



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 19.05.78 (P. 206945)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 02.01.80

Opis patentowy opublikowano: 28.02.1983

Int. Cl.²
C09B 49/00

CZYTELNIJA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Michał Łuszczkiewicz, Eugeniusz Klusek

Uprawniony z patentu: Zakłady Przemysłu Barwników „Organika-Boruta”, Zgierz (Polska)

Sposób wytwarzania żółtego barwnika siarkowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania żółtego barwnika siarkowego przez stapianie odpowiednio dobranych trzech substratów z siarką.

Znane jest z opisów patentowych niemieckich nr 152595 i 159097 wytwarzanie żółcieni siarkowych o dobrych parametrach jakościowych i kolorystycznych w których głównym substratem jest benzydyna, substancja o charakterze rakotwórczym.

Technologia bezbenzydynowa według opisu patentowego Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 2263562, jest bardzo kosztowna, ponieważ wymaga użycia skomplikowanych substratów albo w przypadku użycia prostych substratów według opisu patentowego niemieckiego nr 146917 prowadzi do otrzymania barwnika żółtego o słabych trwałościach i czerwonym tępych odcieniu.

W opisie patentowym japońskim nr 7332763-R z 1973 r. jako substratów używa się wyłącznie 4-nitrofenyloaminę i 4-metylofenyloaminę. Otrzymany barwnik charakteryzuje się jednak małą wydajnością farbiarską mimo niewątpliwej czystości.

Stwierdzono obecnie, że można otrzymać żółcień siarkową odznaczającą się czystym odcieniem i lepszymi trwałościami, jeżeli podda się spiekaniu w temperaturze 140°C—300°C w ciągu 3 do 11 godzin N,N-dwuformylo-1-metylo-2,4-dwuaminobenzen, 4-nitrofenyloaminę i 4-metylofenyloaminę, korzystnie w stosunku molowym 1,0:3,8:10,0 z siarką albo środkiem oddającym siarkę. Zastosowanie

2

N,N'-dwuformylo-1-metylo-2,4-dwuaminobenzenu obok 4-nitrofenyloaminy i 4-metylofenyloaminy podwyższa znacznie trwałość barwnika, obniżając tym samym koszt wytwarzania. Stop oczyszcza się przez ogrzewanie w wodnym roztworze wodorotlenku sodu i siarczku sodu, następnie rozcieńcza się wodą i ponownie ogrzewa oraz przesącza. Przesącz utlenia się powietrzem i wytrącany barwnik w postaci pasty odfiltrowuje się i suszy.

W celu otrzymania żółcieni siarkowej rozpuszczalnej w wodzie stop poddaje się działaniu wodnego roztworu siarczynu sodowego lub kwaśnego siarczynu sodowego.

Otrzymany sposobem według wynalazku barwnik daje wybarwienie żółte. Wybarwienia te są trwałe, zwłaszcza bardzo odporne na światło.

Poniższy przykład wyjaśnia bliżej sposób wytwarzania i oczyszczania żółcieni siarkowej. W przykładowym tym części i procenty oznaczają część i procenty wygowe.

Przykład. 24 części 4-metylofenyloaminy, 12 części 4-nitrofenyloaminy, 4 części N,N'-dwuformylo-1-metylo-2,4-dwuaminobenzenu, 12 części sodu i 136 części siarki podgrzewa się w piecu obrotowym w ciągu 2 godzin do temperatury 160°C i w tej temperaturze utrzymuje się w ciągu 3 godzin. Następnie w ciągu 1 godziny podgrzewa się do temperatury 200—210°C i w tej temperaturze siarkuje w ciągu 4 godzin. Po ostudzeniu i zmieleniu otrzymuje się 150 części surowego stopu. W 300

3

częściach wody rozpuszcza się 25 części 100% wodorotlenku sodu i 75 części 64% siarczku sodu. Do tego roztworu dodaje się 150 części surowego stopu i całość ogrzewa w temperaturze wrzenia w ciągu 2—3 godzin. Następnie zawiesinę rozcieńcza się wodą do 2,300 części, zagotowuje i przefiltrowuje. Przesącz utlenia powietrzem do wytrącenia barwnika. Wówczas odsąca się pastę i suszy w temperaturze 80—100°C. Otrzymuje się 145—148 części suchego barwnika, który barwi bawełnę w

4

roztworze zawierającym siarczek sodu, dając głębokie czyste żółte odcienie.

Zastrzeżenie patentowe

5

Sposób wytwarzania żółtego barwnika siarkowego, **znamienny tym**, że N,N'-dwuformylo-1-metylo-2,4-dwuaminobenzen, 4-nitrofenyloaminę i 4-metylofenyloaminę traktuje się w temperaturze 140—300°C siarką albo środkami oddającymi siarkę.

10