



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

**OPIS PATENTOWY
PATENTU TYMCZASOWEGO**

140 216

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr ———

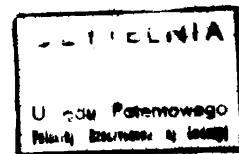
Int. Cl.⁴ C09B 67/22

Zgłoszono: 85 07 16 (P. 254596)

Pierwszeństwo ———

Zgłoszenie ogłoszono: 86 06 17

Opis patentowy opublikowano: 88 07 30



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

Uprawniony z patentu tymczasowego: Ośrodek Badawczo-Rozwojowy
Przemysłu Barwników „Org. nika”
Zgierz (Polska)

**Sposób otrzymywania środka do barwienia włókien pochodzenia roślinnego,
poliamidu, papieru oraz skóry**

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania środka do barwienia włókien pochodzenia roślinnego, poliamidu, papieru oraz skóry zawierającego mieszaninę nowych tetrakisazowych barwników pochodnych stilbenu o ogólnych wzorach 1, 2 i 3, w których A oznacza resztę składnika czynno-biernego typu monoacetylowych lub monooksalilowych pochodnych m-fenyleno- lub m-toluenodwuaminy, B oznacza resztę kwasu aminonaftolosulfonowego lub -dwusulfonowego, a B₁ oznacza resztę składnika biernego pochodnego benzenu, jak np. m-fenylenodwuamina i jej pochodne, fenol, rezorcyna lub m-aminofenol. Otrzymywany sposobem według wynalazku środek do barwienia barwi włókna pochodzenia roślinnego, poliamid, papier oraz skórę, w zależności od użytych składników biernych i ich stosunku ilościowego, na kolory granatowy lub brunatny o różnych odcieniach.

Sposobem według wynalazku tetrazuje się kwas 4,4'-dwuaminostilbeno-2,2'-dwusulfonowy i sprzęga otrzymany związek tetrazoniowy z monoacetylową lub monooksalilową pochodną m-fenyleno- bądź m-toluenodwuaminy, a uzyskany barwnik o ogólnym wzorze 4, w którym A ma wyżej podane znaczenie, tetrazuje się i sprzęga wytworzony związek tetrazoniowy z mieszaniną kwasu aminonaftolosulfonowego lub -dwusulfonowego z jednym spośród następujących składników biernych pochodnych benzenu: m-fenylenodwuaminą lub jej pochodną, rezorcyną, fenolem lub m-aminofenolem. Proces tetrazowania barwnika o wzorze 4 prowadzi się w środowisku po reakcji jego syntezy lub po wydzieleniu tego barwnika.

Za pomocą środka do barwienia otrzymywanego sposobem według wynalazku uzyskuje się na włóknach pochodzenia roślinnego, poliamidzie, papierze oraz skórze wybarwienia odznaczające się dobrymi odpornościami na czynniki mokre i na światło. Środek ten może zastępować znane i stosowane dotychczas granaty i brunaty oparte na kancerogennej benzydynie.

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

Przykład I. 18,5 części (0,05 mola) kwasu 4,4'-dwuaminostilbeno-2,2'-dwusulfonowego w postaci soli sodowej rozpuszcza się w 200 częściach objętościowych wody i dodaje do otrzymanego roztworu 50 części lodu, uzyskując w ten sposób temperaturę 2°. Następnie dodaje się 35 części objętościowych 30% kwasu solnego, po czym wypada osad, a temperatura środowiska osiąga 8°. W tych warunkach tetrazuje się, dodając stopniowo 25 części objętościowych 4 n azotynu sodowego. Temperatura środowiska podnosi się do 14–15°. Nadmiar kwasu azotawego kontroluje się papierkiem jodokrobiowym, a kwasowość środowiska — papierkiem Kongo. Oddzielnie rozpuszcza się 15 części 3-aminoacetyloaniliny w 300 częściach objętościowych wody w temperaturze 40° i dodaje uzyskany roztwór składnika biernego do otrzymanej opisanym wyżej sposobem zawiesiny tetrazo-związku kwasu 4,4'-dwuaminostilbeno-2,2'-dwusulfonowego. Temperatura masy reakcyjnej osiąga 20°. Octanem sodu ustala się pH środowiska na 2,5, po upływie 2 godzin dodaje się sody do pH 5, a po upływie następnych 2 godzin podwyższa się pH roztworem sody do 7,5. Nadmiar składnika biernego kontroluje się zdwuazowaną p-nitroaniliną. Po 12 godzinach wydziela się barwnik disazowy przez wysolenie i odsącza.

