

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

115 663

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Int. Cl.². C09B 33/00

Zgłoszono: 24.09.79 (P.218532)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 11.08.80

Opis patentowy opublikowano: 31.12.1982



Twórcy wynalazku: Andrzej Kujawski, Lucjan Szuster, Andrzej Gawłowski,
Jerzy Jabłoński

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

Sposób otrzymywania nowych barwników azowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania nowych barwników azowych o ogólnym wzorze 1, w którym B oznacza resztę aminy aromatycznej lub heterocyklicznej, D oznacza resztę aromatycznego lub heterocyklicznego składnika biernego, R oznacza atom wodoru lub chlorowca albo grupę metylową, metoksyłową, etoksyłową lub hydroksylową, a A oznacza resztę składnika biernego pochodnego naftolu, fenolu lub związku heterocyklicznego albo resztę barwnika monoazowego o ogólnym wzorze 2, w którym B₁ oznacza resztę aminy aromatycznej lub heterocyklicznej, a n oznacza liczbę całkowitą 1 lub 2 albo resztę barwnika monoazowego o wzorze 3 albo resztę barwnika monoazowego o ogólnym wzorze 4, w którym X oznacza resztę aminy aromatycznej pochodnej benzenu, a Y oznacza resztę m-fenyleno- lub m-toluenodwuaminy albo resztę rezorcyny lub m-aminofenolu.

Sposobem według wynalazku sprzęga się zdwuazowaną aminę aromatyczną lub heterocykliczną ze związkiem o ogólnym wzorze 5, w którym symbole mają wyżej podane znaczenia, a otrzymany związek o ogólnym wzorze 6, w którym symbole mają wyżej podane znaczenia, dwuazuje się i sprzęga z barwnikiem monoazowym o wzorze 2, 3 lub 4, albo ze składnikiem biernym pochodnym naftolu, fenolu lub związku heterocyklicznego zawierającego grupę enolową.

Otrzymywane sposobem według wynalazku barwniki barwią włókna celulozowe, poliamidowe i skórę jako barwniki jednorodne lub w postaci mieszanin z barwnikami innych grup na kolory oranżowy, żółty, brunatny, czerwony i zielony.

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. 9,3 części aniliny rozpuszcza się w 30 częściach wody z dodatkiem 25 części kwasu solnego 19°Be', chłodzi roztwór lodem do temperatury 0° i dwuazuje za pomocą 25 ml 4n azotynu sodowego. Uzyskany roztwór dwuazozwiązku dodaje się do przygotowanego oddzielnie roztworu 22,8 części 4-amino-3'-hydroksybenzoilanilidu w 250 częściach wody z dodatkiem 12 części 40% ługu sodowego i 12 części sody, miesza całość w ciągu 4 godzin, a do otrzymanej masy zawierającej wytworzony barwnik monoazowy dodaje 50–60 części kwasu solnego 19°Be', chłodzi lodem i dwuazuje. Otrzymaną zawiesinę zdwuazowanego barwnika monoazowego dodaje się do przygotowanego oddzielnie roztworu 24 części kwasu 2-amino-8-naftolo-6-sulfonowego

w 250 częściach wody z dodatkiem 18 części sody i wydziela po kilku godzinach sprzęgania końcowy barwnik przez wysolenie. Otrzymuje się 75 części barwnika, barwiącego włókna pochodzenia roślinnego, poliamid i skórę na kolor brunatny.

Przykład II. 17,3 części kwasu sulfanilowego rozpuszcza się w 50 częściach wody z dodatkiem 6 części sody, dodaje do otrzymanej masy 25 części kwasu solnego 19°Be , chłodzi całość lodem do temperatury 5° i dwuazuje za pomocą 25 ml 4n azotynu sodowego. Uzyskaną zawiesinę dwuazowiazku kwasu sulfanilowego dodaje się do roztworu 31 części 4-amino-3'-metylopirazolonobenzoilanilidu w 250 częściach wody z dodatkiem 12 części 40% ługu sodowego i 12 części sody. Po 4 godzinach sprzęgania dodaje się do otrzymanej masy zawierającej barwnik monoazowy 60 części kwasu solnego 19°Be , chłodzi całość lodem i poddaje barwnik dwuazowaniu. Wytworzoną w ten sposób zawiesinę zdwuazowanego barwnika monoazowego dodaje się do roztworu 25,4 części 1(4'-sulfofenilo)-3-metylopirazolonu-5 w 250 częściach wody z dodatkiem 18 części sody. Po zakończeniu sprzęgania wydziela się końcowy barwnik przez wysolenie. Otrzymuje się 85 części barwnika, barwiącego włókna pochodzenia roślinnego, poliamid i skórę na kolor oranżowy.

Przykład III. 22,8 części 4-amino-3'-hydroksybenzoilanilidu rozpuszcza się w 250 częściach wody z dodatkiem 12 części 40% ługu sodowego i 12 części sody. Do przygotowanego w ten sposób roztworu składnika biernego dodaje się roztwór dwuazowiazku aniliny, uzyskany przez zdwuazowanie sposobem opisanym w przykładzie I 9,3 części aniliny. Po 4 godzinach sprzęgania dodaje się do otrzymanej masy zawierającej barwnik monoazowy 60 części kwasu solnego 19°Be , chłodzi całość lodem do temperatury 0° i poddaje barwnik dwuazowaniu. Zawiesinę zdwuazowanego barwnika dodaje się do roztworu 55 części barwnika monoazowego, otrzymanego drogą sprzęgania zdwuazowanej p-nitroaniliny z kwasem 1-amino-8-hydroksy-3,6-dwusulfonowym, w 250 częściach wody z dodatkiem 12 części sody. Po zakończeniu sprzęgania wydziela się końcowy barwnik przez wysolenie. Otrzymuje się 75 części barwnika, barwiącego włókna pochodzenia roślinnego, poliamid i skórę na kolor zielony.

