



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

239 547

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 03 07 84
(21) PV 5161-84

(51) Int. Cl.³
C 09 B 45/26

(40) Zveřejněno 15 05 85
(45) Vydáno 01 06 87

(75)
Autor vynálezu

ROŽIČKA KAREL ing., PARDUBICE;
MAXA MILAN ing., ÚSTÍ NAD LABEM

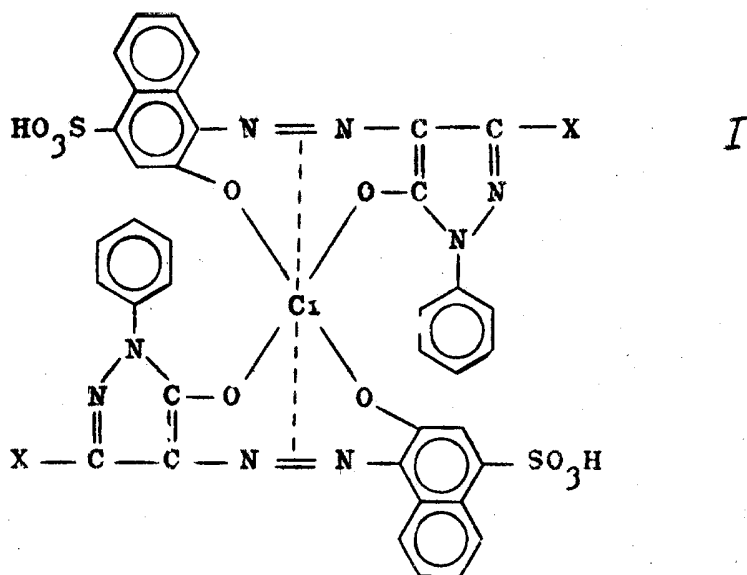
(54)

Způsob přípravy metalokomplexních barviv

Výhodnější způsob přípravy metalokomplexních barviv azokopulační reakcí 1-di-azo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny s 1-fenyl-3-metyl-5-pyrazolonem nebo 1-fenyl-3-karbamoyl-5-pyrazolonem a následnou chromací reakčního produktu. Účelu je dosaženo prováděním azokopulace za přítomnosti dvojmocného kationtu zinku ve formě amokomplexu v množství $1 \cdot 10^{-2}$ až $1 \cdot 10^{-1}$ molu na 1 mol diazotační komponenty.

239 547

Vynález se týká způsobu přípravy metalokomplexních azobarviv konstituce:



kde X je skupina $-\text{CH}_3$ nebo $-\text{CONH}_2$, spočívající v azokopulační reakci 1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny s 1-fenyl-3-metyl-5-pyrazolonem nebo 1-fenyl-3-karbamoyl-5-pyrazolonem a následné chromaci vzniklé sloučeniny.

Doposud běžně užívané způsoby přípravy výše uvedených metalokomplexních azobarviv spočívají v interakci diazotační komponenty s odpovídající kopulační komponentou ve slabě kyselém až silně alkalickém reakčním prostředí a následné chromaci vzniklého azobarviva různými chromačními činidly. Vzhledem k faktu, že elektrofilita diazotační komponenty je silně ovlivněna intramolekulární interakcí sousedních

funkčních skupin ($-\overset{+}{N}\equiv N$ a $-\text{OH}$), nelze za těchto podmínek dosáhnout kvantitativního průběhu azokopulační reakce. Proto se v praxi běžně používá značného přebytku kopulační komponenty, což je také nevýhodou doposud používaných způsobů přípravy uvedených typů metalokomplexních azobarviv. Další nevýhodou je potom nutnost odstranění nezreagovaných reakčních komponent, resp. jejich rozkladných produktů, které by jinak ve finálních metalokomplexních barvivech způsobovaly vedle snížení obsahu požadovaných syntetizovaných metalokomplexních azobarviv i zpravidla jejich odstínovou odchylku a zhoršení jejich některých koloristických vlastností.

Nyní bylo nalezeno, že uvedené nevýhody přípravy metalokomplexních barviv konstituce I odstraňuje způsob spočívající v azokopulaci diazotační komponenty, kterou je 1-diazo-2-naftol-4-sulfonová kyselina s kopulační komponentou, kterou je 1-fenyl-3-metyl-5-pyrazolon nebo 1-fenyl-3-karbamoyl-5-pyrazolon a chromací reakčního produktu azokopulace podle vynálezu tím, že azokopulace se provádí za přítomnosti dvojmocného kationtu zinku ve formě amokomplexu v množství $1 \cdot 10^{-2}$ až $1 \cdot 10^{-1}$ molu na 1 mol diazotační komponenty.

