

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

74649

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Kl. 22a,29/10

Zgłoszono: 05.05.1971 (P. 147968)

Pierwszeństwo _____

MKP C09b 29/10

Zgłoszenie ogłoszono: 25.04.1973

Opis patentowy opublikowano: 31.01.1975

Twórcy wynalazku: Kazimierz Kozłowski, Henryk Masłowski, Jerzy Gaca,
Jadwiga Żychowicz

Uprawniony z patentu tymczasowego: Wyższa Szkoła Inżynierska im. Ja-
na i Jędrzeja Śniadeckich, Byd-
goszcz (Polska)

Sposób otrzymywania pigmentów i barwników z substancji odpadowej po produkcji 4,4'-dwuaminodwufenylometanu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania pigmentów i barwników z substancji odpadowej po produkcji 4,4'-dwuaminodwufenylometanu.

Znane są sposoby otrzymywania pigmentów i barwników przez dwuazowanie określonych amin aromatycznych.

Substancja odpadowa wykorzystana jako półprodukt do wytworzenia pigmentów i barwników sposobem według wynalazku posiada wygląd czarnej błyszczącej masy o przełomie muszlowym, dość lepkiej w dotyku. Temperatura topnienia wynosi 65°C. Odpad jest mieszaniną izomerów amin o wyższym ciężarze cząsteczkowym, produktów kondensacji aniliny z formaldehydem.

Oznaczony metodami analitycznymi skład substancji odpadowej wykazuje:

Zawartość azotu wyznaczoną metodą Kiejdahla	— 11,5%
Zawartość wilgoci	— 0,3%
Zawartość popiołu	— 1,1%
Zawartość chloru	— 0,85%
Wartość opałowa	— 7550 cal/g

Substancja odpadowa rozpuszcza się w kwasach: solnym, octowym, mrówkowym, siarkowym itp.

Celem wynalazku jest użycie substancji odpadowej po produkcji 4,4'-dwuaminodwufenylometanu.

Istota wynalazku polega na sposobie przerobu substancji odpadowej po produkcji 4,4'-dwuaminodwufenylometanu na pigmenty i barwniki polegają-

2

cym na tym, że rozpuszczoną w środowisku kwaśnym o pH = 1 substancję odpadową dwuazuje się wodnym roztworem azotynu sodowego w temperaturze od -5 do +4°C, a następnie poddaje się sprzęganiu w środowisku kwaśnym lub zasadowym znanymi sposobami z komponentami biernymi: β-naftolem, α-naftolem, rezorcyną, kwasem H (kwas 1-amino-8-hydroksynaftlenodwusulfonowy-3,6) lub NN-dwumetyloamiliną.

10 Zalecą techniczną wynalazku jest to, że do otrzymywania pigmentów lub barwników wykorzystuje się produkt odpadowy.

Przykład I — 20 g produktu odpadowego po 4,4'-dwuaminodwufenylometanie rozpuszcza się na gorąco w 40 ml stężonego kwasu solnego, oziębia się do 0°C i dwuazuje roztworem przygotowanym z 14 g azotynu sodowego w 100 ml wody. Otrzymany związek sprzęga się w temperaturze 0°C roztworem sporządzonym z 21 g beta-naftolu i 200 ml 10%-wego 20 roztworu ługu sodowego. Czas sprzęgania wynosi 20 min. Wydzielony czerwony pigment odsącza się na lejkku sitowym, przemywa wodą i suszy w temperaturze 80°C. W wyniku reakcji otrzymuje się 46 g czerwonego pigmentu.

25 Przykład II — 20 g produktu odpadowego po 4,4'-dwuaminodwufenylometanie rozpuszcza się na gorąco w 40 ml kwasu solnego. Po oziębieniu do 0°C dwuazuje się roztworem azotynu sodowego w ilości 14 g azotynu rozpuszczonego w 100 ml 30 dy. Zimny roztwór zdwuazowanego produktu do-

daje się do roztworu sporządzonego z 21 g alfa-naftolu i 200 ml 10%-wego roztworu wodnego NaOH. Czas sprzegania w temperaturze 0°C wynosi 30 min. W celu wydzielienia pigmentu zakwasza się roztwór 300 ml 12%-wym roztworem kwasu solnego. Wydzielony osad odsącza się na lejku sitowym, przemywa wodą i suszy w temperaturze 80°C. Z reakcji otrzymuje się 47 g fioletowo-brunatnego pigmentu.

Przykład III — 10 g produktu odpadowego po 4,4'-dwuaminodwufenylometanie rozpuszcza się w gorącym roztworze kwasu solnego w ilości 20 ml, oziębia do 0°C i dwuazuje roztworem 7 g azotynu sodowego rozpuszczonego w 50 ml wody. Otrzymany dwuazoniowy związek sprzega się z oziębionym roztworem sporządzonym z 9 g rezorcyny i 100 ml 10%-wego wodnego roztworu ługu sodowego. Czas sprzegania wynosi 30 minut. Całość wlewa się mieszając do 200 ml 5% roztworu wodnego kwasu solnego celem wytrącenia pigmentu. Wytrącony brązowy osad sączy się na lejku sitowym, przemywa wodą i suszy w temperaturze 70°C. Z reakcji otrzymuje się 27 g brązowego pigmentu.

Przykład IV — 10 g produktu odpadowego po 4,4'-dwuaminodwufenylometanie dwuazuje się 7 g roztworu azotynu sodowego jak w przykładzie III. Otrzymany roztwór dwuazozwiązek sprzega się z roztworem 28 g soli jednosodowej kwasu H rozpuszczonej w 200 ml 10%-wego roztworu węglanu sodowego. Sprzeganie w temperaturze 0°C trwa około

1 godziny. Powstały fioletowy barwnik wydziela się z roztworu na suszarce rozpyłowej lub przez odparowanie wody. Otrzymuje się 35 g fioletowego barwnika.

5 Przykład V. — Do 20 g zdwuazowanego produktu odpadowego po 4,4'-dwuaminodwufenylometanie jak w przykładzie II dodaje się powoli w ciągu 1 godziny roztwór 21 ml NN-dwumetyloaniliny w 12 ml lodowatego kwasu octowego w temperaturze 0°C. Po wklepieniu całej ilości podczas mieszania całość utrzymuje się jeszcze przez 1 godzinę w temperaturze 0°C. Po upływie tego czasu otrzymany roztwór przy ciągłym mieszaniu wprowadza się powoli do 240 ml 10%-wego wodnego roztworu ługu sodowego. Wypada z roztworu pomarańczowy pigment w ilości 35 g.

Zastrzeżenie patentowe

20 1. Sposób otrzymywania pigmentów i barwników z substancji odpadowej po produkcji 4,4'-dwuamino-dwufenylometanu, **znamienny tym**, że rozpuszczoną w środowisku kwaśnym o pH = 1 substancję odpadową dwuazuje się roztworem wodnym azotynu sodowego w temperaturze od -5 do +4°C, a następnie sprzega w środowisku kwaśnym lub zasadowym znanymi sposobami z β-naftolem, α-naftolem, rezorcyną, kwasem 1-amino-8-hydroksynaftalenodwu-
25 sulfonowym-3,6 lub NN-dwumetyloaniliną.
30