



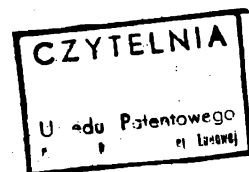
Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 15.03.76 (P. 187973)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 10.10.77

Opis patentowy opublikowano: 20.10.1979



Int. Cl.²

C09B 29/06

Twórcy wynalazku: Andrzej Gawłowski, Lucjan Szuster, Mirosław Muszyński

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

Sposób otrzymywania nowych barwników azowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania nowych barwników azowych pochodnych dwufenyloaminy o ogólnym wzorze 1, w którym R oznacza atom wodoru lub chloru, grupę alkilową, alkoksylową albo hydroksylową, a A oznacza resztę składnika biernego o ogólnym wzorze 2, w którym X i Y oznaczają atomy wodoru, grupy: alkilową, hydroksyalkilową, cyjanoalkilową, benzylosulfonową i mogą być jednakowe lub różne, Z oznacza atom wodoru lub grupę alkoksylową, a Q oznacza atom wodoru albo grupę aminową lub acyloaminową.

Znane barwniki kwasowe monoazowe pochodne 4-amino-4'-nitro-2'-sulfodwufenyloaminy otrzymywane są na drodze sprzęgania zdwuazowanej 4-amino-4'-nitro-2'-sulfodwufenyloaminy z aminonafitolami lub ich acylowanymi pochodnymi, zawierającymi grupy N-alkilowe, N-arylowe lub N-hydroksyalkilowe. Otrzymywane w ten sposób barwniki stanowią czerwienie, fioletry i brunaty do barwienia włosów i skór. Znane są również monoazowe żółcienie kwasowe otrzymywane przez sprzęganie zdwuazowanej 4-amino-4'-nitro-2'-sulfodwufenyloaminy z fenolem lub krezolami i następną estryfikację uzyskanego barwnika za pomocą sulfochloorków arylowych. Otrzymane tym sposobem barwniki służą do barwienia wełny.

Sposobem według wynalazku poddaje się aminę aromatyczną o ogólnym wzorze 3, w którym R ma wyżej podane znaczenie, reakcji dwuazowania

2

i sprzęga następnie wytworzony związek dwuazowy ze składnikiem biernym o ogólnym wzorze 2, w którym symbole mają wyżej podane znaczenie. W zależności od użytej do dwuazowania aminy oraz zastosowanych składników biernych otrzymuje się opisanym wyżej sposobem żółcienie, oranże, czerwienie lub brunaty o bardzo dobrych odpornościach na światło i czynniki mokre.

Otrzymane omawianym sposobem barwniki barwią włókna proteinowe i poliamidowe ewentualnie włókna mieszane w dowolnym stadium przetworu jako barwniki jednorodne lub w postaci mieszanin z innymi barwnikami, zawierającymi nie mniej niż jedną grupę sulfonową, drogą wyczerpywania z kwaśnej kąpieli. Korzystne wyniki procesu barwienia zapewnia utrwalanie wybarwień w kwaśnej kąpieli, z dodatkiem taniny oraz emetyku. Omawiane barwniki barwią również skórę.

Wynalazek ilustrują, nie ograniczając jego zakresu, następujące przykłady, w których części i procenty oznaczają części i procenty wagowe, a stopnie temperatury podane są w stopniach Celsjusza:

Przykład I. Do mieszaniny 125 części wody i 7,75 części 4-amino-4'-nitro-2'-sulfodwufenyloaminy dodaje się 1 część ługu sodowego oraz 1,75 części azotynu sodowego i miesza całość do momentu rozpuszczenia się stałych substancji. Użytkany roztwór wkrapla się w ciągu 1 godziny w temperaturze 20—25° do mieszaniny 50 części wo-

dy i 15 części kwasu octowego, miesza powstałą zawieszinę związku dwuazoniowego w ciągu 12 godzin w temperaturze 20–25° i wlewa do niej roztwór 4,6 części N,N-dwuetańolooaniliny w mieszaninie 50 części wody i 3,3 części 30% kwasu solnego. Do masy reakcyjnej wkrapla się następnie 30 części 10% roztworu sody w taki sposób, by pH środowiska utrzymywało się w granicach 5–6, po czym miesza się całość w ciągu 8 godzin w temperaturze 20–25°. Po zakończeniu procesu sprzęgania nastawia się pH masy reakcyjnej działaniem węglanu sodowego na 6,6–7,2 i wysala barwnik

za pomocą chlorku potasowego, odsącza i suszy w temperaturze 80°. Otrzymuje się 16 części barwnika, barwiącego włókna proteinowe na kolor oranżowy.

