

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y P A T E N T U T Y M C Z A S O W E G O

78709

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Kl. 22a,29/28

Zgłoszono: 16.11.1972 (P. 158879)

Pierwszeństwo: _____

MKP C09b 29/28

Zgłoszenie ogłoszono: 30.09.1973

Opis patentowy opublikowano: 30.06.1975

Twórcy wynalazku: Marian Ignatowicz, Zdzisław Zaremba, Józef Pudłowski, Eugeniusz Klusek,
Władysław Popławski, Alina Ciemienievska

Uprawniony z patentu tymczasowego: Zakłady Przemysłu Barwników „Boruta”,
Zgierz (Polska)

Sposób wytwarzania nierozpuszczalnej w wodzie czerwieni azowej

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nowego nierozpuszczalnego w wodzie barwnika monoazowego barwiącego włókno poliestrowe na kolor czerwony.

Dotychczas nie znano dyspersyjnych barwników azowych, w których składnikami biernymi byłyby acetyloaminonaftole.

Nowy barwnik jest chromatograficznie jednorodnym związkiem chemicznym o nazwie 1-acetyloamino-8-(4-nitrobenzeno)-azo-7-naftol o temperaturze topnienia 248–250°C. Jest on wartościowym barwnikiem do barwienia i drukowania włókien poliestrowych z zawiesiny wodnej, szczególnie odznacza się dobrym powinowactwem do tych włókien. Stosuje się go jako związek jednorodny oraz w postaci mieszanek barwników.

Stwierdzono, że otrzymuje się nowy nierozpuszczalny w wodzie monoazowy barwnik, jeżeli zdwuazowaną 4-nitroaniliną podda się sprzęganiu z 1-acetyloamino-7-naftolem. Dwuazowanie chlorowodorku 4-nitroaniliny prowadzi się w środowisku wodnym w obecności kwasów mineralnych przy użyciu azotynu sodowego w temperaturze 0–5°C. Sprzęganie prowadzi się przy stopniowym dodawaniu do wodnego alkalicznego roztworu 1-acetylo-amino-7-naftolu kwaśny roztwór soli dwuazoniowej w temperaturze 0–4°C. Sprzęganie prowadzi się celowo przy wartości pH 4 do 8 przy czym wartość tę nastawia się przez dodawanie substancji buforowych wpływających na szybkość sprzęgania takich jak np. octanów metali alkalicznych, amonu oraz wodorotlenków metali alkalicznych i amonu. Zbyt duży użyty nadmiar wodorotlenku sodu lub podwyższenie temperatury przy sprzęganiu powodują zmydlenie grupy acetylowej, a zatem wytworzenie barwnika monoazowego powstałego w wyniku sprzęgania chlorku dwuazoniowego 4-nitro-aniliny z 1-amino-7-hydroksy-naftalenem, który jest barwnikiem dyspersyjnym o barwie brunatnej. Po reakcji sprzęgania utworzony barwnik można oddzielić z mieszaniny reakcyjnej przez odsączenie, ponieważ praktycznie jest on nierozpuszczalny w wodzie.

Barwnik otrzymany sposobem według wynalazku stosuje się do barwienia korzystnie w postaci silnie rozdrobnionej i barwi z dodatkiem środków dyspergujących jak mydło, ługi posiarzynowe lub syntetyczne środki piorące albo kombinacje różnych środków zwilżających i dyspergujących. Korzystne jest przeprowadzenie przed barwieniem barwnika w preparat farbiarski, zawierający środek dyspergujący i silnie rozdrobniony barwnik w takiej postaci, że przy rozcieńczeniu preparatu wodą, otrzymuje się drobną zawiesinę.

Nowy barwnik otrzymany sposobem według wynalazku po przeprowadzeniu go w postaci zdyspergowanej nadaje się do barwienia syntetycznych włókien zwłaszcza wytworzonych z aromatycznych poliestrów. Podczas barwienia tym barwnikiem nie występuje niepożądane zjawisko osadzania się jego na powierzchni włókna. Barwi się korzystnie w obecności środków pomocniczych na przykład środków wyrównujących, będących produktami przyłączenia wyższych amin alifatycznych i tlenu etylenu. Otrzymuje się intensywne wybarwienie czerwieni odporne na światło i sublimację i odznaczające się bardzo dobrą egalizacją.

Sposób według wynalazku wyjaśnia bliżej poniższy przykład, w którym części i procenty oznaczają części i procenty wagowe.

P r z y k ł a d: 31,2 części 4-nitroaniliny rozpuszcza się w 200 częściach wody, zakwaszonej 69 częściami 30% kwasu solnego oziębia lodem do temperatury 0°C i dwuazuje 13,8 częściami azotynu sodu w postaci 1-normalnego wodnego roztworu. Po stwierdzeniu końca dwuazowania chlorek dwuazoniowy 4-nitroaniliny odsącza się od części nierozpuszczalnych. W drugim reaktorze 44 części 1-acetyloamino-7-naftolu rozpuszcza się w roztworze 17,6 części wodorotlenku sodu w 880 częściach wody i roztwór ten odsącza się od części nierozpuszczalnych. Do roztworu 1-acetyloamino-7-naftolu dodaje się lodu do uzyskania temperatury 0°C i następnie dodaje 60 części octanu sodu. W zakresie temperatury 0–4°C powoli wkrapla się dwuazozwiązek dodając jeszcze 40 części octanu sodu. Koniec sprzęgania stwierdza się brakiem dwuazozwiązku i nadmiarem 1-acetylo-amino-7-naftolu. W temperaturze pokojowej filtruje się i przemywa wodą osad barwnika. 370 części pasty barwnika i 189 części produktu kondensacji kwasu 2-naftalenosulfonowego z formaliną dysperguje się aż do uzyskania barwnika o dobrym rozdrobnieniu. Po wysuszeniu otrzymuje się 252 części typowego barwnika.

Przykład barwienia metodą „Thermosol”: 30 części barwnika wytworzonego według wynalazku miesza się z 1-częścią środka zwilżającego np. produktu kondensacji tlenu etylenu z alkilo-fenolem oraz z 20 częściami środka zapobiegającego migracji podczas barwienia (pochodne metakrylowe rozpuszczalne w wodzie) i całość uzupełnia wodą do 998 części. Po dokładnym wymieszaniu dodaje się 2 części 30% kwasu octowego. Temperatura kąpieli napawającej wynosi 20–30°C. Tak przygotowaną kąpielą napawa się tkaninę, następnie suszy w temperaturze 130°C w ciągu 5 minut, po czym poddaje się procesowi dogrzewania w temp. 220°C w ciągu 60 sekund. Po zakończeniu dogrzewania tkaninę pierze się według ogólnie znanych sposobów, a następnie suszy.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania nierozpuszczalnej w wodzie czerwieni monoazowej do barwienia włókien poliestrowych, znamienny tym, że chlorek dwuazoniowy 4-nitroaniliny poddaje się reakcji sprzęgania z 1-acetyloamino-7-naftolenem, przy czym reakcję sprzęgania prowadzi się w temperaturze 0–4°C przy pH 4–8 w obecności octanów metali alkalicznych i amonu oraz wodorotlenków metali alkalicznych i amonu.