



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

254735

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 09 B 45/16
C 09 B 67/48

(22) Přihlášeno 31 07 86
(21) PV 5743-86.V

(40) Zveřejněno 14 05 87
(45) Vydáno 15 11 88

(75)

Autor vynálezu

MYŠIČKA ZDENĚK ing., Ústí nad Labem

(54) Způsob čištění sodné soli chromitého 2 : 1 komplexu kyseliny
3-methyl-1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2-benzoové

Způsob čištění sodné soli chromitého 2:1 komplexu kyseliny 3-methyl-1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2-benzoové zahříváním sodné soli chromitého 2:1 komplexu v alkalickém, vodně-propylenglykolovém prostředí na teplotu 80 až 100 °C. Zahříváním se vytváří nová krystalická modifikace barviva ve formě jehliček s proměnlivým obsahem vázané vody.

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

Barviva určená pro barvení PAD ve hmotě vyžadují vysokou thermostabilitu (300 °C) a s tím související vysoký stupeň čistoty. Toho lze dosáhnout jen v případě, že na každý technologický krok v přípravě barviva navazuje i účinný způsob čištění. V současné době se toto barvivo vyrábí pro účely, kde není požadována vysoká čistota, způsob čištění není v dostupné literatuře popsán.

Effektivního způsobu čištění sodné soli chromitého 2:1 komplexu kyseliny 3-methyl-1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2-benzoové, podle vynálezu, lze dosáhnout změnou krystalické modifikaci zahříváním v alkalickém, vodně-propylenglykolovém prostředí. V průběhu zahřívání se mění modifikace barviva vniklá při jeho přípravě v bezvodém prostředí, vytváří se nejprve koloidní hydratovaná forma umožňující uvolnění nežádoucích příměsí a jejich přechod do vodně-propylenglykolového prostředí. Dalším zahříváním se pak vytváří nová krystalická modifikace barviva ve formě jehliček s proměnlivým obsahem vázané vody.

Účinnost navrhovaného způsobu čištění sodné soli chromitého komplexu dokumentuje skutečnost, že v případě, že se jeho technologická příprava provádí v prostředí propylenglykolu, je možno využítí tohoto reakčního prostředí a spojit izolaci soli chromitého komplexu s jeho přečištěním.

P ř í k l a d 1

40 g sodné soli 2:1 chromitého komplexu kyseliny 3-methyl-1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2⁻-benzoové (M=715) se rozmíchá v 400 ml vody a po přidavku 20 ml propylenglykolu a 1,5 g NaOH se zahřívá po dobu 2 až 3 hodin na 80 až 90 °C. V průběhu zahřívání se vytváří nejprve koloidní forma barviva a umožňuje tak uvolnění nežádoucích příměsí, které přecházejí do daného prostředí. Dalším zahříváním se vytváří nová krystalická modifikace ve formě nepravidelných jehliček. Průběh přeměny se sleduje pod mikroskopem. Po ukončení přeměny se barvivo odsaje při 25 °C. Získá se cca 75 g vodné pasty mononatriové soli 2:1 chromitého komplexu kyseliny 3-methyl-1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2⁻-benzoové, po usušení při 100 °C 41 g (tetrahydrát M=787).

P ř í k l a d 2

Chromační směs získaná po chromaci 17,2 g mononatriové soli 3-methyl-1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2⁻-benzoové kyseliny mravenčanem chromitým v propylenglykolu, se zředí 10násobným množstvím vody a po přidavku 1,1 g NaOH se provede změna krystalické modifikace způsobem popsaným v příkladu 1. Získá se cca 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 (tetrahydrát M=787).

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob čištění sodné soli chromitého 2:1 komplexu kyseliny 3-methyl-1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2⁻-benzoové vyznačený tím, že se sodná sůl chromitého komplexu zahřívá v alkalickém, vodně-propylenglykolovém prostředí na teplotu 80 až 100 °C.