



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 28.II.1966 (P 113 239)

Pierwszeństwo: 02.XI.1965 Niemiecka
Republika
Demokra-
tyczna

Opublikowano: 15.V.1970

Kl. 22 a, 10 35/20

MKP C 09 b 35/20
45/20

UKD

Współtwórcy wynalazku: Erhard Schick, Hans Walter Modrow, Kurt Lippold

Właściciel patentu: VEB Farbenfabrik Wolfen, Wolfen (Niemiecka Re-
publika Demokratyczna)

Sposób wytwarzania bezpośredniego, kompleksującego z miedzią, niebieskiego barwnika

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania bezpośredniego, kompleksującego z miedzią, niebieskiego barwnika o ogólnym wzorze 1, w którym R oznacza rodnik fenyłowy lub aryloilowy.

Znany jest sposób wytwarzania kompleksującego z miedzią, niebieskiego barwnika o wzorze 1 przez sprzęgnięcie w środowisku alkalicznym 1 M tetrazowanego 4, 4'-dwuamino-3, 3'-dwumetoksydwufenyłu z 2 M składnika biernego, stanowiącego barwnik wytworzony przez sprzęgnięcie w środowisku kwaśnym kwasu 5-amino-1, 2, 4-triazolo-3-karboksyłowego z kwasem 2-amino-5-naftolo-7-sulfonowym. Barwnik ten jednakże wykazuje słabe powinowactwo do włókna.

Celem wynalazku jest otrzymanie barwnika o większym powinowactwie do włókna.

Stwierdzono, że otrzymuje się jasne, lśniące barwniki o znacznie większym powinowactwie do włókna w kąpieli obojętnej, wyrażone ogólnym wzorem 2, w którym R oznacza rodnik metylowy lub aryloilowy, przez sprzęgnięcie tetrazowanego z 4, 4'-dwuamino-3, 3'-dwumetoksydwufenyłu kolejno w środowisku alkalicznym ze składnikiem biernym, stanowiącym barwnik wytworzony przez sprzęgnięcie w środowisku kwaśnym kwasu 2-amino-5-naftolo-7-sulfonowego z kwasem 1, 2, 4-triazolo-3-karboksyłowym, a następnie z podstawioną rodnikiem fenyłowym lub aryloilowym pochodną kwasu 2-amino-5-naftolosulfonowego, przy czym reagenty stosuje się w stosunku molowym 1:1:1.

2

W sposobie według wynalazku wykorzystano różną reaktywność obu zdwuazowanych grup aminowych tetrazowanej pochodnej dwufenyłu. Z podanego niżej przykładu jest widoczne, postępując sposobem według wynalazku i stosując najpierw sprzęgnięcie 1 M tetrazowanej pochodnej dwufenyłu z 1 M wytworzonego barwnika, proces sprzęgnięcia zostaje ukończony w ciągu 15 minut, natomiast sprzęgnięcie drugiej zdwuazowanej grupy pochodnej dwufenyłu wymaga długiego okresu czasu, wynoszącego około 5 godzin. Stosując więc reagenty w odpowiednich ilościach molowych można sposobem według wynalazku wytwarzać barwniki niesymetryczne.

Otrzymany w podanej postaci barwnik stosuje się do barwienia włókna, przy czym kompleks miedziowy tego barwnika wytwarzany jest już na włóknie po zastosowaniu ogólnie znanych metod, to jest specjalnych kąpiei, zawierających sole miedzi. Wytwarzanie kompleksu na włóknie umożliwia otrzymanie o wiele bardziej trwałych i wydajnych lśniących wybarwień.

Poniższy przykład, w którym podane części oznaczają części wagowe, wyjaśnia bliżej wynalazek.

Przykład. 8 części kwasu 5-amino-1, 2, 4-triazolo-3-karboksyłowego wprowadza się do 90 części wody i za pomocą 6 części ługu sodowego o stężeniu odpowiadającym 35° Be, przeprowadza do roztworu. Roztwór ten wprowadza się w ciągu 45 minut do utrzymywanej w temperaturze -5°C

