



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

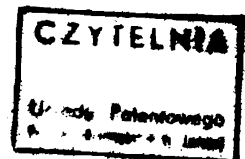
Int. Cl.⁴ C09B 35/00

Zgłoszono: 85 05 20 (P. 253483)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 86 03 25

Opis patentowy opublikowano: 1987 08 31



Twórca wynalazku: Jan Baraniak

Uprawniony z patentu tymczasowego: Ośrodek Badawczo-Rozwojowy
Przemysłu Barwników „Organika”,
Zgierz (Polska)

Sposób otrzymywania nowych czerwieni bezpośrednich

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania nowych czerwieni bezpośrednich o ogólnym wzorze 1, w którym R oznacza resztę fenyłową lub resztę o ogólnym wzorze 2, w którym n oznacza 0 albo 1.

Sposobem według wynalazku dwuazuje się kwas 1-amino-8-0-fenylosulfonylohydroksynaftalenodwusulfonowy-3,6 i sprzęga wytworzony związek dwuazoniowy w środowisku słabo alkalicznym z pochodną kwasu 2-amino-5-hydroksynaftalenosulfonowego-7 o ogólnym wzorze 3, w którym R₁ oznacza resztę fenyłową lub resztę o ogólnym wzorze 4, w którym n ma wyżej podane znaczenie, przy czym w wypadku, gdy R₁ oznacza resztę o ogólnym wzorze 4, używa się do sprzęgania 1,6-2,1 mola zdwuazowanego kwasu 1-amino-8-0-fenylosulfonylohydroksynaftalenodwusulfonowego-3,6 na 1 mol wyżej określonej pochodnej kwasu 2-amino-5-hydroksynaftalenosulfonowego-7, a następnie uzyskany związek azowy o ogólnym wzorze 5, w którym R₂ oznacza resztę fenyłową lub resztę o ogólnym wzorze 6, w którym n ma wyżej podane znaczenie, poddaje się hydrolizie w środowisku alkalicznym i wyodrębnia otrzymany barwnik o ogólnym wzorze 1.

Stwierdzono, że sposobem według wynalazku korzystnie jest prowadzić w jednej operacji hydrolizę uzyskanego związku azowego o ogólnym wzorze 5 równocześnie z wyodrębnianiem powstającego barwnika o ogólnym wzorze 1 poprzez suszenie w temperaturze powyżej 70°C zalkalizowanej mieszaniny poreakcyjnej po sprzęganiu. Suszenie zalkalizowanej mieszaniny poreakcyjnej po sprzęganiu przykładowo może być prowadzone w suszarni owiewowej, próżniowej, fluidyzacyjnej lub korzystnie w suszarni rozpyłowej.

Otrzymywane sposobem według wynalazku nowe barwniki barwią włókna celulozowe na kolor czerwony na drodze wyczerpywania z wodnych kąpiel, uzyskując wysokie powinowactwo do barwionych włókien, a uzyskiwane wybarwienia odznaczają się wysokimi odpornościami na czynniki mokre, tarcie oraz światło.

Otrzymywane sposobem według wynalazku barwniki barwią także włókna proteinowe oraz poliamidowe, jak również wykazują przydatność do barwienia papieru, skóry i poliamidu w masie.

Nowe barwniki mogą być stosowane z innymi barwnikami bezpośrednimi do barwienia włókien celulozowych, a także z innymi barwnikami bezpośrednimi, z barwnikami kwasowymi,

metalokompleksowymi lub zawiesinowymi do barwienia mieszanek włókien celulozowych z innymi rodzajami włókien.

Wynalazek ilustrują, nie ograniczając jego zakresu, następujące przykłady, w których części i procenty oznaczają części i procenty wagowe, a stopnie temperatury podano w stopniach Celsjusza:

Przykład I. 45,9 części kwasu 1-amino-8-0-fenylosulfonylohydroksynaftalenodwusulfonowego-3,6 rozpuszcza się w mieszaninie 250 części wody i 65 części węgla sodowego, dodaje 30 części kwasu solnego 30% i utrzymując temperaturę 5–15° dwuazuje przez wprowadzenie 7 części azotynu sodowego rozpuszczonych w 25 częściach wody. 25,2 części kwasu 5,5'-dwohydroksy-2,2'-dwunaftylokarbamidodwusulfonowego-7,7' (kwasu karbonylo-I) rozpuszcza się w mieszaninie 200 części wody i 4 części wodorotlenku sodowego, po czym wlewa się dwuazozwiązek do roztworu kwasu karbonylo-I ochłodzonego do temperatury 0°. Całość miesza się w temperaturze 0–5° przy pH = 7,5–8,5 do zakończenia reakcji sprzęgania. Do uzyskanej zawiesiny barwnika dodaje się 12 części wodorotlenku sodowego i ogrzewa do temperatury 80°. Całość utrzymuje się w temperaturze 80–85° do zakończenia hydrolizy. Następnie dodaje się 10 części kwasu solnego 30% do pH = 8,5. Otrzymany barwnik wydziela się przez dodanie 70 części chlorku sodowego. Zawiesinę po ochłodzeniu do temperatury 50° filtruje się, a otrzymaną pastę suszy. Uzyskuje się 80 części barwnika, który barwi włókna celulozowe, proteinowe i poliamidowe, a także papier i skórę na kolor czerwony.

