

2

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

56790

Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 09.III.1966 (P 113 401)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 10.II.1969

Kl. 22 a, $\pm$ 29/08

MKP C 09 b 29/08

UKD

Współtwórcy wynalazku: Jerzy Lenartowicz, Jerzy Jaworski, Lech Wojciechowski

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania silnie rozdrobnionych barwników azowych

1
Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania silnie rozdrobnionych barwników azowych, nierozpuszczalnych w wodzie, do barwienia włókien syntetycznych. Własności kolorystyczne nierozpuszczalnych w wodzie barwników zawieszonych zależą nie tylko od budowy chemicznej cząsteczki barwnika, lecz również w znacznym stopniu od postaci fizycznej, w jakiej barwnik taki występuje. Barwniki, powstające w czasie procesu ich wytwarzania w postaci dużych kryształów, nie dają się w wielu wypadkach przeprowadzić w odpowiednio zdyspergowaną postać, mimo poddawania ich dalszej obróbce w celu ich rozdrobnienia. Natomiast barwniki, powstające w postaci zbyt drobnych kryształów, sprawiają trudności przy ich sączeniu. Stosowanie barwników zawieszonych uniemożliwia często ich skłonność do osadzania się na powierzchni barwionego włókna.

Barwniki, które w czasie procesu ich wytwarzania powstają w postaci drobnych kryształów, skupiających się jednak w większe aglomeraty, sączą się dobrze i nadają się do barwienia włókien poliestrowych — pod warunkiem, że w procesie rozdrabniania przechodzą łatwo w dobrze rozdrobnioną, korzystną formę krystaliczną.

Znane jest wytwarzanie barwników o wzorze ogólnym 1, w którym R_1 oznacza atom wodoru, atom chlorowca lub grupę nitrową, R_2 oznacza atom chlorowca lub grupę nitrową, R_3 oznacza atom wodoru lub atom chlorowca, R_4 oznacza gru-

2
pę alkilową, hydroksyalkilową, acylooksyalkilową lub alkoksyalkilową, R_5 oznacza grupę alkilową, hydroksyalkilową, acylooksyalkilową, alkoksyalkilową lub cyjanoalkilową, R_6 oznacza atom wodoru lub grupę alkilową, R_7 oznacza atom wodoru, grupę alkilową lub acylową, a R_8 oznacza atom wodoru lub chlorowca, grupę alkilową lub alkoksyalkilową, przez sprzęganie związku dwuazowego aminy o wzorze ogólnym 2, w którym wszystkie symbole mają wyżej podane znaczenie, ze związkiem o wzorze ogólnym 3, w którym wszystkie symbole mają wyżej podane znaczenie.

Sposobem według wynalazku prowadzi się proces sprzęgania związku dwuazowego aminy o wzorze ogólnym 2, w którym wszystkie symbole mają wyżej podane znaczenie, ze związkiem o wzorze ogólnym 3, w którym wszystkie symbole mają wyżej podane znaczenie, w obecności związku o wzorze ogólnym 4, w którym R_9 oznacza atom wodoru lub grupę acylową, a R_{10} oznacza grupę alkilową, użytego w ilości 1—30% wagowych w stosunku do ilości związku o wzorze ogólnym 3, w którym wszystkie symbole mają wyżej podane znaczenie. Związek o wzorze ogólnym 4 lub mieszaninę związków o wzorach ogólnych 3 i 4 w przypadku, gdy przynajmniej jeden z rodników R_4 lub R_5 w związku o wzorze ogólnym 3 oznacza grupę hydroksyalkilową ewentualnie poddaje się przed reakcją sprzęgania całkowitemu lub częściowemu acylowaniu lub estryfikowaniu za pomo-

czą bezwodnika octowego. Jako składnik bierny reakcji sprzęgania można również stosować mieszaninę różnych amin o wzorze ogólnym 3, w którym wszystkie symbole mają wyżej podane znaczenie.

Otrzymane sposobem według wynalazku barwniki posiadają postać drobnych kryształów. Procesy ich sączenia i rozdrabniania przebiegają bardzo dobrze. Barwniki poddaje się procesowi rozdrabniania znanymi sposobami w celu całkowitego wyeliminowania z procesu barwienia niepożądanego zjawiska osadzania się barwnika na powierzchni włókna. Przygotowanymi w ten sposób barwnikami można barwić włókna syntetyczne, uzyskując wybarwienia odznaczające się dobrymi lub bardzo dobrymi odpornościami.

Wynalazek wyjaśniają poniższe przykłady, w których procenty oznaczają procenty wagowe.

Przykład I. Do 27 g mieszaniny, zawierającej 90—99% N,N-dwuetanolo-m-acetylofenylenodwuaminy i 1—10% N-etyloaniliny, dodaje się 15 g kwasu octowego lodowatego i 5 g bezwodnika kwasu octowego, miesza w ciągu około 15 minut w temperaturze pokojowej i wylewa na 1 l wody. Przy dobrym mieszanii dodaje się około 800 g lodu i rozpoczyna sprzęganie. Dodając lód dla utrzymania temperatury w granicach 0—5°C, wlewa się do otrzymanego składnika biernego powoli roztwór zdwuazowanej 6-bromo-2,4-dwunitroaniliny w kwasie siarkowym. Otrzymuje się czysty, bardzo dobrze sączący się barwnik. Barwi on włókno poliestrowe i poliamidowe na kolor fioletowy. Uzyskane wybarwienia wykazują wysokie odporności na światło i sublimację.