Przykład IV. Sposobem opisanym w przykładzie II dwuazuje się 17,3 części kwasu sulfanilowego i dodaje uzyskaną zawiesinę dwuazowiazku do roztworu 31 części 4-amino-3'-metylopirazolonobenzoilanilidu w 250 częściach wody z dodatkiem 12 części 40% ługu sodowego i 12 części sody. Otrzymany barwnik monoazowy poddaje się dwuazowaniu i sprzęga sposobem opisanym jako ostatni etap postępowania podanego w przykładzie III z 50 częściami barwnika monoazowego, uzyskanego przez sprzęganie zdwuazowanej p-chloroaniliny z kwasem 1-amino-8-hydroksy-3,6-dwusulfonowym. Otrzymuje się 95 części barwnika, barwiącego włókna pochodzenia roślinnego, poliamid i skórę na kolor zielony.

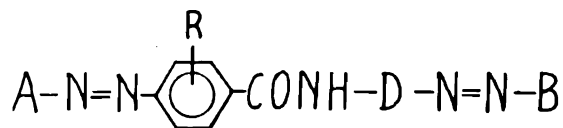
Przykład V. Sposobem opisanym w przykładzie II dwuazuje się 17,3 części kwasu sulfanilowego i dodaje uzyskaną zawiesinę dwuazowiazku do roztworu 22,8 części 4-amino-3'-hydroksybenzoilanilidu w 50 częściach wody z dodatkiem 12 części 40% ługu sodowego i 12 części sody. Po 4 godzinach sprzęgania dodaje się do otrzymanej masy zawierającej barwnik monoazowy 60 części kwasu solnego 19°Be , chłodzi całość lodem do temperatury 0° i dwuazuje. Uzyskaną zawiesinę barwnika monoazowego dodaje się do roztworu 32 części barwnika monoazowego, otrzymanego przez sprzęganie zdwuazowanego kwasu sulfanilowego z m-toluenodwuaminą, w 250 częściach wody z dodatkiem 12 części sody. Po zakończeniu sprzęgania wydziela się końcowy barwnik przez wysolenie. Otrzymuje się 75 części barwnika, barwiącego włókna pochodzenia roślinnego, poliamid i skórę na kolor brunatny.

Przykład VI. Postępuje się sposobem opisanym w przykładzie V, stosując do drugiego sprzęgania zamiast barwnika monoazowego uzyskanego przez sprzęganie zdwuazowanego kwasu sulfanilowego z m-toluenodwuaminą 38 części barwnika o wzorze 3. Otrzymuje się 75 części barwnika, barwiącego włókna pochodzenia roślinnego, poliamid i skórę na kolor brunatny.

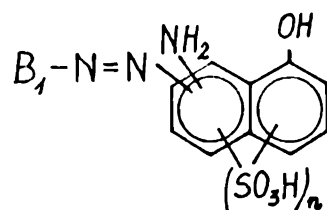
Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania nowych barwników azowych o ogólnym wzorze 1, w którym B oznacza resztę aminy aromatycznej lub heterocyklicznej, D oznacza resztę aromatycznego lub heterocyklicznego składnika biernego, R oznacza atom wodoru lub chlorowca albo grupę metylową, metoksylową, etoksylową lub hydroksylową, a A oznacza resztę składnika biernego pochodnego naftolu, fenolu lub związku heterocyklicznego albo resztę barwnika monoazowego o ogólnym wzorze 2, w którym B_1 oznacza resztę aminy aromatycznej lub heterocyklicznej, a n oznacza liczbę całkowitą 1 lub 2 albo resztę barwnika monoazowego o wzorze 3 albo resztę barwnika monoazowego o ogólnym wzorze 4, w którym X oznacza resztę aminy aromatycznej pochodnej benzeny, a Y oznacza resztę m-fenyleno- lub m-toluenodwuaminy albo resztę rezorcyny lub m-aminofenolu, z n a -

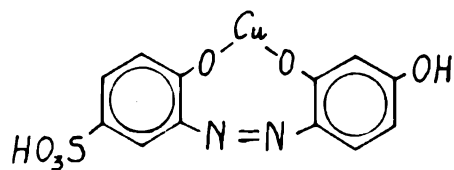
mienny tym, że zdwuazowaną aminę aromatyczną lub heterocykliczną sprzęga się ze związkiem o ogólnym wzorze 5, w którym symbole mają wyżej podane znaczenia, a otrzymany związek o ogólnym wzorze 6, w którym symbole mają wyżej podane znaczenia, dwuazuje się i sprzęga z barwnikiem monoazowym o wzorze 2, 3 lub 4 albo ze składnikiem biernym pochodnym naftolu, fenolu lub związku heterocyklicznego zawierającego grupę enolową.



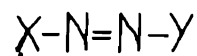
wzór 1



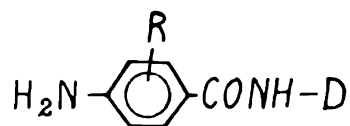
wzór 2



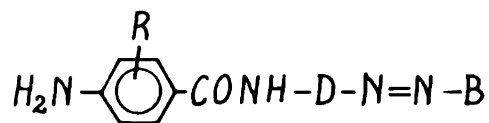
wzór 3



wzór 4



wzór 5



wzór 6