



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 81 08 19 (P. 232 739)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 83 02 28

Opis patentowy opublikowano: 1986 02 17



Int. Cl.⁸

C09B 27/02

Twórcy wynalazku: Stanisław Norek, Hubert Łuczak, Danuta Nowak,
Józef Baliński, Romuald Dzionk

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

Sposób otrzymywania oranżowego barwnika stilbenowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania oranżowego barwnika stilbenowego znanego jako C. I. Direct Orange 37/40265, w polskiej nomenklaturze handiowej — jako Oranż helionowy 3RL.

Znanym sposobem otrzymuje się omawiany barwnik drogą kondensacji 1 mola kwasu 4,4'-dwunitrostilbeno-2,2'-dwusulfonowego w środowisku wodno-alkalicznym od ługu sodowego o stężeniu 0,95—1,20 moli ługu/dcm³ roztworu, w temperaturze powyżej 100°C w ciągu 10—20 godzin z 1 molem barwnika monoazowego otrzymanego przez sprzęganie 1 mola zdwuazowanego kwasu sulfanilowego z 1,02—1,06 mola p-krezydyny w środowisku kwaśnym o pH 4—6,5 utrzymywanym przez wkraplanie roztworu sody, w temperaturze 10—20°C, w ciągu 10—18 godzin. Po zakończeniu reakcji kondensacji otrzymany barwnik poddaje się działaniu substancji o charakterze redukująco-utleniającym typu glukozy, siarczku sodowego lub podchlorynu sodowego, a następnie zobojętnia, wysala, odfiltrowuje i suszy w suszarni owiewowej oraz standaryzuje na barwnik typowy.

Przy prowadzeniu reakcji sprzęgania określonym wyżej sposobem, w temperaturze 10—20°C, koniecznym jest stosowanie nadmiaru p-krezydyny, który w określonych wyżej warunkach zostaje zaokładowany przez barwnik monoazowy. Obecna w barwniku monoazowym wolna p-krezydyna wchodzi w dalszym etapie

2

syntezy omawianego oranżowego barwnika stilbenowego w uboczną reakcję kondensacji z kwasem 4,4'-dwunitrostilbeno-2,2'-dwusulfonowym. Powstaje w ten sposób trudno rozpuszczalny produkt uboczny, którego obecność w wytworzonym barwniku powoduje znaczne obniżenie jego jakości, wyrażające się pogorszeniem czystości odcienia oraz zwiększoną zawartością w barwniku, części nierozpuszczalnych, wynoszącą około 1% wagowego, co powoduje obniżenie rozpuszczalności barwnika w wodzie, która w tych warunkach wynosi 51 g/dcm³.

Sposobem według wynalazku w reakcji sprzęgania stosuje się na 1 mol p-krezydyny 1—1,08 mola zdwuazowanego kwasu sulfanilowego i prowadzi sprzęganie w temperaturze 45—65°C przy pH 1,0—3,8, a w reakcji kondensacji stosuje się 1,0—1,06 mola kwasu 4,4'-dwunitrostilbeno-2,2'-dwusulfonowego i prowadzi reakcję w środowisku zawierającym 1,25—2 moli ługu/dcm³ roztworu. Otrzymaną zawiesinę zobojętnia się, wysala, odfiltrowuje i suszy w suszarni owiewowej albo poddaje, po zobojętnieniu i dodaniu środków przeciwpylejnych, bezpośrednio suszeniu w suszarni rozpyłowej.

Otrzymuje się czysty barwnik o zawartości części nierozpuszczalnych poniżej 0,2% i rozpuszczalności w wodzie wynoszącej 91 g/dcm³. Wydajność syntezy przekracza o około 7% wydajność syntezy prowadzonej znanym sposobem.

Sposób według wynalazku pozwala poza tym na wyeliminowanie z procesu syntezy barwnika etapu jego obróbki substancjami o charakterze redukująco-utleniającym oraz — części czystości otrzymywanego tym sposobem barwnika — etapu 5 odfiltrowywania gotowego produktu, jeżeli zastępuje się suszarnię rozpyłową.