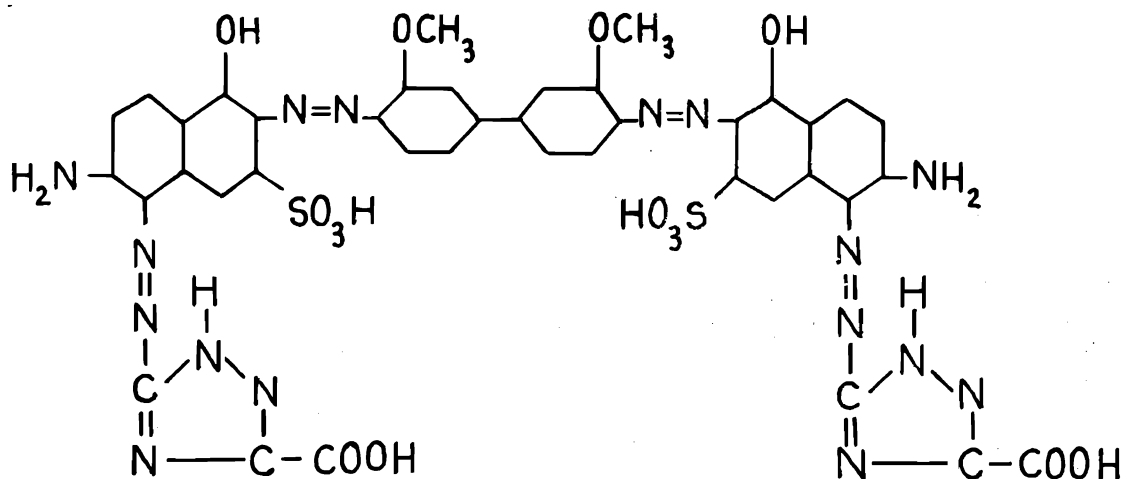
mieszaniny złożonej z 30 części wody, 8 części 100% kwasu siarkowego i 75 części lodu, po czym tak wytworzoną mieszaninę reakcyjną zadaje się, przy utrzymaniu temperatury 0°C, roztworem złożonym z 11,95 części kwasu 2-amino-5-naftolo-7-sulfonowego, 100 części wody i 4 części węglanu sodu. Następnie dodaje się octanu sodowego w celu doprowadzenia pH roztworu do wartości 5 i przy mieszaniu w ciągu kilkunastu godzin prowadzi się sprzęganie, po czym wytworzony barwnik wysala się 75 częściami chlorku sodowego. Po odsączeniu barwnik o konsystencji ciasta rozpuszcza się w roztworze 20 częściami wody w 300 częściach wody.

12,2 części 4, 4'-dwaamino-3, 3'-dwumetoksydwyfenylu zawiesza się w roztworze wodnym kwasu solnego, wytworzonym ze 100 części wody i 24 części kwasu solnego o gęstości odpowiadającej 20°Be, po czym w temperaturze 8–10°C dwuaminę tetrazuje się za pomocą 14 części azotynu sodowego. Następnie do wytworzonego związku tetrazowego wprowadza się oziębiony do temperatury 0°C roztwór wytworzonego uprzednio barwnika. Po upływie 15 minut do wytworzonej mieszaniny reakcyjnej wprowadza się oziębiony do temperatury

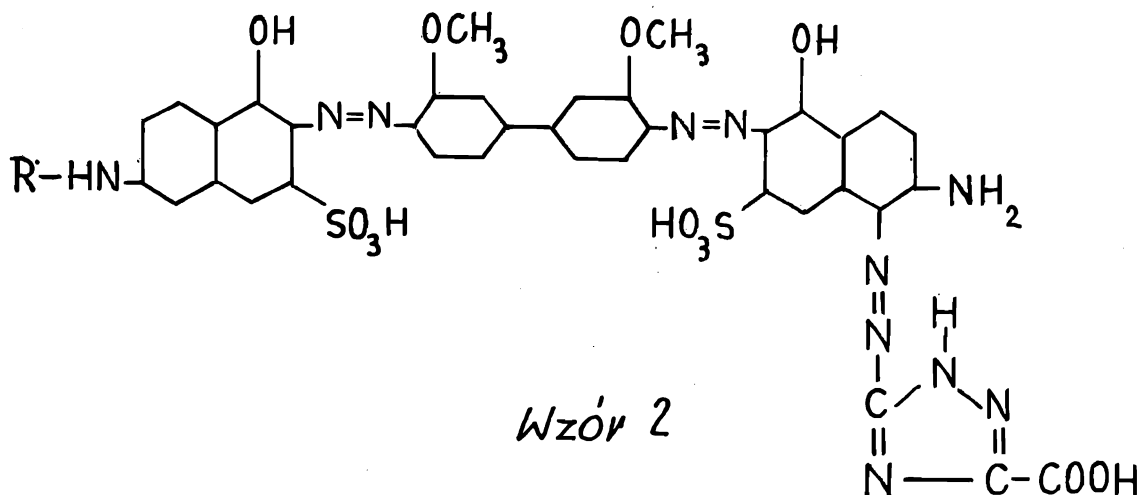
0°C roztwór złożony z 15,8 części kwasu 2-fenylamino-5-naftolo-7-sulfonowego, 200 części wody i 16 części węglanu sodu. Po 5 godzinnym mieszanii sprzęganie jest ukończone. Wytworzony barwnik po odsączeniu i wysuszeniu w temperaturze 90°C przedstawia czarno-niebieski krystaliczny proszek.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania bezpośredniego, kompleksującego z miedzią niebieskiego barwnika o wzorze ogólnym 2, w którym R oznacza rodnik fenyłowy lub aryloilowy, **znamienny tym**, że tetrazowany 4, 4'-dwaamino-3, 3'-dwumetoksydwyfenyl, poddaje się sprzęganiu kolejno w środowisku alkalicznym ze składnikiem biernym, stanowiącym barwnik wytworzony przez sprzęgnięcie w środowisku kwaśnym kwasu 2-amino-5-naftolo-7-sulfonowego z kwasem 5-amino-1, 2, 4'-triazolo-3-karboksylowym, a następnie z podstawioną rodnikiem fenyłowym lub aryloilowym pochodną kwasu 2-amino-5-naftolosulfonowego, przy czym reagenty stosuje się w stosunku molowym 1:1:1.



Wzór 1



Wzór 2