Sposobem opisanym w przykładzie I można otrzymać szereg barwników o ogólnym wzorze 1, w którym symbole mają wyżej podane znaczenie. Dalsze kolejne przykłady wykonania wynalazku tym sposobem, na drodze sprzęgania zdwuazowanej aminy o ogólnym wzorze 3 ze składnikami biernymi o ogólnym wzorze 2, ilustruje następująca tabela:

Tabela

Przykład	Podstawniki R w aminie o ogólnym wzorze 3	Podstawniki w składniku biernym o ogólnym wzorze 2				Barwa
		X	Y	Z	Q	
II	wodór	wodór	grupa metylowa	wodór	wodór	zółcień
III	wodór	grupa etylowa	grupa etanolowa	wodór	wodór	oranż
IV	wodór	grupa etylowa	grupa benzylosulfonowa	wodór	wodór	brunat
V	wodór	grupa etylowa	grupa cyjanoetylowa	wodór	wodór	oranż
VI	wodór	grupa etanolowa	grupa cyjanoetylowa	wodór	wodór	oranż
VII	chlor	grupa etanolowa	grupa etylowa	wodór	wodór	oranż
VIII	grupa metylowa	grupa etanolowa	grupa etylowa	wodór	wodór	oranż
IX	grupa metoksylova	grupa etanolowa	grupa etylowa	wodór	wodór	oranż
X	wodór	grupa etanolowa	grupa etylowa	grupa metoksylova	grupa acetyloaminowa	czerwień
XI	grupa etoksylova	grupa metylowa	grupa metylowa	wodór	wodór	oranż
XII	wodór	grupa etanolowa	grupa etanolowa	grupa etoksylova	grupa aminowa	brunat
XIII	grupa hydroksylova	grupa etanolowa	grupa etanolowa	grupa etoksylova	grupa aminowa	brunat
XIV	wodór	wodór	wodór	wodór	grupa propionylowa	oranż
XV	wodór	grupa cyjanoetylowa	grupa cyjanoetylowa	wodór	wodór	zółcień

Przykład XVI. 5 części barwnika otrzymanego sposobem opisanym w przykładzie I rozpuszcza się w 28500 częściach wody z dodatkiem 1500 części 1% roztworu kwasu octowego. W otrzymanej kąpieli barwiącej umieszcza się 500 części włókna poliamidowego. W ciągu 30–45 minut podnosi się temperaturę kąpieli do wrzenia i barwi w tych warunkach w ciągu 1 godziny.

Wybarwiony materiał płucze się dokładnie w wodzie o temperaturze 35–45° i wprowadza do świeżej kąpieli, zawierającej 30000 części wody, 800 części taniny oraz 450 części 30% kwasu octo-

wego i poddaje działaniu tej kąpieli w temperaturze 65–70° w ciągu 15–20 minut. Następnie dodaje się do kąpieli utrwalającej 300 części emtyku i utrwała wybarwienie w ciągu 15–20 minut w temperaturze 65–70°. Wybarwiony i utrwalony materiał płucze się dokładnie w wodzie o temperaturze 35–45°. Otrzymuje się oranżowe wybarwienie na poliamidzie, odznaczające się dobrymi odpornościami na światło i czynniki mokre.

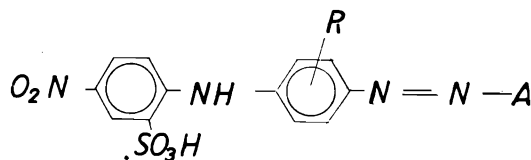
Przykład XVII. 5 części barwnika otrzymanego sposobem opisanym w przykładzie II rozpuszcza się w 30000 części wody o temperaturze 50°.

Do uzyskanej kąpieli dodaje się 3000 części siarczuanu sodowego oraz 300 części 96% kwasu siarkowego, a następnie wprowadza do niej 5 części włókna wełnianego, podnosi temperaturę kąpieli w ciągu 0,5 godziny do wrzenia i barwi w tych warunkach w ciągu 45—60 minut. Wybarwiony na kolor oranżowy materiał płucze się w wodzie o temperaturze 35—45°. Uzyskane wybarwienie charakteryzuje się dobrą odpornością na światło i czynniki mokre.

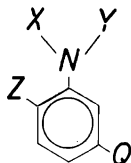
Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania nowych barwników azowych pochodnych dwufenyloaminy o ogólnym

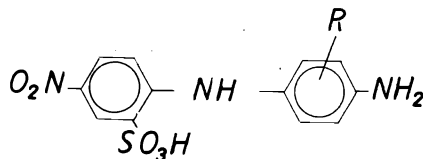
wzorze 1, w którym R oznacza atom wodoru lub chloru, grupę alkilową, alkoksylową albo hydroksylową, a A oznacza resztę składnika biernego o ogólnym wzorze 2, w którym X i Y oznaczają atomy wodoru, grupy: alkilową, hydroksyalkilową lub cyjanoalkilową i benzylosulfonową i mogą być jednakowe lub różne, Z oznacza atom wodoru lub grupę aminową lub acetyloaminową, **znamienny tym**, że aminę aromatyczną o ogólnym wzorze 3, w którym R ma wyżej podane znaczenie, poddaje się reakcji dwuazowania i sprzęga następnie otrzymany związek dwuazoniowy ze składnikiem biernym o ogólnym wzorze 2, w którym symbole mają podane wyżej znaczenie.



wzór 1



wzór 2



wzór 3