



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 29.XII.1962 (P 100 418)

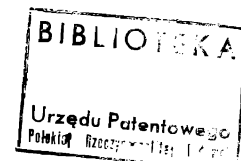
Pierwszeństwo:

Opublikowano: 15.XI.1965

Kl. 22 a, 45/24

MKP C 09 b 45/24

UKD



Twórca wynalazku: Lech Orszulski

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania barwników trisazowych metalokompleksowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania barwników trisazowych metalokompleksowych barwiących włókna celulozowe naturalne i jedwab wiskozowy na kolory brunatne.

Stwierdzono, że otrzymuje się cenne barwniki trisazowe metalokompleksowe o wzorze ogólnym przedstawionym na rysunku, w którym X oznacza H, CH₃, Cl, SO₃H, OCH₃, Y oznacza H, CH₃, SO₃H, Me oznacza Cu, Ni, Ar oznacza podstawiony jedną lub kilku grupami Cl, SO₃H, NO₂ pierścień benzenowy lub naftalenowy zawierający w położeniu orto do grupy aminowej grupę hydroksylową lub alkoksylową, jeżeli sprzęga się tetrazowany obustronnie 4,4'-dwuaminodwufenyl lub jego pochodną z jednej strony z kwasem orto-hydroksybenzoesowym lub jego pochodną, a z drugiej — z monoazowym barwnikiem metalokompleksowym, otrzymanym przez sprzęgnięcie 1,3-aminofenolu ze zdwuazowanym związkiem o-aminohydroksylowym lub o-aminoalkoksylowym szeregu benzenowego lub naftalenowego i zmetalizowanie za pomocą substancji oddających miedź lub nikiel. Wytworzone w ten sposób barwniki metalokompleksowe są rozpuszczalnymi w wodzie proszkami. Barwią one włókna celulozowe naturalne i jedwab wiskozowy na kolory brunatne do oliwkowych. Barwniki te posiadają lepsze własności kolorystyczne niż dotychczas znane barwniki. Wybarwienia wykazują cechy charakterystyczne dla barwników bez-

2

pośrednich światłotrwałych. Wybarwienia te są jednak bardziej żywe.

Według wynalazku dwuazuje się obustronnie w znany sposób 4,4'-dwuaminodwufenyl lub jego pochodną a następnie sprzęga się z jednej strony z kwasem o-hydroksybenzoesowym lub jego pochodną, a z drugiej strony z monoazowym barwnikiem metalokompleksowym. Barwnik metalokompleksowy otrzymuje się przez sprzęgnięcie 1,3-aminofenolu ze zdwuazowanym związkiem o-aminohydroksylowym lub o-aminoalkoksylowym szeregu benzenowego lub naftalenowego. Zdwuazowane związki szeregu benzenu lub naftalenu zawierają w położeniu orto do grup aminowych grupy hydroksylowe lub alkoksylowe, zdolne do tworzenia podczas działania związkami oddającymi miedź lub nikiel połączenia kompleksowego orto, orto'-dwyhydroksyazowego z metalem.

Sprzęganie 4,4'-dwuaminodwufenylu lub jego pochodnych z kwasem o-hydroksybenzoesowym lub jego pochodnymi oraz sprzęganie z opisanym monoazowym barwnikiem metalokompleksowym prowadzi się w środowisku alkalicznym.

Sprzęganie opisanych dwuazozwiązków z meta-aminofenolem prowadzi się w środowisku kwaśnym, obojętnym lub słabo alkalicznym.

Metalizowanie utworzonego barwnika monoazowego przeprowadza się w podwyższonej temperaturze, działając na barwnik solami lub związkami kompleksowymi odpowiednich metali.

Przykład. Dwuazuje się w znany sposób 0,1 mola kwasu 2-aminofenolo-4-sulfonowego po czym w temperaturze 10°C wlewa do wodnego roztworu 0,105 mola m-aminofenolu. Całość miesza się przez 1/2 godziny, następnie w tej samej temperaturze wprowadza 10%-wy roztwór sody w czasie 2 godzin w celu utrzymania wartości pH w granicach 7—8. Powstały roztwór barwnika monoazowego wysala się chlorkiem sodu w ilości 15% (na objętość), a następnie dodaje kwasu solnego do osiągnięcia wartości pH = 5 celem całkowitego wydzielenia barwnika monoazowego.

Wydzielony barwnik odsacza się, a następnie miesza z wodą ogrzewa do 80°C i w tej temperaturze wlewa 0,1 mola siarczanu miedzi w postaci roztworu 10%-wego a następnie dodaje węglanu sodu w celu przeprowadzenia barwnika do roztworu. Temperaturę 80°C utrzymuje się jeszcze przez 30 minut. Po ostudzeniu do temperatury 20—25°C wysala się roztwór chlorkiem sodowym w ilości 20% na objętość, a następnie dodaje 15%-wy roztwór kwasu solnego do całkowitego wydzielenia powstałego barwnika metalokompleksowego, który się następnie odsacza.

Pastę barwnika w ilości 0,08 mola rozpuszcza się w wodzie i węglanie sodowym, filtruje od zanieczyszczeń, a następnie roztwór wprowadza do 0,08 mola wodnej zawiesiny półproduktu, otrzymanego przez jednostronne sprzęgnięcie tetrazozwiązku p,p',-dwuaminodwufenylu w wodnym środowisku sody z kwasem salicylowym. Całość miesza się przez 24 godziny, a następnie wysala za pomocą 5—10% chlorku sodowego. Wytrącony barwnik trisazowy odsacza się, suszy i miele. Barwi on

włókna celulozowe na kolor brunatny, trwałe na światło.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania barwników trisazowych metalokompleksowych o ogólnym wzorze przedstawionym na rysunku, w którym X oznacza H, CH₃, Cl, SO₃H, OCH₃, Y oznacza H, CH₃, SO₃H, Me oznacza Cu, Ni, a Ar podstawiony jedną lub kilku grupami Cl, SO₃H, NO₂, pierścień benzenowy lub naftalenowy, zawierający w położeniu orto do grupy aminowej grupę hydroksylową lub alkoksylową, **znamienny tym**, że obustronnie zdwuazowany 4,4'-dwuaminodwufenyl lub jego pochodną sprzęga się z jednej strony z kwasem o-hydroksybenzoesowym lub jego pochodną, a z drugiej z monoazowym barwnikiem metalokompleksowym otrzymanym przez sprzęgnięcie 1,3-aminofenolu ze zdwuazowanym związkiem o-aminohydroksylowym lub o-aminoalkoksylowym szeregu benzenowego lub naftalenowego i następne działanie substancjami oddającymi miedź lub nikiel.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że monoazowy barwnik metalokompleksowy otrzymuje się z 1,3-aminofenolu przez sprzęganie ze zdwuazowanymi związkami szeregu benzenu lub naftalenu zawierającymi w położeniu orto do grupy aminowych grupy hydroksylowe lub alkoksylowe zdolne do tworzenia połączenia kompleksowego orto, orto'-dwyhydroksyazowego z metalem podczas następnego działania związkami oddającymi miedź lub nikiel.

