



URZĄD  
PATENTOWY  
PRL

# OPIS PATENTOWY

57625

Patent dodatkowy  
do patentu \_\_\_\_\_

Zgłoszono: 01.VIII.1966 (P 115 866)

Pierwszeństwo: \_\_\_\_\_

Opublikowano: 30.VI.1969

Kl. 22 a,  $\neq$  29/06

MKP C 09 b 29/06

UKD

Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Zbigniew Wiśniewski, mgr inż. Eugeniusz Cieślak, mgr inż. Włodzimierz Petrykiewicz, mgr inż. Władysław Popławski

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

## Sposób wytwarzania 1-aminofenylo-(4-azo-4)-1-naftyloaminy

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania 1-aminofenylo-(4-azo-4)-1-naftyloaminy o wzorze przedstawionym na rysunku.

Znane są sposoby wytwarzania 1-aminofenylo-(4-azo-4)-1-naftyloaminy przez sprzęganie zdwuazowanej paranitroaniliny z alfa-naftyloaminą i redukcję grupy nitrowej w środowisku wodnym lub alkoholowym za pomocą siarczków alkalicznych. Jednakże metody te są kłopotliwe ze względu na stosowanie siarczków, konieczność utylizacji ścieków oraz stosowanie drogich i palnych rozpuszczalników. Poza, tym tak otrzymane barwniki posiadają niedostateczne odporności na tarcie, a w procesie ciśnieniowego barwienia włókien poliestrowych stwarzają szereg trudności technologicznych.

Sposobem według wynalazku alfa-naftyloaminę sprzęga się ze zdwuazowanym paraaminoacetanilidem, po czym otrzymany produkt wyosabia się i przemywa wodą, a następnie poddaje zmydleniu w środowisku alkalicznym. Zmydleniu ulega grupa acetylowa, wskutek czego otrzymuje się 1-aminofenylo-(4-azo-4)-1-naftyloaminę o wzorze przedstawionym na rysunku. Korzystne jest prowadzenie reakcji zmydlenia w wodnym roztworze alkaliów o stężeniu 40—80% wagowych w zakresie temperatur 60°—150°C.

Otrzymany tym sposobem barwnik wykazuje pełną przydatność do ciśnieniowego barwienia włókien poliestrowych i nie wykazuje wad omó-

2

wionych w metodach dotąd stosowanych. Sposób wytwarzania 1-aminofenylo-(4-azo)-1-naftyloaminy według wynalazku jest prostszy i bezpieczniejszy od innych metod.

5 Wynalazek wyjaśnia bliżej następujący przykład, w którym procenty oznaczają procenty wagowe.

Przykład. Do kadzi wlewa się 2500 l wody i przy obracającym się mieszadle dodaje 113 kg 100% p-aminoacetanilidu i 233 kg 30% kwasu solnego. Całość podgrzewa się do rozpuszczenia p-aminoacetanilidu, po czym studzi dodając czystego lodu i utrzymując temperaturę około 3°C i w tej temperaturze dwuazuje roztworem 54 kg 15 azotynu sodu w 250 l wody. Po zdwuazowaniu nadmiar azotynu likwiduje się roztworem kwasu sulfaminowego, a nadmiar kwasu solnego zobojętnia przez dodanie octanu sodu do zaniku reakcji na wskaźnik Kongo. Do tak przygotowanego roztworu chlorku dwuazoniowego wlewa się powoli roztwór 110 kg alfa-naftyloaminy w 128 kg 80% kwasu octowego i 25 kg wody. Temperatura sprzęgania wynosi poniżej 5°C.

25 Następnie zawartość kadzi miesza się w temperaturze do 5°C w ciągu 4 godzin i po zaniku obydwu komponentów (dopuszczalny minimalny nadmiar alfa-naftyloaminy) podgrzewa się bezpośrednio parą wodną do temperatury około 60°C, odsącza barwnik i przemywa wodą. Do aparatu z płaszczem wodno-parowym wlewa się 1300 l 50% 30

wodorotlenku sodu i dodaje pastę barwnika, mieszając otrzymując zawiesinę barwnika w 26% wodnym roztworze wodorotlenku sodu, następnie dodaje się 20 kg mieszaniny soli sodowej kwasu benzylosulfanilowego i soli sodowej kwasu sulfanilowego w stosunku wagowym 4:1 oraz 25 kg soli sodowej kwasu dwunaftalenometanodwusulfonowego.

Całość ogrzewa się w ciągu 12 godzin w temperaturze około 114°C. Koniec zmydlenia stwierdza się chromatograficznie, biorąc próbkę po 8 godzinach i dalej co godzinę do stwierdzenia całkowitego zaniku plamy barwnika z grupą acetylową na chromatogramie. Po zakończeniu zmydlenia pigment barwnika odsącza się w temperaturze

80°C i przemywa zimną wodą do zaniku reakcji na fenoloftaleinę.

#### Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania 1-aminofenylo-(4-azo-4)-1-naftyloaminy z alfa-naftyloaminy, **znamienny tym**, że alfa-naftyloaminę sprzęga się ze zdwiazowanym paraaminoacetoanilidem, po czym otrzymany produkt wyosabia się i poddaje zmydleniu w środowisku alkalicznym.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że reakcję zmydlenia prowadzi się w wodnym roztworze alkaliów o stężeniu 40—80% wagowych i w zakresie temperatur 60—150°C.

