

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

267 473

(21) PV 5671-87.D
(22) Přihlášeno 29 07 87

(40) Zveřejněno 13 06 89
(45) Vydáno 02 07 90

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.³
C 09 B 45/26

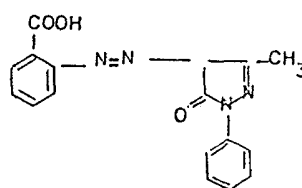
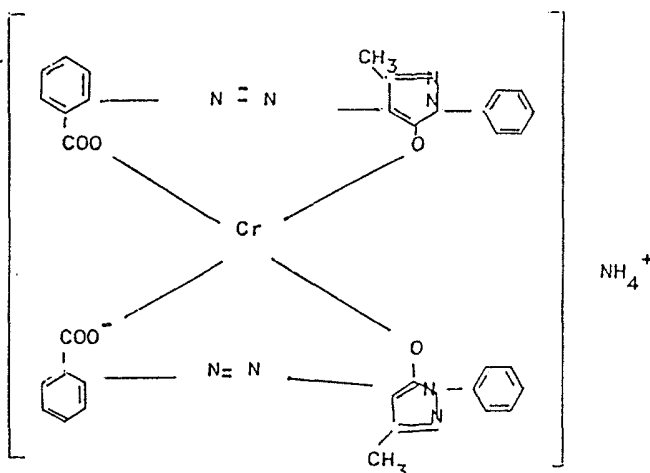
(75)
Autor vynálezu

MISTRÍK PAVEL ing., PARDUBICE

(54)

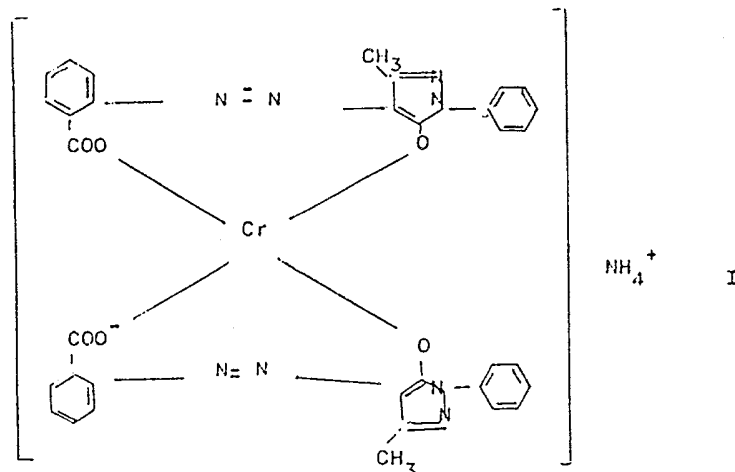
Způsob výroby termostabilní modifikace

(57) Způsob výroby termostabilní modifikace metalokomplexního barviva na bázi 1:2 chromitého komplexu kyseliny 2-/4-(1-fenyl-3-metylpyrazolin-5-on)azo/benzoové vzorce I působením kyseliny chromsalicylové na kyselinu 2-/4-(1-fenyl-3-metylpyrazolin-5-on)azo/benzoovou vzorce II ve vodném prostředí za přítomnosti močoviny.



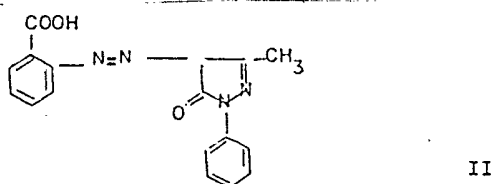
II

Vynález se týká způsobu výroby termostabilní modifikace metalokomplexního barviva na bázi 1:2 chromitých komplexů konstituce I.



Tato barviva se používají pro barvení polyamidů ve hmotě nebo vytahovacím způsobem.

Doposud jsou známy způsoby přípravy tohoto barviva spočívající v komplexotvorném působení mravenčanu chromitého na kyselinu 2-/4-(1-fenyl-3-methylpyrazolin-5-on)azo/benzoovou vzorce II



při teplotách od 110 do 120 °C v prostředí organických rozpouštědel jako je formamid a propylenglykol po dobu min. 6 hod. Tyto známé způsoby přípravy chromitých komplexů vzorce I poskytují barvivo v modifikaci, která není stabilní při vysokých teplotách potřebných k barvení polyamidu ve hmotě. Z těchto důvodů je třeba provádět převod na termostabilní modifikaci. Přeměna modifikace spočívá v zahřívání sodné soli 1:2 chromitého komplexu kyseliny 2-/4-(1-fenyl-3-methylpyrazolin-5-on)azo/benzoové ve vodě, případně ve 4 až 8 % roztoku solanky za tlaku od 0,2 MPa do 0,5 MPa po dobu 3 až 9 hod v teplotním rozmezí 120 až 180 °C.

