



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 10.VI.1966 (P 115 018)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 20.I.1971

Kl. 22 a, 29/08

MKP C 09 b, 29/08

UKD

Współtwórcy wynalazku: Marian Ignatowicz, Janusz Wróblewski, Władysław Popławski, Eugeniusz Cieślak, Grażyna Niewiarowska, Bogumiła Borusowska

Właściciel patentu: Zakłady Przemysłu Barwników „Boruta”, Zgierz (Polska)

Sposób wytwarzania żółcieni barwiących włókna poliakrylonitrylowe

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania żółcieni barwiących włókna poliakrylonitrylowe.

Sposobem według wynalazku otrzymuje się nowe barwniki o wzorze ogólnym 1, w którym R oznacza wodór lub rodnik metylowy, B oznacza rodnik wytworzony z jednej z amin aromatycznych przedstawionych wzorami ogólnymi 2-5, w których R_1 oznacza wodór lub grupę metoksyłową, R_2 oznacza wodór lub chlor, R_3 oznacza wodór, chlor, rodnik metylowy lub grupę metoksyłową, R_4 oznacza wodór, chlor lub grupę nitrową, R_5 oznacza wodór, chlor, rodnik metylowy lub grupę metoksyłową, R_6 oznacza rodnik metylowy lub grupę nitrową i R_7 oznacza grupę nitrową lub metoksyłową.

Sposób według wynalazku polega na tym, że jedną ze zdwuazowanych amin aromatycznych przedstawionych wzorami ogólnymi 2 — 5, w których symbole R_1 , R_2 , R_3 , R_4 , R_5 , R_6 i R_7 mają wyżej podane znaczenie, poddaje się sprzęganiu ze składnikiem biernym o wzorze ogólnym 6, w którym symbol R ma wyżej podane znaczenie. Reakcję sprzęgania prowadzi się w zwykły sposób w środowisku wodnym o odczynie kwaśnym lub obojętnym. Niekiedy dla otrzymania stałego pH reakcji sprzęgania dodaje się buforów np.: octanu sodu. W niektórych przypadkach korzystny jest dodatek czynnika, który przyspiesza reakcję sprzęgania jak np. dwumetyloformamidu, pirydyny lub innych zasad trzeciorzędowych. Podczas sprzęgania dobiera się objętość poszczególnych reagentów i środowiska,

2

a powstający barwnik wytrąca się sam z środowiska reakcji.

Stosowane według wynalazku składniki biernie odznaczają się łatwym sposobem wytwarzania. Barwniki te barwią włókna poliakrylonitrylowe na kolor żółty i odznaczają się bardzo dobrymi, względnie dobrymi trwałościami na światło, pranie, pot, wodę morską, tarcie, prasowanie i inne.

Przykład I. Do 50 ml wody dodaje się 12,5 ml 19°Bé kwasu solnego i w tym roztworze rozpuszcza się w temperaturze pokojowej 3,5 g (0,225 mola) m-nitroaniliny. Roztwór ten ochładza się do temperatury około 0°C i dwuazuje 1 n wodnym roztworem azotynu sodu. Otrzymany roztwór dwuazozwiązku sący się od części nierozpuszczalnych w wodzie. W drugim naczyniu w około 50 ml wody rozpuszcza się 6,5 g (0,025 mola) chlorku N,N,N-trójmetylo 4-aminodwufenyloaminy o wzorze 6, w którym R oznacza wodór, po czym powoli w ciągu około 3 godzin wkrapla się dwuazozwiązek m-nitroaniliny. Dwuazozwiązek dodaje się z taką szybkością, aby występował on stale w lekkim nadmiarze, co sprawdza się przy pomocy alkalicznego roztworu kwasu H. Następnie miesza się zawartość 4—8 godzin, po czym wysala się w temperaturze pokojowej solą kuchenną w ilości 10—15 g/litr roztworu barwnika. Żółcień ta wypada w postaci dobrze ukształtowanych kryształów, które odsąca się i suszy pod zmniejszonym ciśnieniem w temperaturze około 60°C. Po wysuszeniu otrzymuje się 9 g

barwnika, który barwi włókna poliakrylonitrylowe na kolor czystej żółci.

Przykład II. Do 50 ml wody dodaje się 12,5 ml 19°Bé kwasu solnego i w tym roztworze rozpuszcza się w temperaturze pokojowej 3,5 g (0,025 mola) m-nitroaniliny. Roztwór ten oziębia się do temperatury około 0°C i dwuazuje 1 n wodnym roztworem azotynu sodu. Otrzymany roztwór dwuazozwiązku sączy się od części nierozpuszczalnych. W drugim naczyniu w około 50 ml wody rozpuszcza się 6,9 g (0,025 mola) chlorku N,N,N,N'-czterometylo-4-aminodwufenyloaminy o wzorze 6, w którym R oznacza rodnik metylowy, po czym powoli w ciągu około trzech godzin wkrapla się ochłodzony do temperatury 0°C klarowny roztwór dwuazozwiązku m-nitroaniliny. Szybkość dozowania dwuazozwiązku powinna być taka, aby stale występował on w niewielkim nadmiarze, co sprawdza się za pomocą alkalicznego roztworu kwasu H. Następnie miesza się masę reakcyjną w ciągu 4—8 godzin, po czym wysala się w temperaturze pokojowej solą kuchenną w ilości około 15 g/litr roztworu barwnika.

