



Patent tymczasowy dodatkowy  
do patentu nr ———

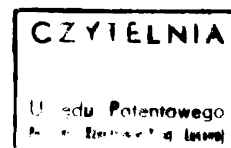
Int. Cl.<sup>4</sup> C09B 67/22

Zgłoszono: 87 01 22 (P. 263802)

Pierwszeństwo ———

Zgłoszenie ogłoszono: 88 01 07

Opis patentowy opublikowano: 89 08 31



**Twórcy wynalazku:** Andrzej Kujawski, Lucjan Szuster, Andrzej Gawłowski,  
Jerzy Jabłoński, Marek Olma

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

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

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania środka do barwienia włókien pochodzenia roślinnego, wełny, poliamidu, papieru oraz skóry, zawierającego mieszaninę nowych tetrakisazowych barwników o ogólnych wzorach 1–3, w których A oznacza resztę eteru metylowego m-amino-p-krezolu albo resztę m-ksylidyny, m-toluidyny lub o-toluidyny, a B i B<sub>1</sub> oznaczają różne reszty spośród reszt N-fenyłowych lub N-acyłowych pochodnych kwasów aminonaftolosulfonowych lub -dwusulfonowych albo N-fenyłowych pochodnych kwasów aminonaftalenosulfonowych. Otrzymany sposobem według wynalazku środek do barwienia barwi włókna pochodzenia roślinnego, wełnę, poliamid, papier oraz skórę na kolor fiołkowy i granatowy.

Sposobem według wynalazku tetrazuje się kwas 4,4'-dwuaminostilbena-2,2'-dwusulfonowy i sprzęga otrzymany związek tetrazoniowy z eterem metylowym m-amino-p-krezolu, m-ksylidyną, m-toluidyną lub o-toluidyną, a uzyskany barwnik o ogólnym wzorze 4, w którym A ma wyżej podane znaczenie, tetrazuje się i sprzęga wytworzony związek tetrazoniowy z mieszaniną dwu różnych składników biernych spośród N-fenyłowych lub N-acyłowych pochodnych kwasów aminonaftolosulfonowych lub -dwusulfonowych albo N-fenyłowych pochodnych kwasów aminolenosulfonowych względnie sprzęga się wytworzony związek tetrazoniowy barwnika disazowego najpierw z jednym, a następnie z drugim spośród określonych wyżej składników biernych. 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, wełnie, poliamidzie, papierze oraz skórze wybarwienia, odznaczające się dobrymi odpornościami na czynniki mokre i na światło. Środek ten może zastępować znane i dotychczas stosowane fiolety i granaty 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'-dwuaminostilbena-2,2'-dwusulfonowego w postaci soli sodowej rozpuszcza się w 200 częściach 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 4n azotynu sodowego. Temperatura środowiska podnosi się do 14–15°. Nadmiar kwasu azotawego kontroluje się papierkiem jodoskorbiowym, a kwasowość środowiska papierkiem Kongo. Oddzielenie rozpuszcza się 13,7 części eteru metylowego m-amino-p-krezolu w 300 częściach wody w temperaturze 40° i dodaje uzyskany roztwór składnika biernego do otrzymanej opisany wyżej sposobem zawiesiny tetrazozwiązku 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 6. Nadmiar składnika biernego kontroluje się zdwuazowaną p-nitroanilinę. Po 12 godzinach wydziela się barwnik disazowy przez wysolenie i odsącza. Pastę barwnika disazowego umieszcza się w 500 częściach 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 jodoskorbiowym na obecność kwasu azotawego, a papierkiem Kongo na kwasowość. Oddzielnie rozpuszcza się 15,85 części kwasu 2-feniloamino-8-naftolo-6-sulfonowego i 18,1 części kwasu 1-acetyloamino-8-naftolo-3,6-dwusulfonowego w 100 częściach wody z dodatkiem 35 części sody. Do tego roztworu dodaje się masę zawierającą tetrazowany barwnik disazowy, kontrolując obecność składnika biernego. Temperatura sprzęgania wynosi 5°. Po 12 godzinach mieszanie barwników tetrakisazowych wydziela się przez wysolenie, odsączenie i suszy. Otrzymuje się 78 części środka do barwienia, barwiącego włókna pochodzenia roślinnego, wełnę, poliamid, papier i skórę na kolor granatowy.

