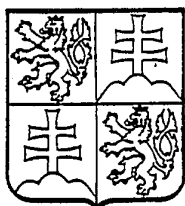


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

273 964

(21) PV 3530-89.P
(22) Přihlášeno 09 06 89

(40) Zveřejněno 14 08 90
(45) Vydáno 25 05 92

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁵

C 09 B 45/26//

C 09 B 45/06

C 09 B 45/16

(75) Autor vynálezu CHUDINA MIROSLAV ing.,
KOZUBEK VLAĐIMÍR ing., ÚSTÍ NAD LABEM

(54) Způsob přípravy symetrického, šedého 1 : 2 chromi-
tého komplexu

(57) Je řešen způsob přípravy 1 : 2 chromi-
tého komplexu azobarviva 1-hydroxy-4-metyl-
sulfamoylbenzen-2-azo-8'-(1'-acetamino-7'-
hydroxynaftalenu) chromací uvedeného azo-
barviva alkalickým dvojchromanem za přítom-
nosti redukujících cukrů tak, že se nejprve
ke kopulační suspenzi přidá roztok dvoj-
chromanu a teprve až po vyhřátí na teplotu
95 až 98 °C se přidá roztok 0,3 až 0,45 mol
redukujících cukrů na 1 mol nasazeného a-
zobarviva, tak aby tento roztok přitékal
po dobu 40 až 90 minut a reakce se potom
nechá během 10 až 20 minut doběhnout.

Vynález se týká způsobu přípravy symetrického šedého 1 : 2 chromitého komplexu azobarviva 1-hydroxy-4-metylsulfamoylbenzen-2-azo-8'-(1'-acetamino-7'-hydroxynaftalenu).

V současné době se předmětné barvivo průmyslově vyrábí pouze chromací uvedeného azobarviva v alkalickém prostředí chromačními činidly na bázi disalicylochromátů. Jednotlivé způsoby se od sebe liší použitím louhové nebo sodové alkalického prostředí, popřípadě použitím disalicylochromátu draselného, sodného nebo amonného. Společnou nevýhodou všech těchto způsobů je zdlouhavá, energeticky i ekonomicky náročná příprava disalicylochromátů.

Z patentové literatury jsou známy postupy chromace, které využívají redukční schopnosti některých monosacharidů, ale tyto nejsou využívány pro řadu nevýhod, které s sebou přináší použití šestimocného chromu. Například britský patent č. 758 016 sice neuvádí postup přípravy předmětného barviva, ale obecně popisuje přípravu 1 : 2 chromitých komplexů barviv, obsahujících skupiny schopné chromace, pomocí dvojchromanu za přítomnosti redukujících cukrů v alkalickém prostředí. V příkladové části tohoto patentu je doložen pouze způsob, při kterém je během 10 až 20 'do alkalické kopulační suspenze dávkován roztok dvojchromanu a redukujícího cukru, přičemž je použito 135 až 180 kg glukózy (tj. 0,75 až 1 mol) na 1 mol nasazeného barviva. Tento postup nenašel v průmyslové praxi uplatnění jednak vzhledem k vysoké spotřebě redukujících cukrů, jednak vzhledem ke skutečnosti, že takto připravená barviva byla nejednotná vzhledem k vyššímu obsahu produktů vedlejších reakcí a ve srovnání s barvivy, která byla připravena pomocí kyseliny salicylové, poskytovala kalnější vybarvení.

Částečně se tyto nevýhody podařilo odstranit vedením chromace v organických rozpouštědlech (DOS 2 913 719), avšak použití organických rozpouštědel vyžaduje nákladnější aparaturní vybavení.