Pastę barwnika disazowego umieszcza się w 500 częściach objętościowych wody i miesza do uzyskania jednorodnej zawiesiny, po czym dodaje się 40 części objętościowych 30% kwasu solnego i 200 części lodu i tetrazuje za pomocą 25 części objętościowych 4 n azotynu sodowego. Reakcję tetrazowania prowadzi się w temperaturze 5°. Przebieg reakcji kontroluje się papierkiem jodokrobiowym na obecność kwasu azotawego, a papierkiem Kongo na kwasowość. Oddzielnie rozpuszcza się 8,2 części m-aminofenolu i 6,0 części kwasu 2-amino-8-naftolo-6-sulfonowego w 100 częściach objętościowych wody z dodatkiem 25 części sody. Do tego roztworu dodaje się masę zawierającą tetrazowany barwnik disazowy, kontrolując obecność składnika biernego. Temperatura sprężania wynosi 5°. Po 12 godzinach barwnik tetrakisazowy wydziela się przez wysolenie, odsącza i suszy. Otrzymuje się 58 części barwnika, barwiącego włókna pochodzenia roślinnego, poliamid, papier i skórę na kolor brunatny.

Przykład II. Postępuje się sposobem opisanym w przykładzie I, stosując zamiast 3-aminoacetyloaniliny 18 części 3-aminooksaliloaniliny, którą rozpuszcza się w 300 częściach objętościowych wody z dodatkiem 5,5 części sody. Do drugiego sprężania stosuje się zamiast mieszaniny m-aminofenolu i kwasu 2-amino-8-naftolo-6-sulfonowego mieszaninę 8,2 części rezorcyny i 8,0 części kwasu 1-amino-8-naftolo-3,6-dwusulfonowego, którą rozpuszcza się w 100 częściach objętościowych wody z dodatkiem 25 części sody. Otrzymuje się 60 części barwnika, barwiącego włókna pochodzenia roślinnego, poliamid, papier i skórę na kolor brunatny.

Przykład III. Postępuje się sposobem opisanym w przykładzie I, stosując do drugiego sprężania mieszaninę 70 części fenolu i 6 części kwasu 2-amino-8-naftolo-6-sulfonowego, którą rozpuszcza się w 100 częściach objętościowych wody z dodatkiem 5 części ługu sodowego i 19,5 części sody. Otrzymuje się 55 części barwnika, barwiącego włókna pochodzenia roślinnego, poliamid, papier i skórę na kolor brunatny.

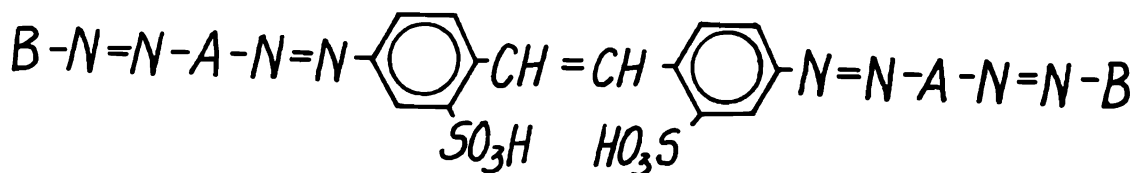
Przykład IV. Postępuje się sposobem opisanym w przykładzie I, stosując do drugiego sprężania zamiast mieszaniny m-aminofenolu i kwasu 2-amino-8-naftolo-6-sulfonowego mieszaninę 1,8 części fenolu i 25,6 części kwasu 1-amino-8-naftolo-3,6-dwusulfonowego, którą rozpuszcza się w 100 częściach objętościowych wody z dodatkiem 2 części ługu sodowego i 27 części sody. Otrzymuje się 70 części barwnika, barwiącego włókna pochodzenia roślinnego, poliamid, papier i skórę na kolor garanatowy.

