřívá v uzavřeném kotlíku 3 hodiny na  $130^\circ\text{C}$ . Po ochlazení se vyloučený krystalický komplex odfiltruje. Získá se 72 g vlhkého = 55 g suchého, krystalického, chromatograficky zcela čistého produktu.

#### Příklad 2

0,1 mol monoazobarviva z 2-amino-5-sulfobenzoové kyseliny a 1-fenyl-3-methyl-5-pyrazolonu se rozpustí v 500 ml vody, okyselí 0,05 mol kyseliny sírové a přidá se 0,055 mol  $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18 \text{H}_2\text{O}$ . V kotlíku se zahřívá 3 hodiny na  $130^\circ\text{C}$ . Po ochlazení se filtrací izoluje 62 g vlhkého = 52 g suchého, krystalického, chromatograficky jednotného chromitého komplexu.

#### Příklad 3

K 0,1 mol neutrálního až slabě kyselého kopulačního roztoku (pH 5 až 7) monoazobarviva z 2-aminobenzoové kyseliny

lin y a 1(4'-sulfofenyl)-3-methyl-5-pyrazolonu o objemu 500 ml se přidá 55 g kamence chromito-dráselného (=0,11 mol  $\text{KCr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ), 17,8 g kyseliny mravenčí 85 % (= 15,13 g kyseliny mravenčí 100 % = 0,33 molu) a 0,075 mol kyseliny solné. Suspenze se zahřívá v uzavřeném kotlíku 5 hodin na  $110^\circ\text{C}$ . Po ochlazení se izoluje 61 g vlhkého = 53 g suchého krystalického, chromatograficky jednotného chromitého 1 : 1 komplexu.

#### Příklad 4

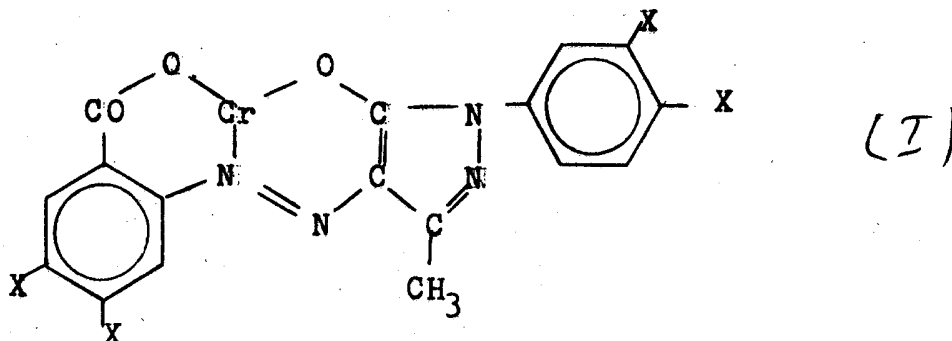
0,1 mol monoazobarviva<sup>z</sup>/2-aminobenzoové kyseliny a 1(3'-sulfofenyl)-3-methyl-5-pyrazolonu se rozpustí v 500 ml vody a přidavkem kyseliny solné upraví na pH 2,0 až 2,9. Přidá se 0,15 molu kyseliny solné a 0,55 molu hydr. kysličníku chromitého rozpuštěného v 17,8 g a kyseliny mravenčí 85%. Reakční směs se zahřívá v uzavřeném kotlíku 5 hodin na 115 až  $120^\circ\text{C}$ . Po ochlazení se získá 67 g vlhkého = 52 g suchého krystalického, chromatograficky jednotného produktu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

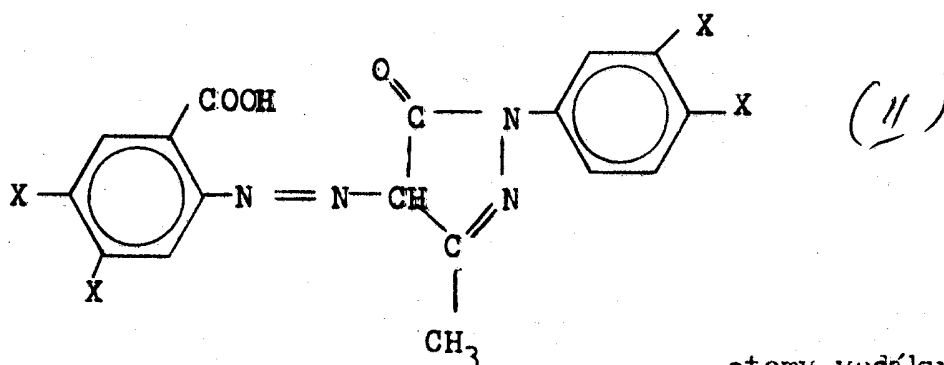
236 435

*monoazobarviva*

Způsob přípravy chromitého komplexu/obecného vzorce I



kde jedna ze čtyř X je  $-\text{SO}_3\text{H}$  a zbylá tři X jsou atomy vodíku  
chromací monoazobarviva obecného vzorce II



kde jedno ze čtyř X je  $-\text{SO}_3\text{H}$  a zbylá tři X jsou <sup>atomy vodíku,</sup> chro-  
mitými solemi <sup>jako jsou</sup> ~~chlorid~~, ~~síran~~, ~~kamenec~~, <sup>atovány</sup> ~~hydr~~ <sup>atovány</sup> kysličník  
chromitý ve vodném prostředí vyznačený tím, že se chromace  
provádí za přídavku 0,05 až 0,3 mol minerální kyseliny  
vztaženo na 0,1 mol chromité sole, případně za přídavku  
0,01 až 0,3 mol kyseliny mravenčí.