



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

255 039

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 31 07 86
(21) PV 5746-86.B

(51) Int. Cl.4

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

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

(75)
Autor vynálezu

MYŠIČKA ZDENĚK ing., ÚSTÍ NAD LABEM

(54)

Způsob přípravy termostabilní krystalické modifikace
sodné soli chromitého 2 : 1 komplexu kyseliny 3-met-
hyl-1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2 -benzoové

Způsob přípravy termostabilní krystalické modifikace sodné soli chromitého 2 : 1 komplexu kyseliny 3-metyl-1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2 -benzoové jakožto vhodného barviva pro barvení PAD ve hmotě zahříváním hydratované formy nestabilní modifikace na teplotu 120 až 150 °C, případně za přítomnosti 4 až 8 % hmot. chloridu sodného, vztaženo na hmotnost barviva.

255 039

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

2 : 1 chromité komplexy o-hydroxy-o'-karboxykyselin jsou barviva vhodná pro barvení PAD ve hmotě, neboť dosahují vysoké termostability, potřebné pro tento způsob barvení. Jejich struktura však umožňuje vznik 6 stereoisomerů, jejichž fyzikální vlastnosti jsou ještě ovlivněny výskytem četných krystalických modifikací. Požadovanou termostabilitu lze však dosáhnout jen s použitím určitého stereoisomeru v určité krystalické modifikaci, vysoký stupeň čistoty v obou případech je též nezbytný.

Sodná sůl chromitého 2 : 1 komplexu kyseliny 3-methyl-1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2'-benzoové je barvivem tohoto typu, vyznačujícím se zvláště ^{vysokou} termostabilitou. Termostabilní stereoisomer této sodné soli, připravený zahříváním mononatriové soli kyseliny 3-methyl-1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2'-benzoové s mravenčanem chromitým v propylenglykolu, se vyskytuje ve dvou modifikacích: nestabilní modifikace má formu hydratovaných jehliček, stabilní modifikace má formu nehydratovaných destiček. V dostupné literatuře není popsán způsob přípravy termostabilní krystalické modifikace.

Způsob převedení hydratované formy nestabilní modifikace na nehydratovanou formu stabilní modifikace podle vynálezu, spočívá v zahřívání hydratované formy nestabilní modifikace ve vodném prostředí, popřípadě za přítomnosti 4 až 8% hmot. NaCl

(vztaženo na hmotnost barviva) na teplotu 130 až 150 °C. Způsob spočívá na základě odlišné rozpustnosti obou modifikací ve vodě nebo ve zředěné solance (např. 2%). Nestabilní forma je ve vodě omezeně rozpustná. Stabilní forma je ve vodě nerozpustná. Výhodou uvedeného způsobu je, že se tímto postupem získá jednotná modifikace v teoretickém výtěžku.

Způsob přeměny ve vodném prostředí lze aplikovat také tak, že se hydratovaná forma nestabilní modifikace zahřívá v atmosféře vodních par při uvedených teplotách.

Příklad 1

30 g vodné pasty s obsahem 17,7 g sodné soli 2 : 1 chromitého komplexu kyseliny 3-metyl-1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2'-benzoové (heptahydrát M=841) se suspenduje v 95 ml 2% hmot. solanky a zahřívá se na teplotu 120 až 150 °C po dobu 3 až 6 hodin. Úplnost přeměny hydratované formy nestabilní modifikace na nehydratovanou formu stabilní modifikace se určuje sledováním přeměny jehliček v destičky pod mikroskopem. Po ukončení přeměny se barvivo odsaje při 80 °C. Získá se 21 g pasty, po usušení při 100 °C 15 g termostabilního barviva sodné soli 2 : 1 chromitého komplexu kyseliny 3-metyl-1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2'-benzoové (M=715).

Příklad 2

17.7 g sodné soli 2 : 1 chromitého komplexu kyseliny 3-metyl-1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2'-benzoové (heptahydrát M=841) se zahřívá v rotačním autoklávu při teplotě 120 až 150 °C a tlaku nasycených vodních par po dobu 6 hodin. Získaná stabilní modifikace barviva se usuší při 100 °C. Výtěžek je 15 g sodné soli 2 : 1 chromitého komplexu kyseliny 3-metyl-1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2'-benzoové (M=715).

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

255 039

Způsob přípravy termostabilní krystalické modifikace sodné soli chromitého 2 : 1 komplexu kyseliny 3-metyl-1-fenyl-5-pyrazolon-4-azo-2'-benzoové, vyznačený tím, že se hydratovaná forma nestabilní modifikace zahřívá na teplotu 120 až 150 °C, s výhodou na 130 °C, případně za přítomnosti 4 až 8% hmot. chloridu sodného vztaženého k hmotnosti barviva.