Przykład II. 45,9 części kwasu 1-amino-8-0-fenylosulfonylohydroksynaftalenodwusulfonowego-3,6 rozpuszcza się i dwuazuje sposobem opisanym w przykładzie I. 31,5 części kwasu 2-N-fenyloamino-5-hydroksynaftalenosulfonowego-7 (kwasu fenylo-I) rozpuszcza się w mieszaninie 500 części wody i 6 części wodorotlenku sodowego, po czym wlewa się dwuazozwiązek do roztworu kwasu fenylo-I ochłodzonego do temperatury 0°. Całość miesza się w temperaturze 0–5° przy pH = 7,5–8,5 do zakończenia reakcji sprzęgania. Do zawiesiny barwnika dodaje się 20 części wodorotlenku sodowego, ogrzewa do temperatury 80° i całość poddaje suszeniu w suszarni rozpyłowej. Uzyskuje się 115 części barwnika barwiącego włókna celulozowe, proteinowe i poliamidowe, a także papier i skórę na kolor czerwony.

Przykład III. 45,9 części kwasu 1-amino-8-0-fenylosulfonylohydroksynaftalenodwusulfonowego-3,6 rozpuszcza się i dwuazuje sposobem opisanym w przykładzie I. 23,05 części kwasu 5,5'-dwohydroksy-2,2'-dwunaftyloaminodwusulfonowego-7,7' (kwasu dwu-I) rozpuszcza się w mieszaninie 230 części wody i 4,5 części wodorotlenku sodowego, po czym wlewa się dwuazozwiązek do roztworu kwasu dwu-I ochłodzonego do temperatury 0°. Całość miesza się w temperaturze 0–5° przy pH = 7,5–8,5 do zakończenia reakcji sprzęgania. Do uzyskanej zawiesiny barwnika dodaje się 12 części wodorotlenku sodowego i ogrzewa się do temperatury 80°. Całość utrzymuje się w temperaturze 80–85° do zakończenia hydrolizy. Następnie dodaje się 10 części kwasu solnego 30% do pH = 8,5. Otrzymany barwnik wydziela się przez dodanie 60 części chlorku sodowego. Zawiesinę po ochłodzeniu do temperatury 50° filtruje się, a otrzymaną pastę suszy. Uzyskuje się 75 części barwnika, który barwi włókna celulozowe, proteinowe i poliamidowe, a także papier i skórę na kolor czerwony.

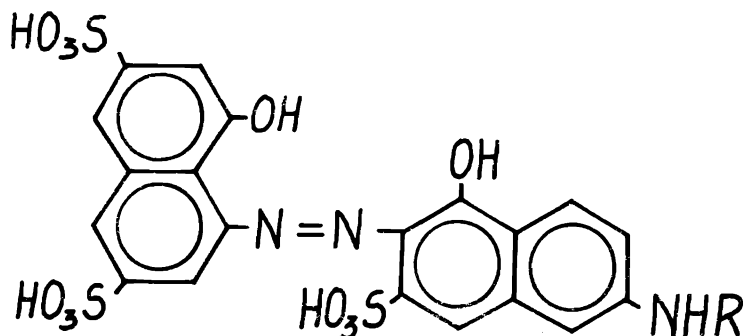
Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania nowych czerwieni bezpośrednich o ogólnym wzorze 1, w którym R oznacza resztę fenyłową lub resztę o ogólnym wzorze 2, w którym n oznacza 0 lub 1, **znamienny tym**, że kwas 1-amino-8-0-fenylosulfonylohydroksynaftalenodwusulfonowy-3,6 dwuazuje się i sprzęga wytworzony związek dwuazoniowy z pochodną kwasu 2-amino-5-hydroksynaftalenosulfonowego-7 o ogólnym wzorze 3, w którym R₁ oznacza resztę fenyłową lub resztę o ogólnym wzorze 4, w którym n ma wyżej podane znaczenie, przy czym w wypadku, gdy R₁ oznacza resztę o ogólnym wzorze 4, używa się do sprzęgania 1,6–2,1 mola zdwuazowanego kwasu 1-amino-8-0-fenylosulfonylohydroksynaftalenodwusulfonowego-3,6 na 1 mol wyżej określonej pochodnej kwasu 2-amino-5-hydroksynaftalenosulfonowego-7, a następnie uzyskany związek azowy o ogólnym wzorze 5, w którym R₂ oznacza resztę fenyłową lub resztę o ogólnym wzorze 6, w którym n ma