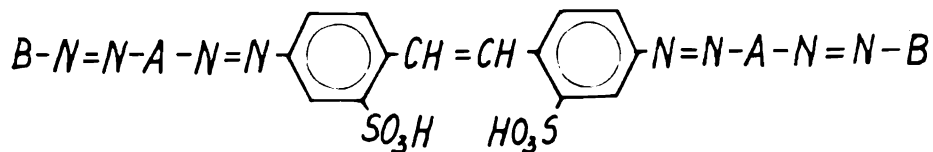
**Przykład II.** Postępuje się sposobem opisany w przykładzie I, stosując do pierwszego sprzęgania zamiast eteru metylowego m-amino-p-krezolu 12,1 części m-ksylidyny, którą rozpuszcza się w 300 częściach wody z dodatkiem 12 części objętościowych 30% kwasu solnego. Do drugiego sprzęgania stosuje się mieszaninę 15,85 części kwasu 2-benzoiloamino-5-naftolo-7-sulfonowego i 18,1 części kwasu 1-acetyloamino-8-naftolo-3,6-dwusulfonowego, którą rozpuszcza się w 100 częściach wody z dodatkiem 35 części sody. Otrzymuje się 79,5 części środka do barwienia, barwiącego włókna pochodzenia roślinnego, wełnę, poliamid, papier i skórę na kolor fioletowy.

**Przykład III.** Postępuje się sposobem opisany w przykładzie I, stosując zamiast eteru metylowego m-amino-p-krezolu 10,7 części m-toluidyny i prowadząc drugie sprzęganie w sposób następujący: 15 części kwasu 1-feniloaminonaftaleno-8-sulfonowego rozpuszcza się w 100 częściach wody z dodatkiem 6 części sody. Otrzymany roztwór dodaje się do zawiesiny tetrazozwiązku barwnika disazowego. Masę reakcyjną zobojętnia się następnie roztworem sody do pH 5–6, a po 4 godzinach mieszania dodaje się 18,1 części kwasu 1-acetyloamino-8-naftolo-3,6-dwusulfonowego, rozpuszczonych w 100 częściach wody z dodatkiem 35 części sody. Otrzymuje się 79 części środka do barwienia, barwiącego włókna pochodzenia roślinnego, wełnę, poliamid, papier i skórę na kolor fioletowy.

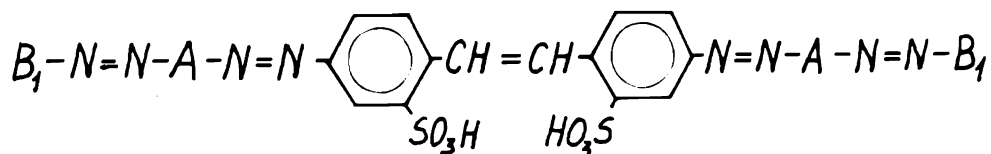
### Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania środka do barwienia włókien pochodzenia roślinnego, wełny, poliamidu, papieru oraz skóry zawierającego mieszaninę nowych tetrakisazowych barwników o ogólnych wzorach 1–3, w którym A oznacza resztę eteru metylowego m-amino-p-krezolu albo resztę m-ksylidyny, m-toluidyny lub o-toluidyny, a B i B<sub>1</sub> oznaczają różne reszty spośród reszt N-fenylowych lub N-acylowych pochodnych kwasów aminonaftolosulfonowych lub -dwusulfonowych albo N-fenylowych pochodnych kwasów aminonaftalenosulfonowych, **znamienny tym**, że kwas 4,4'-dwuaminostilbeno-2,2'-dwusulfonowy tetrazuje się i sprzęga otrzymany związek tetrazoniowy z eterem metylowym m-amino-p-krezolu, m-ksylidyną, m-toluidyną lub o-toluidyną, a uzyskany barwnik o ogólnym wzorze 4, w którym A ma wyżej podane znaczenie, tetrazuje się i sprzęga wytworzony związek tetrazoniowy z mieszaniną dwu różnych składników biernych spośród N-fenylowych lub N-acylowych pochodnych kwasów aminonaftolosulfonowych lub -dwusulfonowych albo N-fenylowych pochodnych kwasów aminonaftalenosulfonowych względnie

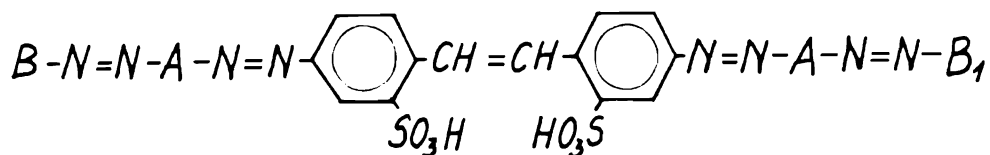
sprzęga się wytworzony związek tetrazoniowy najpierw z jednym, a następnie z drugim spośród określonych wyżej składników biernych.



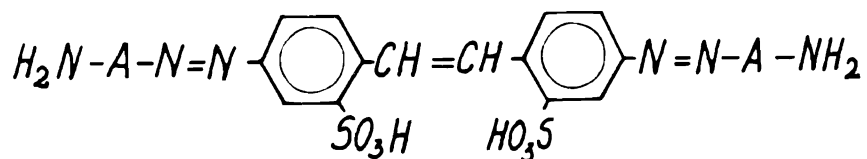
wzór 1



wzór 2



wzór 3



wzór 4