



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

218691
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 09 B 45/26

(22) Přihlášeno 11 06 81
(21) [PV 4368-81]

(40) Zveřejněno 31 12 81

(45) Vydáno 15 04 85

(75)

Autor vynálezu

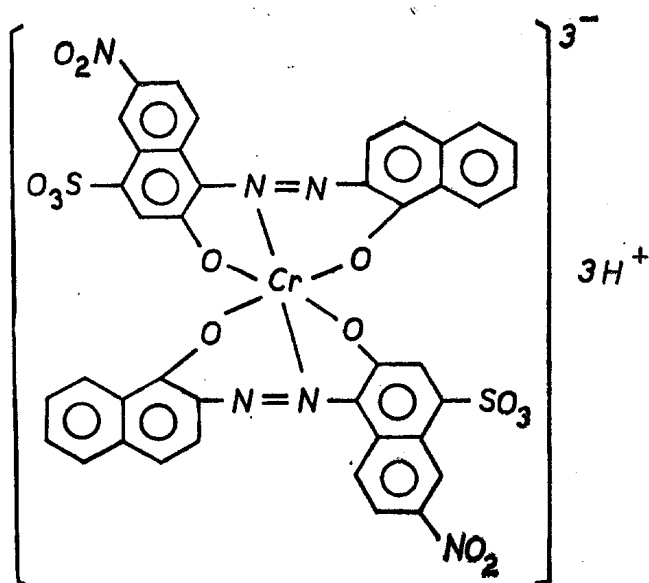
ROŠKOT MILOSLAV dipl. tech., KROTIL FRANTIŠEK, PIDRA EGON,
BERÁNEK MILAN RNDr., ÚSTÍ NAD LABEM

(54) Kyselé metalokomplexní čerň

1

2

Kyselé metalokomplexní čerň obecného
vzorce



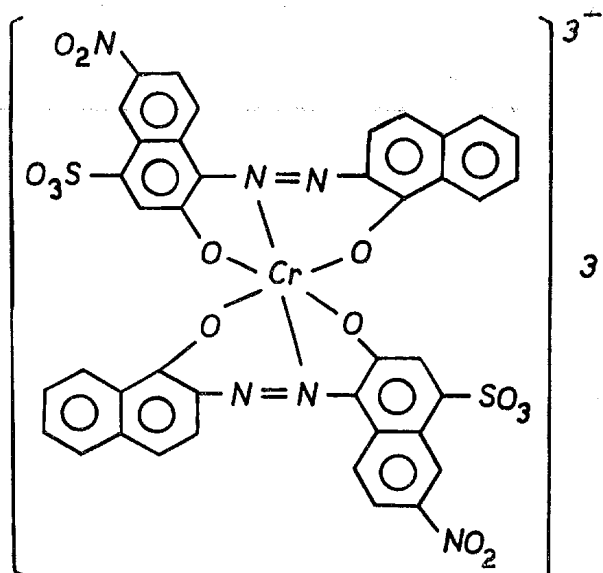
ve formě sodné, draselné nebo amonné soli je vhodná pro barvení polyamidu.

Vynález se týká nové kyselé metalokomplexní černě k barvení polyamidu.

K barvení polyamidu se používají barviva z různých technologických skupin, např. barviva disperzní, bazická, kyselé, reaktivní a jiná. Pro získání černých odstínů mají velký význam zejména barviva metalokomplexní, ve kterých je kov k barvivu v poměru 1:2, která se používají i k barvení vlny. Metalokomplexní barviva používána k těmto účelům neobsahují sulfoskupiny, ale jiné hydrofilní skupiny, jako $-\text{SO}_2\text{CH}_3$, $-\text{SO}_2\text{NH}_2$, $-\text{SO}_2\text{NHCH}_3$, $-\text{CONH}_2$ apod.

Barviva s uvedenými hydrofilními skupinami mají velmi dobré koloristické vlastnosti, nevýhodou je však technologicky náročnější příprava jejich meziproductů a z toho vyplývající vyšší cena finálního výrobku. Metalokomplexní barviva 1:2 obsahující sulfoskupiny se pro barvení nepoužívala, neboť vybarvují vlnu neegálně.

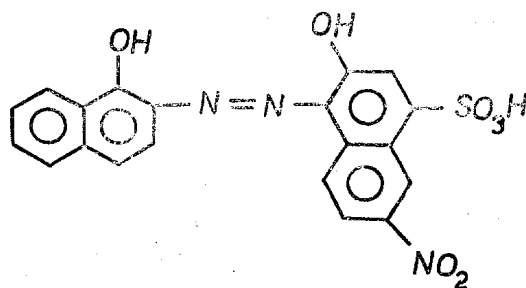
Předmětem vynálezu je kyselé metalokomplexní černě obecného vzorce



ve formě sodné, draselné nebo amonné soli.

