

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

109 013

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 22.04.77 (P. 197572)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 23.03.78

Opis patentowy opublikowano: 31.12.1980

Int. Cl.²
CO9B 29/00

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Stanisław Januszkiewicz, Zdzisław Zaremba, Stanisław Pruś,
Władysław Popławski, Zygmunt Korzecki, Jolanta Klencka

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

Sposób wytwarzania nowych azowych barwników zawieszinowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nowych azowych barwników zawieszinowych nie zawierających grup zdolnych do dysocjacji.

Znane jest z patentu polskiego 89884 wytwarzanie barwników zbliżonych swoją budową przez dwuazowanie amin aromatycznych lub heterocyklicznych i sprzęganie z komponentami biernymi pochodnymi benzenu lub naftalenu zawierającymi w swojej cząsteczce estryfikowane grupy karboksymetyloaminowe o ogólnym wzorze $=NCH_2COOR$, w którym R oznacza resztę alkilową o 1–16 atomach węgla, cykloalkilową o 5–6 atomach węgla lub aryloalkilową.

Nieoczekiwanie stwierdzono, że jeżeli w komponencie biernym estryfikowaną grupę karboksymetyloaminową zmodyfikuje się do grupy $=NCH_2COO(CH_2)_nW$, w której n oznacza liczbę 2–4, a W atom chlorowca to uzyskuje się bardzo korzystną poprawę czystości barwy, jej żywości i trwałości oraz pożądany efekt hipsochromowy, a także szereg własności techniczno-użytkowych takich jak zwiększoną podatność na rozdrabnianie, trwałość i stabilność termiczną dyspersji.

Sposobem według wynalazku otrzymuje się barwniki o wzorze ogólnym 1, w którym D oznacza resztę aminy szeregu benzenowego lub heterocyklicznego, która może być podstawiona atomem chlorowca, grupą nitrową, alkilokarboksylową, alkilosulfonylową lub cyjanową, B oznacza pierścień benzenowy, który może być podstawiony atomem chlorowca, grupą alkilową, alkoksylową lub acetyloaminową, n oznacza liczbę całkowitą 2–4, W oznacza atom chlorowca, Z oznacza atom wodoru, grupę alkilową o 1–4 atomach węgla, która może być podstawiona atomem chloru, grupą wodorotlenową, cyjoną lub grupą o wzorze $-CH_2COO(CH_2)_nW$, w którym n i W mają powyższe znaczenie.

Nowe cenne azowe barwniki uzyskuje się przez zdwuazowanie aminy aromatycznej o wzorze 2 i sprzęgnięcie ze związkiem o wzorze 3, w których symbole D, B, Z, n, W mają wyżej podane znaczenie, a wytworzone substancje barwne przerabia się znanym sposobem przez zmielenie w obecności dyspersgatorów i/lub wypełniaczy na formy handlowe.

Dodatkową bardzo cenną zaletą takiego układu jest możliwość zastosowania barwników otrzymanych

sposobem według wynalazku do barwienia luźnego włókna poliestrowego tekstuowanego bez występowania niekorzystnych efektów „odfiltrowywania się,” barwnika. Właściwość ta jest wynikiem zwiększonego powinowactwa do włókna barwników według wynalazku. Przez odpowiedni dobór podstawników w cząsteczce barwnika przedstawionego wzorem 1 zgodnie ze znanymi regułami można otrzymać barwy od żółci do zielonych błękitów o dużej czystości i żywości oraz bardzo dobrych trwałościach na światło i sublimację.

W następujących przykładach części podane są w częściach wagowych procenty podano w procentach wagowych, a temperatury w stopniach Celsjusza.

Przykład I. 13,8 części m-nitroaniliny rozpuszczonej w 70 częściach wody i 30 częściach 30% kwasu solnego dwuazuje się w temperaturze $0+5^{\circ}\text{C}$ roztworem 7 części azotynu sodowego w 30 częściach wody. Po upływie 30 minut masę przesącza się i otrzymany klarowny roztwór dwuazozwiązku przelewa się do 25,6 części Netylo-N (chloropropylkarboksymetylo)-aniliny w 40 częściach kwasu octowego, 30 częściach 30% kwasu solnego 50 częściach wody i 200 częściach lodu, utrzymując temperaturę $10-15^{\circ}\text{C}$. Całość miesza się w ciągu 1 godziny, odsącza, przemywa wodą do reakcji obojętnej i suszy. Otrzymuje się 36 części barwnika barwiącego włókno poliestrowe na kolor żółty.