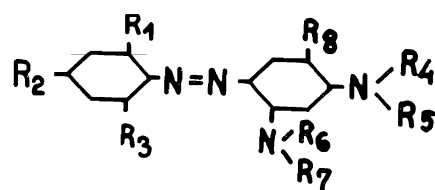
Przykład II. Do 25,5 g mieszaniny, zawierającej 94% N,N-dwuetanolo-m-acetylofenylenodwuaminy i 6% N-etyloaniliny, dodaje się 30 g kwasu octowego lodowatego, 4 g octanu sodu, ogrzewa do temperatury 60°C i dolewa powoli 40 g bezwodnika kwasu octowego. Ogrzewanie utrzymuje się w ciągu około 4,5 godzin, wylewa następnie mieszaninę na 2 l wody z lodem i sprzęga, dodając zdwuazowaną znanym sposobem 2-chloro-4-nitroanilinę. Otrzymuje się z dobrą wydajnością doskonale sączący się barwnik. Barwi on włókna poliestrowe i poliamidowe na kolor czerwony, a uzyskane wybarwienia wykazują dość dobre trwałości ogólne.

Przykład III. Do 30 g mieszaniny, zawierającej 50% N-etanolo-N-cyjano-etylo-m-acetylofenylenodwuaminy i 45% N,N-dwuetanolo-m-acetylofenylenodwuaminy dodaje się 0,5 g N-metyloaniliny, rozpuszczonej w 5 ml bezwodnika kwasu

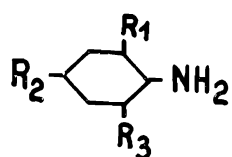
octowego. Następnie dodaje się 200 ml wody z lodem, miesza w ciągu 10 minut, wylewa całość na 1 l wody i dodaje 1 kg lodu. Następnie rozpoczyna się sprzęganie, dodając powoli przygotowany w znany sposób roztwór zdwuazowanej 2-chloro-4-nitroaniliny. Otrzymuje się barwnik, który sączy się bardzo dobrze i barwi włókno poliestrowe i poliamidowe na kolor rubinowy, a uzyskane wybarwienia wykazują dobre trwałości.

Zastrzeżenia patentowe

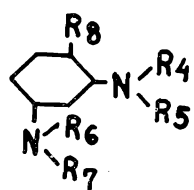
1. Sposób wytwarzania silnie rozdrobnionych barwników azowych, nierozpuszczalnych w wodzie; o wzorze ogólnym 1, w którym R_1 oznacza atom wodoru, atom chlorowca lub grupę nitrową, R_2 oznacza atom chlorowca lub grupę nitrową, R_3 oznacza atom wodoru lub atom chlorowca, R_4 oznacza grupę alkilową, hydroksyalkilową, acylooksyalkilową lub alkoksyalkilową, R_5 oznacza grupę alkilową, hydroksyalkilową, acylooksyalkilową, alkoksyalkilową lub cyjanoalkilową, R_6 oznacza atom wodoru lub grupę alkilową, R_7 oznacza atom wodoru, grupę alkilową lub acylową, a R_8 oznacza atomy wodoru lub chlorowca, grupę alkilową lub alkoksylową, przez sprzęganie związku dwuazowego aminy o wzorze ogólnym 2, w którym wszystkie symbole mają wyżej podane znaczenie, ze związkiem o wzorze ogólnym 3, w którym wszystkie symbole mają wyżej podane znaczenie, **znamienny tym**, że sprzęganie prowadzi się w obecności związku o wzorze ogólnym 4, w którym R_9 oznacza atom wodoru lub grupę acylową, a R_{10} oznacza grupę alkilową, użytego w ilości 1—30% wagowych w stosunku do ilości związku o wzorze ogólnym 3, w którym wszystkie symbole mają wyżej podane znaczenie, przy czym związek o wzorze ogólnym 4 lub mieszaninę związków o wzorach ogólnych 3 i 4 w przypadku, gdy przynajmniej jeden z rodników R_4 lub R_5 w związku o wzorze ogólnym 3 oznacza grupę hydroksyalkilową, ewentualnie poddaje się przed reakcją sprzęgania całkowitemu lub częściowemu acylowaniu lub estryfikowaniu za pomocą bezwodnika octowego.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako składnik bierny w reakcji sprzęgania stosuje się mieszaninę różnych amin o wzorze ogólnym 3, w którym wszystkie symbole mają wyżej podane znaczenie.



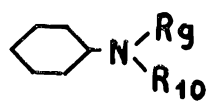
Wzór 1



Wzór 2



Wzór 3



Wzór 4