Nyní bylo nalezeno, že uvedené nevýhody odstraňuje způsob přípravy šedého 1 : 2 chromitého komplexu azobarviva 1-hydroxy-4-metylsulfamoylbenzen-2-azo-8'-(1'-acetamino-7'-hydroxynaftalenu) chromací alkalické kopulační suspenze alkalickým dvojchromanem za přítomnosti redukujícího cukru, nebo směsi redukujících cukrů podle vynálezu, jehož podstatou je, že se ke kopulační suspenzi nejdříve přidá vodný roztok 0,25 až 0,32 molu alkalického dvojchromanu na 1 mol nasazeného azobarviva a potom se reakční směs vyhřeje na teplotu 95 až 98 °C, při této teplotě se do reakční směsi začne pomalu přidávat vodný roztok 0,3 až 0,45 mol redukujícího cukru, nebo směsi redukujících cukrů tak, aby roztok redukujícího cukru nebo směsi redukujících cukrů přitékal do reakční směsi po dobu 40 až 90 minut, potom se reakční směs na této teplotě udržuje dalších 10 až 20 minut a potom se běžným způsobem provede izolace vyrobeného barviva.

Výhody postupu podle vynálezu spočívají v možnosti vedení chromace ve vodném prostředí jednodušším a rychlejším postupem s využitím šestimocného chromu, poskytujícím jednotné barvivo, naprosto rovnocenné barvivo připravenému chromací s disalicylochromáty. Bylo zjištěno, že monoazobarvivo 1-hydroxy-4-metylsulfamoylbenzen-2-azo-8'-(1'-acetamino-7'-hydroxynaftalen) je o,o'-dihydroxyazobarvivo, vykazující vysokou stabilitu vůči oxidačním účinkům alkalických dvojchromanů ale poměrně snadno se za vyšších teplot rozkládá působením redukčních činidel. Postup chromace podle vynálezu tedy představuje podmínky, při kterých prakticky nedochází k destrukci monoazobarviva a zároveň nedochází ke vzniku stabilních komplexů chromu s použitými sacharidy, které mají vliv na zvýšenou spotřebu obou činidel.

Příklad 1

Kopulační směs, obsahující 0,13 molu azobarviva 1-hydroxy-4-metylsulfamoylbenzen-2-azo-8'-(1'-acetamino-7'-hydroxynaftalen), jejíž pH je upraveno na 9,2 se za neustálého míchání začne zahřívát. Při teplotě 80 °C se ke kopulační suspenzi přidá roztok 11 g $K_2Cr_2O_7$ ve 100 ml vody a směs se dále vyhřívá na teplotu 95 až 98 °C. Při této teplotě se během 60 minut do reakční směsi připustí roztok 8 g glukózy v 50 ml vody tak, že posledních

15 ml roztoku se přikapává poloviční rychlostí než prvních 35 ml. Po dalších 15 minutách je chromace ukončena. Barvivo se ochladí a přidavkem 43 g NaCl vysolí z roztoku a izoluje filtrací. Po usušení bylo získáno 52 g, chromatograficky jednotného, silného barviva.

Příklad 2

Kopulační směs podle příkladu 1, jejíž pH je upraveno na hodnotu 9,5 se vyhřeje na 80 °C a při této teplotě se přidá vodný roztok 11 g $K_2Cr_2O_7$ ve 100 ml vody. Při teplotě 95 až 98 °C se k reakční směsi po dobu 90 minut rovnoměrně přidává roztok redukujících cukrů, připravený kyselou hydrolyzou 9,1 g sacharózy. Potom se tato teplota udržuje 20 minut až do úplného dobehnutí reakce. Po izolaci, vysolením 46 g NaCl, se získá 54 g silného barviva.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy symetrického šedého 1 : 2 chromitého komplexu azobarviva 1-hydroxy-4-metylsulfamoylbenzen-2-azo-8'-(1'-acetamino-7'-hydroxynaftalenu) chromací alkalické kopulační suspenze alkalickým dvojchromanem za přítomnosti redukujícího cukru, nebo směsi redukujících cukrů, vyznačující se tím, že se ke kopulační suspenzi nejprve přidá vodný roztok 0,25 až 0,32 mol alkalického dvojchromanu na 1 mol nasazeného azobarviva a potom se reakční směs vyhřeje na teplotu 95 až 98 °C, při této teplotě se do reakční směsi po dobu 40 až 90 min. přidává vodný roztok 0,3 až 0,45 mol redukujícího cukru, nebo směsi redukujících cukrů, vztaženo na 1 mol nasazeného azobarviva, potom se reakční směs na této teplotě udržuje dalších 10 až 20 minut a potom se provede izolace barviva.