Wynalazek ilustrują następujące przykłady, w których części oznaczają części wagowe, a stopnie temperatury podano w stopniach Celsjusza:

Przykład I. Do roztworu zawierającego 300 części wody, 27,4 części p-krezydyny i 24 części 10 kwasu solnego, o temperaturze 70° i pH 2,8 dodaje się szybko, przy ciągłym mieszaniu 520 części roztworu wodnej zawiesiny dwuazotowazwiązku 15 kwasu sulfanilowego o temperaturze 10—15°, otrzymanego znanym sposobem przez zdwuazowanie 34,6 części kwasu sulfanilowego w 200 częściach wody, 100 częściach lodu i 63,5 częściach 20 kwasu solnego, przy użyciu 13,8 części azotynu sodu. Temperatura mieszaniny obniża się do 50°, a pH — do 1,5. W czasie 15 minut dodaje się, ogrzewając mieszaninę do 60°, 16 części węglanu sodu do osiągnięcia pH 2,8. Barwnik wypada z 25 roztworu. Po upływie 1,5 godziny, gdy nie stwierdza się obecności p-krezydyny i dwuazotowazwiązku, odfiltrowuje się wytrącony barwnik. Otrzymuje się 62,5 części barwnika monoazowego o grubokrystalicznej 30 piaskowej budowie barwy stalowoszarej. Proces kondensacji i wydzielania barwnika prowadzi się sposobem opisanym w przykładzie I. Otrzymuje się 377 części barwnika typowego.

Przykład II. Do roztworu zawierającego 300 części wody, 27,4 części p-krezydyny i 24 części 45 kwasu solnego, o temperaturze 55° i pH 2,8 dodaje się przy uruchomionym mieszadle w sposób ciągły w czasie 1 godziny 520 części wodnej zawiesiny dwuazotowazwiązku kwasu sulfanilowego otrzy-

manego sposobem omówionym w przykładzie I, z jednoczesnym dozowaniem 16 części węglanu sodu, utrzymując pH masy reakcyjnej pH w granicach 2,7—2,9, a temperaturę — w granicach 50—60°. W trakcie procesu barwnik monoazowy 5 wypada z roztworu. Po 15 minutach od zakończenia dozowania zawiesiny dwuazotowazwiązku, gdy nie stwierdzi się obecności p-krezydyny ani dwuazotowazwiązku kwasu sulfanilowego odfiltrowuje się wytrącony barwnik. Otrzymuje się 62,5 części 10 barwnika monoazowego o grubokrystalicznej piaskowej budowie barwy stalowoszarej. Proces kondensacji i wydzielania barwnika prowadzi się sposobem opisanym w przykładzie I. Otrzymuje się 377 części barwnika typowego.

Przykład III. Postępuje się sposobem opisanym w przykładzie I, przy czym po zakończeniu syntezy i zubożeniu masy poreakcyjnej dodaje się do niej 4 części środka przeciwpłynnego (Olanu UN) i kieruje zawiesinę do suszarni rozpyłowej. Po wysuszeniu otrzymuje się 380 części 20 barwnika typowego.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania oranżowego barwnika stilbenowego rozpuszczalnego w wodzie, na drodze sprzęgania zdwuazowanego kwasu sulfanilowego z p-krezydyną w środowisku kwaśnym i następnej kondensacji wytworzonego barwnika monoazowego z kwasem 4,4'-dwunitrostilbeno-2,2'-dwusulfonowym w środowisku alkalicznym od ługu sodowego lub potasowego w temperaturze powyżej 100°C, ewentualnego filtrowania oraz suszenia otrzymanego barwnika, znamienny tym, 35 że w reakcji sprzęgania stosuje się na 1 mol p-krezydyny 1—1,06 mola zdwuazowanego kwasu sulfanilowego i prowadzi sprzęganie w temperaturze 45—65°C przy pH 1,0—3,8, a w reakcji kondensacji stosuje się 1,0—1,06 mola kwasu 4,4'-dwunitrostilbeno-2,2'-dwusulfonowego i prowadzi 40 reakcję w środowisku zawierającym 1,25—2 moli ługu/dec³ roztworu.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że 45 suszenie otrzymanego barwnika prowadzi się drogą bezpośredniego suszenia zubożonej zawiesiny otrzymanej w wyniku syntezy, z dodatkiem środka przeciwpłynnego, w suszarni rozpyłowej.