Przykład V. Postępuje się sposobem opisanym w przykładzie I, stosując zamiast 3-aminoacetyloaniliny 16,4 części monoacetylowej pochodnej m-toluenodwuaminy. Otrzymuje się 59 części barwnika, barwiącego włókna pochodzenia roślinnego, poliamid, papier i skórę na kolor brunatny.

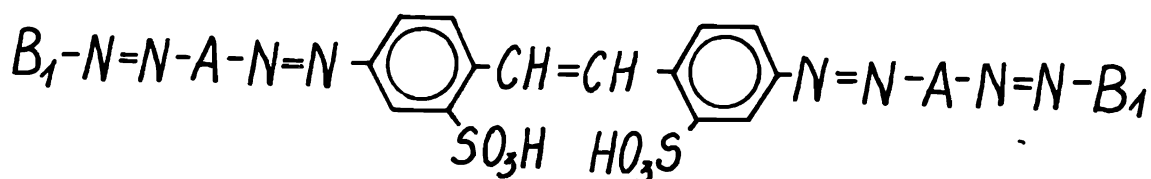
Przykład VI. Postępuje się sposobem opisanym w przykładzie I, stosując do drugiego sprężania mieszaninę 8,1 części m-fenilenodwuaminy i 6,0 części kwasu 2-amino-8-naftolo-6-sulfonowego. Otrzymuje się 57 części barwnika, barwiącego włókna pochodzenia roślinnego, poliamid, papier i skórę na kolor brunatny.

Zastrzeżenie patentowe

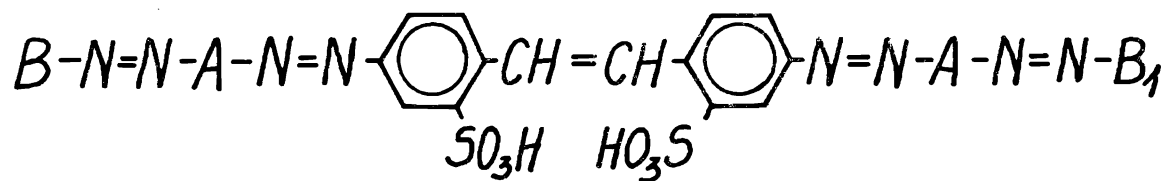
Sposób otrzymywania środka do barwienia włókien pochodzenia roślinnego, poliamidu, papieru oraz skóry zawierającego mieszaninę nowych tetrakisazowych barwników pochodnych stilbenu o ogólnych wzorach 1, 2 i 3, w których A oznacza resztę składnika czynno-biernego typu monoacetylowych lub monooksalilowych pochodnych m-fenyleno- lub m-toluenodwuaminy, B oznacza resztę kwasu aminonaftolosulfonowego lub -dwusulfonowego, a B₁ oznacza resztę składnika biernego pochodnego benzenu, jak np. m-fenylenodwuamina i jej pochodne, fenol, rezorcyna lub m-aminofenol, ~~znamienny tym~~, że kwas 4,4'-dwaaminostilbeno-2,2'-dwusulfonowy tetrazuje się i sprzęga otrzymany związek tetrazoniowy z monoacetylową lub monooksalilową pochodną m-fenyleno bądź m-toluenodwuaminy, a uzyskany barwnik o ogólnym wzorze 4, w którym A ma wyżej podane znaczenie, tetrazuje się i sprzęga wytworzony związek tetrazoniowy z mieszaniną kwasu aminonaftolosulfonowego lub -dwusulfonowego z jednym spośród następujących składników biernych pochodnych benzenu: m-fenylenodwuaminą lub jej pochodną, fenolem, rezorcyną lub m-aminofenolem.



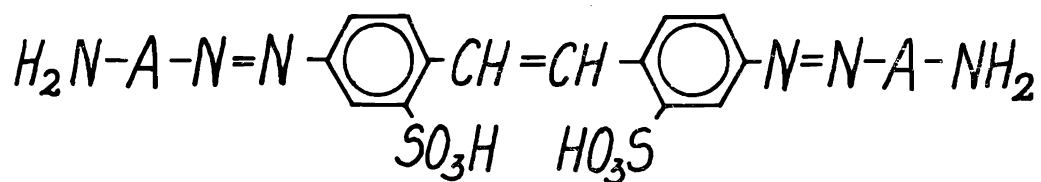
wzór 1



wzór 2



wzór 3



wzór 4