

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

109 460

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 11.07.78 (P. 208366)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 16.07.79

Opis patentowy opublikowano: 31.01.1981

Int. Cl².

CO9B 49/00

CZYTELNIA

Urzedu Patentowego
Państwa Rzeczpospolitej (Londy)

Twórcy wynalazku: Barbara Filip, Stanisław Gogolewski, Jerzy Jabłoński, Janina Szwarz

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

Sposób otrzymywania żółtego barwnika siarkowego

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania żółtego barwnika siarkowego bez użycia działającej kancerogennie benzydyny.

Żółty bezbenzydynowy barwnik siarkowy otrzymuje się według opisu podanego w patencie amerykańskim nr 3927012 w wyniku spiekania dehydrotio-p-toluidyny, fenylenodwuamin i siarki bądź sposobem podanym w zgłoszeniu japońskim nr 7332763-R przez spiekanie p-toluidyny z p-nitroaniliną i siarką.

Sposobem według wynalazku żółty bezbenzydynowy barwnik siarkowy otrzymuje się na drodze spiekania z p-nitroaniliną i siarką dehydrotio-p-toluidyny bądź mieszaniny otrzymanej na drodze ogrzewania w znany sposób p-toluidyny z siarką zawierającej głównie dehydrotio-p-toluidynę, bis-dehydrotio-p-toluidynę oraz niewielkie ilości bis (2-amino-4-metylo-fenilo) siarczków lub bis (2-amino-4-metylo-fenilo) dwusiarczków i 1-amino-2-merkaptio-4-metylobenzenu.

W sposobie według wynalazku stosuje się na 1 część wagową dehydrotio-p-toluidyny bądź omówionej wyżej mieszaniny w przeliczeniu na dehydrotio-p-toluidynę 0,27 – 0,30 części wagowych p-nitroaniliny oraz 2,3 – 6,0 części wagowych siarki. Proces spiekania prowadzi się przez 15 – 30 godzin w temperaturze 210–300°C. Otrzymany surowy barwnik preparuje się znanymi sposobami i stosuje do barwienia włókien celulozowych znanymi metodami.

Wynalazek ilustrują zamieszczone przykłady, w których części oznaczają części wagowe, a stopnie temperatury są podane w skali Celsjusza.

Przykład I. 76 części siarki, 12,8 części dehydrotio-p-toluidyny i 5,4 części p-nitroaniliny z dodatkiem 4,2 części węgla sodu dogrzewa się w ciągu 10 godzin do temperatury 260°, a następnie utrzymuje całość spiekanej masy w tej temperaturze przez 15 godzin, po czym chłodzi do temperatury otoczenia. Otrzymuje się 87,7 części surowego barwnika.

Przykład II. 50 części siarki, 20 części mieszaniny zawierającej dehydrotio-p-toluidynę, bis-dehydrotio-p-toluidynę, bis-(2-amino-4-metylofenilo) siarczki, bis (2-amino-4-metylofenilo)-dwusiarczki i 1-amino-2-merkaptio-4-metylobenzen oraz 5,8 części p-nitroaniliny z dodatkiem 2,6 części węgla sodu dogrzewa się do

temperatury 220° w ciągu 6 godzin, a następnie przez dalsze 6 godzin podgrzewa się spiekana masę do 280° i utrzymuje całość w tej temperaturze przez 4 godziny. Po zakończeniu spiekania masę schładza się do temperatury otoczenia. Uzyskuje się 70,1 części surowego barwnika.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania żółtego barwnika siarkowego na drodze spiekania w obecności siarki amin aromatycznych z produktami siarkowania p-toluidyny, z n a m i e n n y t y m, że jako produkty siarkowania p-toluidyny stosuje się dehydrotio-p-toluidynę lub mieszaninę zawierającą dehydrotio-p-toluidynę, bis-dehydrotio-p-toluidynę oraz bis (2-amino-4-metylofenylo)-siarczki, bis (2-amino-4-metylofenylo) dwusiarczki i 1-amino-2-merkapt-4-metylobenzen, a jako aminę aromatyczną p-nitroanilinę i proces spiekania prowadzi się przez 15–30 godzin w temperaturze 210–300°C, przy czym na 1 część wagową dehydrotio-p-toluidyny lub wyżej omówionej mieszaniny w przeliczeniu na dehydrotio-p-toluidynę stosuje się 0,27–0,30 części wagowych p-nitroaniliny oraz 2,3 – 6,0 części wagowych siarki.