Použití organických rozpouštědel negativně ovlivňuje jak ekonomickou stránku, tak i ekologickou stránku přípravy barviva. Doposud známé způsoby poskytují barvivo v modifikaci nestabilní při vysokých teplotách, a proto je nutný následný převod na modifikaci termostabilní.

Nyní byl nalezen způsob přípravy termostabilní modifikace metalokomplexního barviva na bázi 1:2 chromitého komplexu vzorce I působením kyseliny chromsalicylové na kyselinu vzorce II ve vodném prostředí za přítomnosti močoviny. Reakční doba se pohybuje od 3 do 12 hod a je závislá na množství přidané močoviny.

Při výrobě uvedeného barviva podle vynálezu vzniká jeho termostabilní modifikace, která je zapotřebí při barvení polyamidu ve hmotě, odpadá práce s organickými rozpouštědly, což zlepšuje hygienu práce a zároveň také odstraňuje problémy s regenerací těchto rozpouštědel po ukončení syntézy.

Níže uvedené příklady ilustrují způsob přípravy podle vynálezu, nejsou však jeho omezením.

Příklad 1

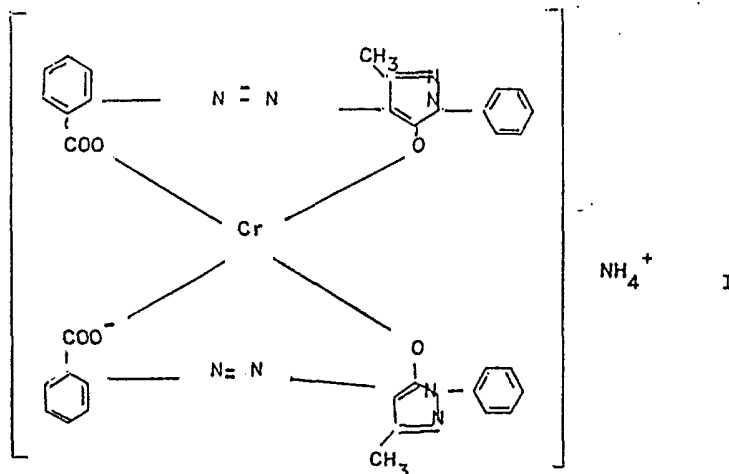
Nejprve se připraví chromační činidlo tak, že ke 20 dílům vody se za míchání přidá 15 dílů síranu chromitodraselného a vyhřeje na 70 °C, po rozpuštění se přidá postupně 11 dílů kyseliny salicylové, rozmíchá se a přidá se 40 dílů vody, směs se zahřeje k varu a vaří se 2 hodiny. Po vychlazení na 80 °C se reakční směs zneutralizuje 12 díly 25 % čpavkové vody. Do takto připraveného chromačního činidla se vnese 8,05 dílů kyseliny vzorce II, přidají se 2 g močoviny, směs se vyhřeje na 100 °C a při této teplotě je reakce ukončena za 6 hod. Vzniklé barvivo se za horka odsaje na nuči a vysuší při 100 °C. Reakcí se získá 8,9 dílů barviva.

Příklad 2

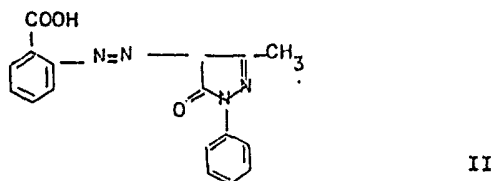
8,05 dílů kyseliny vzorce II se vnese do chromačního činidla připraveného jako v příkladu 1 a přidá se 25 dílů močoviny, vyhřeje na 100 °C. Reakce je ukončena po 3 hod. Reakční směs se vylije do 1 000 dílů vody a míchá se 1 hod. Pak se přidá 10 dílů chloridu sodného, barvivo se odsaje na nuči a vysuší při 100 °C. Reakcí se získá 8,8 dílů barviva.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby termostabilní modifikace metalokomplexního barviva na bázi 1:2 chromitého komplexu kyseliny 2-/4-(1-fenyl-3-methylpyrazolin-on)azo/benzoové vzorce I



reakcí chromsalicylové kyseliny s 2-/4-(1-fenyl-3-methylpyrazolin-5-on)azo/benzoovou kyselinou vzorce II



v přítomnosti močoviny, vyznačený tím, že se reakce provádí ve vodném prostředí.

Opravy ve vytištěných popisech vynálezů

Ve vytištěném popisu vynálezu k autorskému osvědčení 267 473, (PV 5671-87.D), byl chybně uveden vzorec v anotaci a definici vynálezu.

Správně : Vzorec vyráběného barviva se mění vypuštěním vazby mezi Cr a COO.

11.6.91.

21.6.91.

Palouček