

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

75 836

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 14.07.1972 (P. 156695)

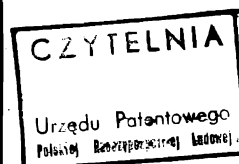
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 10.02.1975

Kl. 22a, 3/30

MKP C09b 3/30



Twórcy wynalazku: Kazimierz Kozłowski, Tadeusz Krasowski

Uprawniony z patentu tymczasowego: Wyższa Szkoła Inżynierska im. Jana i Jędrzeja
Śniadeckich, Bydgoszcz (Polska)

Sposób wytwarzania barwnika dwuaminowiolantronowego

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania barwnika dwuaminowiolantronowego.

Znane są sposoby wytwarzania barwnika dwuaminowiolantronowego przez nitrowanie wiolantronu, a następnie poprzez redukcję grupy NO_2 . Ponadto znana jest ciśnieniowa metoda otrzymywania dwuaminowiolantronu, w której dwubromowiolantron poddaje się reakcji z amoniakiem pod ciśnieniem około 50 atm.

Wadą i niedogodnością znanych sposobów wytwarzania barwnika dwuaminowiolantronowego jest prowadzenie reakcji pod podwyższonym ciśnieniem i konieczność stosowania specjalnej aparatury.

Istota wynalazku polega na tym, że dwubromowiolantron poddaje się reakcji stapiania z mocznikiem i octanem sodowym, najkorzystniej w temperaturze od 140 do 160° wobec sproszkowanej miedzi metalicznej jako katalizatora, w wyniku której otrzymuje się barwnik dwuaminowiolantronowy.

Zaletą techniczną wynalazku jest łatwy i prosty sposób otrzymywania barwnika, który nie wymaga stosowania specjalnej aparatury i podwyższonego ciśnienia. Wydajność reakcji wymiany atomów Br na grupy NH_2 jest prawie ilościowa, wynosi ponad 98,5%. Dodatek bezwodnego octanu sodowego obniża temperaturę topnienia masy reakcyjnej i wiąże wydzielający się Br.

Otrzymany barwnik daje wybarwienia zielone, które w kąpeli utleniającej przechodzą w wybarwienia czarne (czerni indantrenowa BB).

Przykład I. W kolbie kulistej o pojemności 50 ml zaopatrzonej w chłodnicę powietrzną umieszcza się 3 g dwubromowiolantronu, 3 g mocznika i 1,5 g octanu sodu i 0,01 g sproszkowanej metalicznej miedzi. Całość ogrzewa się na łaźni olejowej w temperaturze od 145–155°C przez 2 godziny. Do gorącej mieszaniny reakcyjnej dodaje się 20 ml wody destylowanej, a następnie sączy się na lejek. Nadmiar mocznika, octanu sodu, bromku sodowego i powstałego octanu miedzi odmywa się ciepłą wodą destylowaną. Wydajność dwuaminowiolantronu 2,21 g – 93,6% wydajności teoretycznej. Otrzymany barwnik o wzorze sumarycznym $\text{C}_{34} \text{H}_{16} \text{N}_2 \text{O}_2$ jest czarnym proszkiem o temperaturze rozkładu ponad 465°C. Motki bawełniane uprzednio wyprane, wilgotne poddaje się skadziowaniu w kąpeli o składzie:

- 2 ml oleju tureckiego
- 18 ml 30% roztworu ługu sodowego
- 0,5 g hydrosulfitu
- 50 ml wody destylowanej

a następnie dodaje się roztwór uzupełniający o składzie:

245 ml wody destylowanej

3,2 ml 30% roztworu ługu sodowego

0,6 g hydrosulfitu

5 g soli kuchennej

oraz 3% barwnika w stosunku do wagi przędzy (10 g).

Wyfarbowanie prowadzi się w temperaturze 60°C przez 30 minut. Po tym czasie dodaje się roztwór (0,3 g hydrosulfitu w 5 ml wody destylowanej), temperaturę kąpeli podnosi się do 80°C i ogrzewa się zanurzone motki mieszając co jakiś czas przez dalsze 30 minut. Następnie motki po wypraniu suszy się na powietrzu. Motki są wybarwione na kolor ciemnozielony. Celem uzyskania czerni należy poddać wybarwione motki kąpeli utleniającej (np. w roztworze podchlorynu).

Przykład II. W kolbie okrągłodennej o pojemności 250 ml zaopatrzonej w chłodnicę powietrzną umieszcza się 9 g dwubromowiolantronu o zawartości czystego dwubromowiolantronu 95%. Następnie dodaje się 9 g mocznika i 4,5 g octanu sodowego oraz 0,01 g sproszkowanej miedzi metalicznej. Całość ogrzewa się na łaźni olejowej w temperaturze 145–155°C przez 2 godziny. Podczas reakcji następuje lekkie spienienie masy reakcyjnej. Po upływie 2 godzin do gorącej mieszaniny reakcyjnej dolewa się 60 ml wody destylowanej i całość poddaje się sączeniu, przemywa się porcjami 4 razy po 30 ml gorącej wody. Uzyskana wydajność produktu wynosi 6,7 g tj. 93,9% w stosunku do użytego dwubromowiolantronu i 98,5% w stosunku do zawartości dwubromowiolantronu.

Otrzymany barwnik o wzorze sumarycznym $C_{34} H_{16} N_2 O_2$ jest czarnym proszkiem o temperaturze rozkładu ponad 465°C.

Otrzymane wybarwienie koloru ciemnozielonego na motkach bawełnianych potwierdza bardzo wysoki stopień czystości otrzymanego produktu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania barwnika dwuaminowiolantronowego, znamienny tym, że dwubromowiolantron poddaje się reakcji stapiania z mocznikiem i octanem sodowym w temperaturze najkorzystniej od 140 do 160°C przez okres 2 godzin wobec sproszkowanej miedzi metalicznej jako katalizatora.