Przykład II. 17,3 części 2-chloro-4-nitroaniliny rozprawdza się z 24 częściami wody i 44,4, częściami 30% kwasu solnego, dodaje do otrzymanej pasty 150 części lodu i w temperaturze $-2^{\circ}-0^{\circ}\text{C}$ wkrapla 7 części azotynu sodowego w 20 częściach wody, miesza w tej temperaturze w ciągu 1,5–2 godzin, niszczy nadmiar kwasu azotawego dodatkiem mocznika i przesącza. Klarowny roztwór dwuazozwiązku dodaje się do 27,1 części 3-N-(β -chloroetylokarboksymetylo) amino-acetanilidu w 40 częściach kwasu octowego, 30 częściach kwasu solnego, 100 częściach wody i 300 częściach lodu, utrzymując temperaturę $0-5^{\circ}\text{C}$. Całość miesza się w ciągu 1 godziny, odsącza przemywa wodą do reakcji obojętnej i suszy. Otrzymuje się 40 części barwnika barwiącego włókno poliestrowe na kolor czerwony.

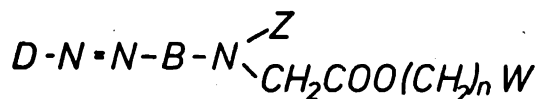
Przykład III. 19,6 części 3-amino-5-nitro-2,1-benzotiazolu w 80 częściach kwasu siarkowego dwuazuje się kwasem nitrozylosiarkowym w temperaturze $0+5^{\circ}\text{C}$ otrzymanym przez rozpuszczenie 7 części azotynu sodowego w 80 częściach kwasu siarkowego. Po trzech godzinach dwuazowania do roztworu związku dwuazoniowego wlewa się 30 części kwasu octowego, tak aby temperatura nie przekroczyła $+5^{\circ}\text{C}$. Otrzymany roztwór dwuazoniowy dodaje się do 27 części N-metylo-N4-chloro-n-butylokarboksymetylo/-m-toluidyny w 30 częściach kwasu octowego, 30 częściach 30% kwasu solnego 200 częściach wody i 800 częściach lodu w temperaturze $0+5^{\circ}\text{C}$.

Barwnik po sprzęganiu miesza się w ciągu 1 godziny, odsącza, przemywa wodą do reakcji obojętnej i suszy. Otrzymuje się 42 części barwnika barwiącego włókno poliestrowe na kolor niebieski.

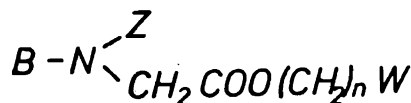
Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania nowych azowych barwników zawieszinowych o ogólnym wzorze 1, w którym D oznacza resztę aminy szeregu benzenowego lub heterocyklicznego, która może być podstawiona atomem chlorowca, grupą nitrową, alkilokarboksylową, alkilosulfonową lub cyjanową, B oznacza pierścień benzenowy, który może być podstawiony atomem chlorowca, grupą alkilową, alkoksylową, lub acetyloaminową, n oznacza liczbę całkowitą 2–4, W oznacza atom chlorowca, Z oznacza atom wodoru lub grupę alkilową o 1–4 atomach węgla, która może być podstawiona atomem chloru, grupą wodorotlenową, cyjanową lub grupą $\text{CH}_2\text{COO}-(\text{CH}_2)_n\text{W}$, w którym n, W mają powyższe znaczenie, z n a m i e n n y t y m, że dwuazuje się aminę o wzorze 2, w którym D ma powyższe znaczenie i sprzęga się ze związkiem o wzorze 3, w którym symbole B, Z, n, W mają powyższe znaczenie.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że jako komponenty bierne stosuje się związki zawierające atom chlorowca w reszcie alkoholowej estrowej grupy karboksymetyloaminowej.



wzór 1.



wzór 3.



wzór 2.