



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

239 541

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita  
(22) Přihlášeno 29 06 84  
(21) PV 5002-84

(51) Int. Cl.<sup>1</sup>  
C 09 B 45/26

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

(75)  
Autor vynálezu

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

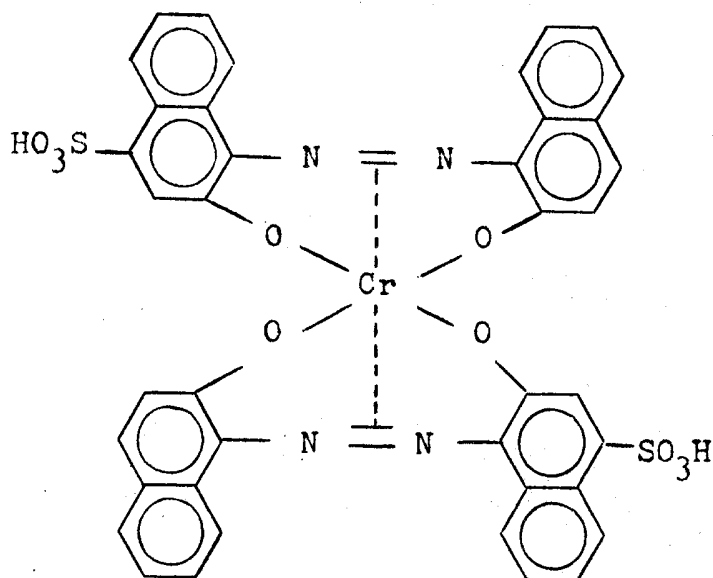
(54)

Způsob přípravy modrého metalokomplexního  
barviva

Účelem je výhodnější způsob přípravy modrého metalokomplexního barviva azokopulační reakcí 1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny s 2-naftolem a následnou chromací reakčního produktu, čehož se dosáhne 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.

239 541

Vynález se týká způsobu přípravy modrého metalokomplexního barviva konstituce



spočívající v azokopulační reakci 1-diazo-2-naftol-4-sulfonové kyseliny s 2-naftolem a následné chromací vzniklé azosloučeniny.

Doposud běžně užívané způsoby přípravy výše uvedeného metalokomplexního azobarviva spočívají v interakci diazotační komponenty, kterou je 1-diazo-2-naftol-4-sulfonová kyselina s kopulační komponentou, kterou je 2-naftol, 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 ( $-N^+=N$  a  $-OH$ ), 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 barviva konstituce I. Další nevýhodou je potom nutnost odstranění nezreagovaných reakčních komponent, resp. jejich rozkladných produktů, které by jinak ve finálním metalokomplexním barvivu způsobovaly vedle snížení obsahu požadovaného syntetizovaného metalokomplexního azobarviva i zpravidla jeho odstínovou odchylku od žádaného odstínu a zhoršení jeho některých kaloristických vlastností.

Nyní bylo nalezeno, že uvedené nevýhody přípravy metalokomplexního barviva konstituce I odstraňuje způsob spočívající v azokopulaci diazotační komponenty, kterou je 1-diazo-2-naftol-4-sulfonová kyselina s kopulační komponentou, kterou je 2-naftol 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 metalokomplexního barviva konstituce I podle vynálezu je realizován přidavkem vodných roztoků anorganických solí dvojmocného kationtu zinku do reakční směsi před započatím azokopulační reakce vedené v amoniakálním prostředí. Výhodné je použít uvedený konvenční katalyzátor ve formě předem připraveného zinečnatého amokomplexu převedením odpovídajícího halogenidu, síranu nebo dusičnanu přidavkem vodného roztoku amoniaku. Zvláště výhodné je, když azokopulační reakce je prováděna v přítomnosti uhličitánů nebo hydrogenuhlíčitánů 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 přípravy podle vynálezu je dosažení selektivního průběhu azokopulační reakce a dosažení vysokého výtěžku následné chromace, což ve svém důsledku znamená značné zlepšení koloristických vlastností finálního metalizovaného produktu.

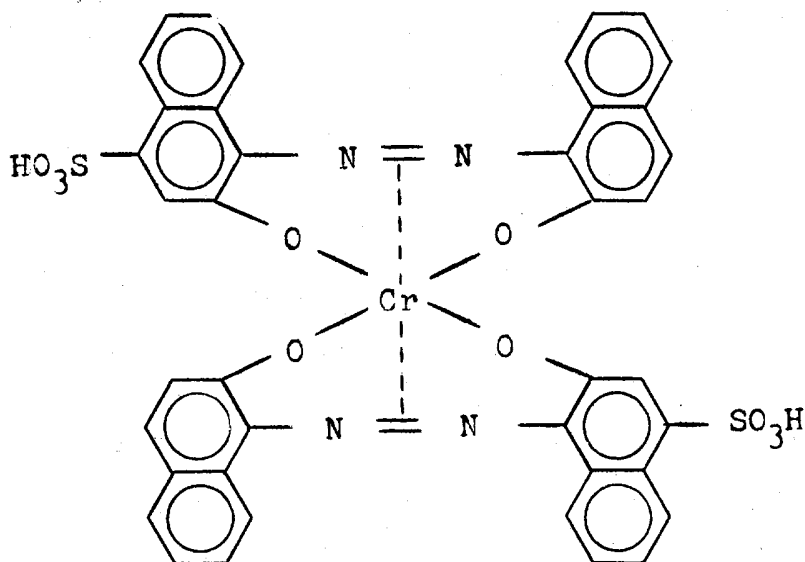
#### Příklad 1

Ve 400 dílech vody se při teplotě cca 20 °C rozpustí 125 dílů 1-diazo-2-naftol-4-sulfokyseliny ve formě amonné soli. Do roztoku se dále přidá amokomplex  $Zn^{2+}$  připravený rozpuštěním 3 dílů  $ZnCl_2$  v 10 dílech vody a následným přidáním 18 dílů koncentrovaného roztoku amoniaku. Směs se za míchání uvádí do kopulačního reaktoru s předloženými 72 díly 2-naftolu, 250 díly vody, 45 díly uhličitany sodného a 10 díly NaOH. Reakční směs se udržuje po dobu 1 h na teplotě cca 60 °C. Po této době se provede metalace chromačním činidlem připraveným smísením 150 dílů horké vody s 37 díly dvojchromanu draselného a 60 díly kyseliny šťavelové. Chromace azobarviva probíhá při teplotě cca 95 °C po dobu 1 h a získá se roztok 2 : 1 metalokomplexního barviva vybarvujícího vlněné a PAD textilní materiály na modré odstíny, ze kterého se barvivo získá usušením na rozprašovací sušárně.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

239 541

Způsob přípravy <sup>matereho</sup> metalokomplexního barviva konstituce



azokopulací diazotační komponenty, kterou je 1-diazo-2-naftol-4-sulfonová kyselina s kopulační komponentou, kterou je 2-naftol a chromací reakčního produktu azokopulace, vyznačený tím, že se azokopulace 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.