Kyselé metalokomplexní černě, podle vynálezu, dává sice na vlně neegální vybarvení, ale jak bylo nyní zjištěno, je velmi vhodná pro barvení polyamidu na sytě černý odstín s vynikající stálostí na světle, v otěru i za mokra, také rozpustnost barviva je velmi dobrá, 40 g/l. Další výhodou barviva, podle vynálezu, je to, že výchozí meziproduct: 1-diazo-2-hydroxy-6-nitronaftalen-4-sulfokyselina je běžným velkotonážním produktem.

Kyselé metalokomplexní černě, podle vynálezu, obsahuje atom chromu, vázaný na 2 molekuly monoazobarviva obecného vzorce:



Z monoazobarviva ji lze připravit některým z běžných chromačních postupů, s výhodou chromací chromsalicylovou kyselinou. Tento postup je podstatně rychlejší, než postup přes chromitý komplex 1:1, jehož příprava je zdoluhavá a vyžaduje zvýšení teploty přes 100 °C. K přípravě komplexu je možno použít monoazobarvivo izolované nebo také přímo kopulační směs. Chromace chromsalicylovou kyselinou v slabě alkalickém až alkalickém prostředí (pH 7,5 až 11) a teplotě 80 až 90 °C probíhá relativně velmi rychle, 10 až 30 min. Hotové barvivo je možno izolovat buď přímo odpařením, nebo vysolením s případným slabým vykyselením a filtrací.

Příklad 1

Pasta monoazobarviva, připravená známým způsobem z 29,5 g 1-diazo-6-nitro-2-naftol-4-sulfokyseliny a 15,3 g 1-naftolu se rozmíchá ve 320 ml vody, vyhřeje na 80 °C a rozpustí přidavkem 1,6 až 2,0 g hydroxidu sodného ve formě cca 40% roztoku na pH 8 až 9 a ihned na to se připustí roztok 18,9 g chromsalicylové kyseliny (molekulová hmotnost jako volná kyselina) ve 130 ml vody, rozpuštěné přidavkem NaOH na slabě alkalickou reakci na fenolftalein. Při teplotě 80 až 85 °C a hodnotě pH 8 až 9 se míchá až do ukončení chromace, tj. 20 až 30 minut. Konec chromace se určí nejlépe chromatograficky (tenká vrstva silikagelu, soustava butylacetát-kyselina octová-voda 2:2:1) vymizení výchozího o,6-dihydroxyazobarviva [fialově hnědá skvrna o $R_F = 0,68$]; žádaný 1:2 komplex je fialově černá skvrna o $R_F = 0,59$. Modrá skvrna o $R_F = 0,71$ při nepřítomnosti výchozího barviva je znamením přebytku chromsalicylové kyseliny.

Barvivo, které je po chromaci částečně vyloučeno, se izoluje odpařením, např. na rozprašovací sušárně. Získané barvivo je černý prášek, který vybarvuje polyamid ze slabě kyselé lázně černým odstínem. Vybarvení má výborné stálosti na světle, v otěru i v mokrých stálostech.

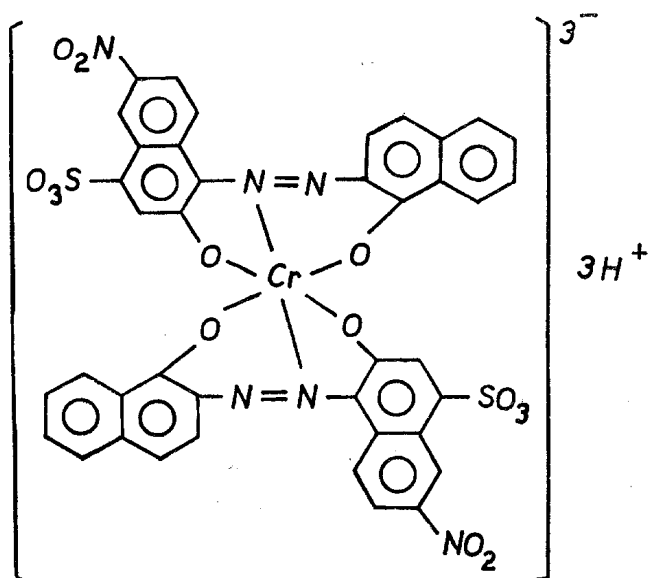
Příklad 2

K cca 250 ml alkalické suspenze po kopolaci monoazobarviva, připraveného ze stejných zásad jako v příkladu 1 se rychle připustí 90 °C teplý roztok 18,9 g chromsalicylové kyseliny, rozpuštěné ve 200 ml vody přidavkem hydroxidu sodného. Při tep-

lotě 80 až 85 °C se míchá až do ukončení chromace. Potom se vysolí 90 g chloridu sodného (20 % na objem), alkalita otupí na pH cca 6 přidavkem kyseliny solné a míchá do vychladnutí na 40 až 50 °C, vyloučené barvivo odfiltruje a usuší. Barvivo je po rozemletí černý prášek stejných vlastností, jako barvivo podle příkladu 1.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Kyselá metalokomplexní čerň obecného vzorce



ve formě sodné, draselné nebo amonné soli.