Wysolony barwnik miesza się w ciągu około 30 minut, później sączy się go, przemywa solanką i suszy pod zmniejszonym ciśnieniem w temperaturze 60°C. Otrzymuje się około 10 g barwnika, który barwi włókna poliakrylonitrylowe na kolor żółty z odcieniem czerwonym.

Przykład III. Do 100 ml wody dodaje się 25 ml 19°Bé kwasu solnego i w tym roztworze rozpuszcza się w temperaturze pokojowej 8,1 g (0,05 mola) 2,5-dwuchloroaniliny. Roztwór ten ochładza się do temperatury około 0°C i dwuazuje 1 n wodnym roztworem azotynu sodu. Otrzymany roztwór dwuazozwiązku sączy się od części nierozpuszczalnych w wodzie. W drugim naczyniu rozpuszcza się w około 100 ml wody 13 g (0,05 mola) chlorku N,N,N-trójmetrylo-4-aminodwufenyloaminy, po czym powoli w ciągu około 2 godzin wkrapla się dwuazozwiązek 2,5-dwuchloroaniliny. W czasie sprzęgania dodaje się octanu sodu do uzyskania stałego pH. Szybkość wkraplania dwuazozwiązku kontroluje się przy pomocy alkalicznego roztworu kwasu H. Następnie do masy reakcyjnej dodaje się chlorku cynku w ilości 10 g/litr roztworu i całość miesza około 8 godzin w celu wytrącenia barwnika w postaci łatwo filtrującej się. Otrzymany osad soli podwój-

nej odsąca się, następnie suszy pod próżnią w temperaturze 60°C. Otrzymany barwnik barwi włókna poliakrylonitrylowe na kolor żółty z odcieniem czerwonym.

Przykład IV. Do 150 ml kwasu octowego lodowatego dodaje się 8,6 g (0,05 mola) 2-nitro-4-chloroaniliny, a następnie ogrzewa do rozpuszczenia się osadu, po czym wlewa do około 1000 ml wody i 25 ml 19°Bé kwasu solnego. Otrzymaną zawiesinę dwuazuje się około 1 n roztworu azotynu sodowego w temperaturze do 20°C. Otrzymany dwuazozwiązek sączy się od części nierozpuszczalnych w wodzie. W drugim naczyniu rozpuszcza się w około 100 ml wody 13 g (0,05 mola) chlorku N,N,N-trójmetrylo-4-aminodwufenyloaminy, po czym powoli w ciągu około 3 godzin wkrapla się dwuazozwiązek 2-nitro-4-chloroaniliny.

W czasie wkraplania dwuazozwiązku stabilizuje się wartość pH środowiska za pomocą octanu sodu. Koniec reakcji sprzęgania stwierdza się alkalicznym roztworem kwasu H. Następnie masę reakcyjną miesza się w ciągu około 8 godzin, po czym barwnik wysala się chlorkiem cynku użytym w ilości 10 g/litr roztworu. Otrzymany osad po odsączeniu, wysuszeniu w próżni w temperaturze 60°C barwi włókna poliakrylonitrylowe na kolor żółty.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania żółci barwiących włókna poliakrylonitrylowe o wzorze ogólnym 1, w którym R oznacza wodór lub rodnik metylowy, B oznacza rodnik wytwarzany z jednej z amin aromatycznych przedstawionych wzorami ogólnymi 2 — 5, w których R₁ oznacza wodór lub grupę metoksyłową, R₂ oznacza wodór lub chlor, R₃ oznacza wodór, chlor, rodnik metylowy lub grupę metoksyłową, R₄ oznacza wodór, chlor lub grupę nitrową, R₅ oznacza wodór, chlor, rodnik metylowy lub grupę metoksyłową, R₆ oznacza rodnik metylowy lub grupę nitrową, R₇ oznacza grupę nitrową lub metoksyłową, **znamienny tym**, że jedną ze zdwuazowanych amin aromatycznych przedstawionych wzorami ogólnymi 2 — 5, w których symbole R₁, R₂, R₃, R₄, R₅, R₆ i R₇ mają wyżej podane znaczenie poddaje się reakcji sprzęgania ze składnikiem biernym o wzorze ogólnym 6, w którym R ma wyżej podane znaczenie.