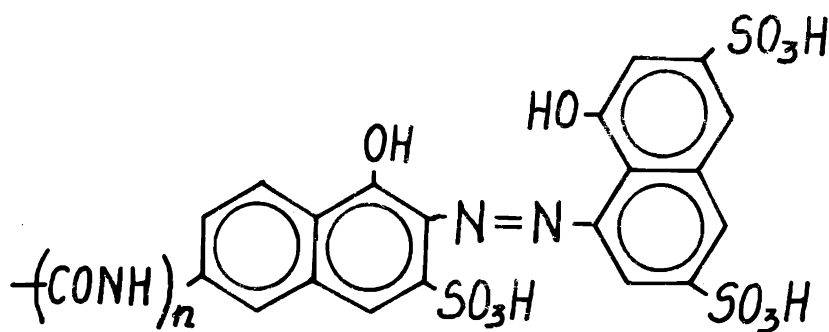
wyżej podane znaczenie, poddaje się hydrolizie w środowisku alkalicznym i wyodrębnia otrzymany barwnik o ogólnym wzorze 1.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że prowadzi się w jednej operacji hydrolizę uzyskanego związku azowego o ogólnym wzorze 5 równocześnie z wyodrębnianiem powstającego barwnika o ogólnym wzorze 1 poprzez suszenie w temperaturze powyżej 70°C zalkalizowanej mieszaniny poreakcyjnej po sprzęganiu.

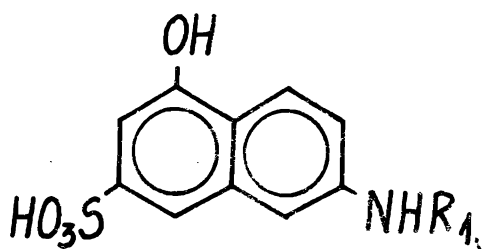
3. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że suszenie zalkalizowanej mieszaniny poreakcyjnej po sprzęganiu prowadzi się w suszarni rozpyłowej.



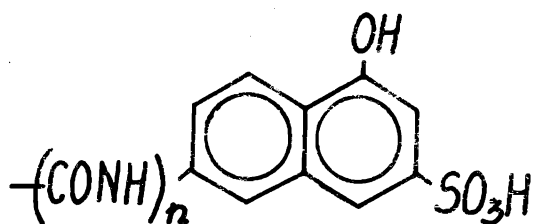
wzór 1



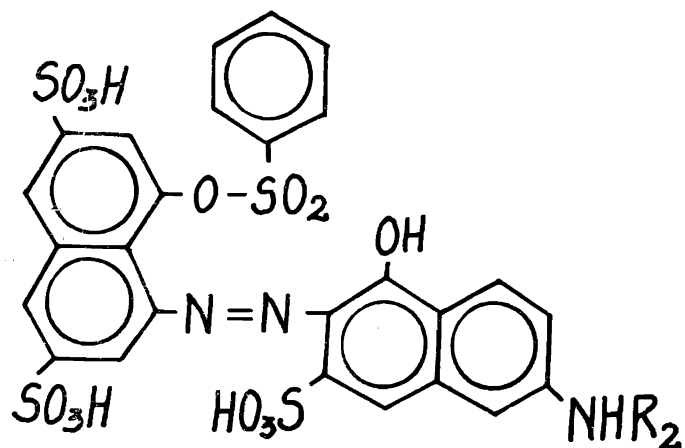
wzór 2



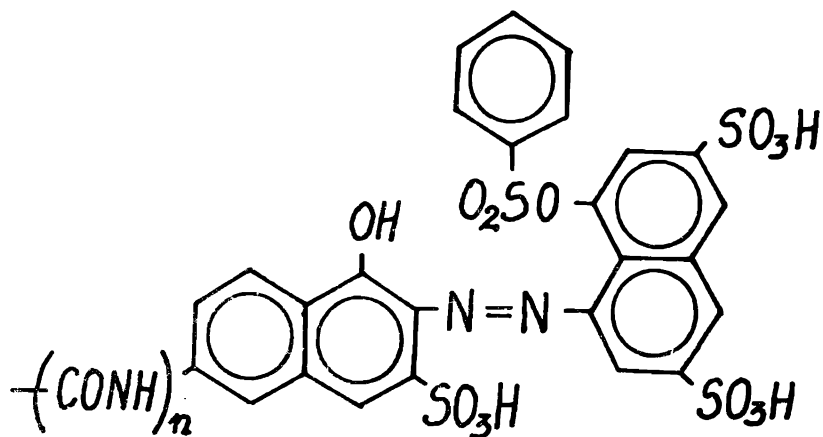
wzór 3



wzór 4



wzór 5



wzór 6