



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

255 038

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 31 07 86
(21) PV 5744-86.X

(51) Int. Cl.³

C 09 B 45/16

(40) Zveřejněno 11 06 87
(45) Vydáno 01 05 89

(75)

Autor vynálezu

MYŠIČKA ZDENĚK ing., ÚSTÍ NAD LABEM

(54)

Způsob přípravy sodné soli chromitého 2:1 komplexu
kyseliny 3-methyl-1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2-benzoové

Způsob přípravy sodné soli chromi-
tého 2 : 1 komplexu kyseliny 3-methyl-
1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2-benzoové
zahříváním mononatriové soli 3-methyl-
1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2-benzoové
kyseliny s mravenčanem chromitým v propy-
lenglykolu na teplotu 100 až 150 ° C,
s výhodou na 120 ° C.

255 038

Vynález se týká způsobu přípravy sodné soli chromitého 2 : 1 komplexu kyseliny 3-methyl-1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2-benzoové.

Je známo, že se dosud chromitý komplex vyrábí zahříváním výchozího monoazobarviva v prostředí formamidu nebo podle AO č. 184 122 v prostředí propylenglykolmočovina. V obou případech se získá amonná sůl tohoto komplexu, kterou je nutno izolovat a pak konvergovat na sodnou sůl dlouhodobým varem v přebytku vodného roztoku hydroxidu sodného. Případně se postupuje tak, že se směs okyselí minerální kyselinou, produkt se izoluje a pak neutralizuje přebytkem hydroxidu sodného.

Nevýhody obou zmíněných postupů spočívají na skutečnosti, že vzniklou sodnou sůl chromitého komplexu lze jen obtížně vyčistit tak, aby vyhovovala vysokým nárokům na čistotu vzhledem k požadované termostabilitě.

Konverze amonné soli na sodnou sůl je zdrojem znečištění, v prvním případě dlouhodobým varem v přebytku hydroxidu sodného, v druhém pak při vykyselení minerální kyselinou je způsoben částečný rozklad komplexu.

Nyní bylo nalezeno, že je možno s výhodou podle vynálezu připravit sodnou sůl 2 : 1 chromitého komplexu kyseliny 3-methyl-1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2-benzoové přímo chromací mononatriové soli kyseliny 3-methyl-1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2-benzoové zahříváním s mravenčanem chromitým v prostředí pro-

pylenglykolu na teplotu 100 až 150 °C, s výhodou 120 °C. Chromačního prostředí lze v tomto případě ještě využít k přečištění sodné soli vzniklého komplexu.

Výhodou navrhovaného způsobu přípravy je vysoká čistota produktu.

Příklad

17,2 g mononatriové soli 3-methyl-1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2-benzoové kyseliny se vnese do předlohy 40 ml propylenglykolu a 5 g mravenčanu chromitého při 120 °C a při této teplotě se udržuje 3 až 4 hodiny do vymizení výchozího monoazobarviva. Průběh chromace se sleduje chromatograficky. Chromační směs se pak zředí 450 ml vody a po přidavku 1,1 g hydroxidu sodného se zahřívá po dobu 2 až 3 hodiny na teplotu 80 až 90 °C. V průběhu zahřívání dochází ke změně krystalické modifikace barviva a resultují dobře filtrující jehličky. Barvivo se při 25 °C odsaje, získá se 30 g vodné pasty sodné soli 2 : 1 chromitého komplexu kyseliny 3-methyl-1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2-benzoové, po usušení při 100 °C 16,5 g tetrahydrátu ($M = 787$).

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy sodné soli chromitého 2 : 1 komplexu kyseliny 3-methyl-1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2-benzoové zahříváním mononatriové soli 3-methyl-1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2-benzoové kyseliny s mravenčanem chromitým, vyznačený tím, že se reakce provádí v prostředí propylenglykolu při teplotě 100 až 150 °C, s výhodou při 120 °C.