Způsob přípravy výše uvedených metalokomplexních barviv podle vynálezu je realizován přidavkem vodných roztoků anorganických solí dvojmocného kationtu zinku do reakční směsi před započítím azokopulační reakce, vedené v amoniakálním prostředí. Výhodné je použít uvedený konverzní katalyzátor ve formě předem připraveného amokomplexu zinečnatého kationtu, převedením odpovídajícího halogenidu nebo síranu, resp. dusičnanu přidavkem vodného roztoku amoniaku. Zvláště výhodné je, když azokopulační reakce je prováděna v přítomnosti uhličitánů nebo hydrogenuhličitánů alkalických kovů nebo amonných za relativně vysokých teplot, obvykle 50 až 100°C, kdy je dosaženo kvantitativního průběhu reakce při zachování ekvimolárního poměru reagujících komponent. To ve svém důsledku znamená

vytvoření příznivých podmínek pro následnou chromaci produktu azokopulační reakce přímo v reakční směsi bez izolace vzniklé azosloučeniny, působením vhodného chromačního činidla, což je výhodou způsobu podle vynálezu. Další výhodou způsobu podle vynálezu je dosažení selektivního průběhu azokopulační reakce a dosažení vysokého výtěžku následné chromace, což ve svém důsledku znamená značné zlepšení koloristických vlastností připravovaných metalizovaných produktů.

Příklad 1

87 dílů 1-feny-3-metyl-5-pyrazolonu se rozpustí pomocí 55 dílů bezv. uhličitanu sodného ve 450 dílech vody, při teplotě 60 °C. Do vzniklého roztoku se přidá roztok 1 dílu chloridu zinečnatého v 10 dílech vody a 6 dílech konc. roztoku amoniaku. Vzniklá směs se za míchání uvede do kopulačního reaktoru obsahujícího roztok 139 dílů amonné soli 1-diazo-2-naftol-4-sulfokyseliny ve 400 dílech vody. Vzniklá reakční směs se za míchání udržuje po dobu 1 h na teplotě 60 °C a poté se zvýší na 95 °C a přidá chromační činidlo, které se připraví rozpuštěním 40 dílů dvojchromanu draselného a 60 dílů kyseliny šťavelové ve 150 dílech vody při 90 °C, jehož působením dojde během 1 až 2 hodin ke vzniku 2 : 1 metalokomplexního barviva, vybarvujícího vlněné a polyamidové materiály modročerveným odstínem, které se z roztoku získá usušením na rozprašovací sušárně.

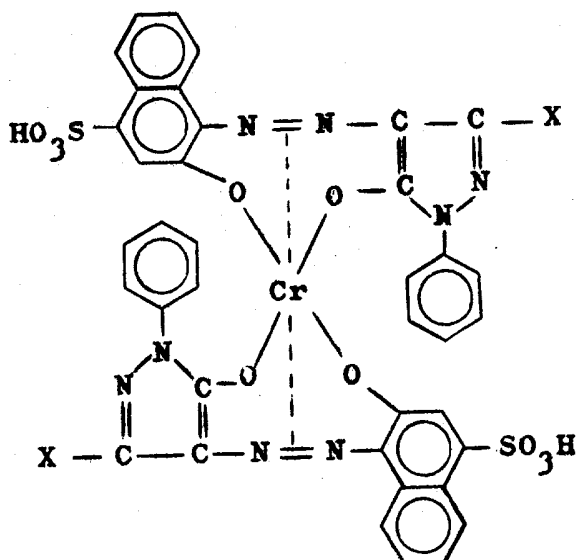
Příklad 2

2 : 1 metalokomplexní barvivo vybarvující vlněné a polyamidové textilní materiály modročerveným odstínem se získá stejným postupem jako v příkladu 1 avšak s tím rozdílem, že k azokopulační reakci se použije roztok 102 dílů 1-fenyl-3-karbamoyl-5-pyrazolonu místo 1-fenyl-3-metyl-5-pyrazolonu, připravený stejným způsobem jako v příkladu 1, do něhož se přidá roztok 6,7 dílů chloridu zinečnatého v 70 ml vody a 40 dílech konc. vodného roztoku amoniaku.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

239 547

Způsob přípravy metalokomplexních barviv konstituce



kde X je skupina $-\text{CH}_3$ nebo $-\text{CONH}_2$, azokopulační diazotační komponenty, kterou je 1-diazo-2-naftol-4-sulfonová kyselina s kopulační komponentou, kterou je 1-fenyl-3-metyl-5-pyrazolon nebo 1-fenyl-3-karbamoyl-5-pyrazolon a chromací reakčního produktu azokopulace, vyznačený tím, že azokopulace se provádí za přítomnosti dvojmocného kationtu zinku ve formě amokomplexu v množství $1 \cdot 10^{-2}$ až $1 \cdot 10^{-1}$ molu na 1 mol diazotační komponenty.