



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY
PATENTU TYMCZASOWEGO

146 483

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr ———

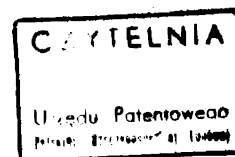
Int. Cl.⁴ C09B 31/16

Zgłoszono: 87 01 22 (P. 263804)

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 nowych barwników tetrakisazowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania nowych barwników tetrakisazowych o ogólnym wzorze 1, w którym A oznacza resztę eteru metylowego m-amino-p-krezolu albo resztę m-ksylidyny, m-toluidyny lub o-toluidyny, a B oznacza resztę N-fenyłowej lub N-acyłowej pochodnej kwasu aminonaftolosulfonowego lub -dwusulfonowego albo N-fenyłowej pochodnej kwasu aminonaftalenosulfonowego bądź resztę kwasu m-fenilenodwuaminosulfonowego. Otrzymywane sposobem według wynalazku nowe barwniki tetrakisazowe barwią włókna pochodzenia roślinnego, wełnę, poliamid, papier oraz skórę, w zależności od użytych składników biernych, na kolory fioletowy i brunatny.

Sposobem według wynalazku tetrazuje się kwas 4,4'-dwuaminostilbeno-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 2, w którym A ma wyżej podane znaczenie, tetrazuje się i sprzęga wytworzony związek tetrazoniowy z N-fenyłową lub N-acyłową pochodną kwasu aminonaftolosulfonowego lub -dwusulfonowego albo z N-fenyłową pochodną kwasu aminonaftalenosulfonowego albo z kwasem m-fenilenodwuaminosulfonowym. Proces tetrazowania barwnika o wzorze 2 prowadzi się w środowisku po reakcji jego syntezy lub po wydzieleniu tego barwnika.

Za pomocą otrzymywanych sposobem według wynalazku barwników uzyskuje się na włóknach pochodzenia roślinnego, wełnie, poliamidzie, papierze i skórze wybarwienia odznaczające się dobrymi odpornościami na czynniki mokre i na światło. Barwniki te mogą zastępować znane i stosowane dotychczas fiolety 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 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 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 jodaskrobiowym, a kwasowość środowiska — papierkiem Kongo. Oddzielnie rozpuszcza się 13,7 części eteru metyloвого m-amino-p-krezolu w 300 częściach wody w temperaturze 40° i dodaje uzyskany roztwór składnika biernego do otrzymanej opisanym 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-nitroaniliną. 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 jodaskrobiowym na obecność kwasu azotawego, a papierkiem Kongo na kwasowość. Oddzielnie rozpuszcza się 31,7 części kwasu 2-fenyloamino-8-naftolo-7-sulfonowego w 100 częściach wody z dodatkiem 35 części sody i chłodzi lodem do temperatury 0–2°. Do tego roztworu dodaje się masę zawierającą tetrazowany barwnik disazowy, kontrolując obecność składnika biernego. Temperatura sprzęgania wynosi 5°. Po 12 godzinach barwnik tetrakisazowy wydziela się przez wysolenie, odsącza i suszy. Otrzymuje się 58 części barwnika, barwiącego włókna pochodzenia roślinnego, wełnę, poliamid, papier i skórę na kolor brunatny.

Przykład II. Postępuje się sposobem opisanym w przykładzie I, stosując do pierwszego sprzęgania zamiast eteru metyloвого m-amino-p-krezolu 12,1 części m-ksylidyny, którą rozpuszcza się w 300 częściach wody z dodatkiem 12 części objętościowych 30% kwasu solnego, a do drugiego sprzęgania — zamiast kwasu 2-fenyloamino-8-naftolo-7-sulfonowego 36,2 części kwasu 1-acetyloamino-8-naftolo-3,6-dwusulfonowego, który rozpuszcza się w 100 częściach wody z dodatkiem 35 części sody. Otrzymuje się 82 części barwnika, barwiącego włókna pochodzenia roślinnego, wełnę, poliamid, papier i skórę na kolor fioletowy.

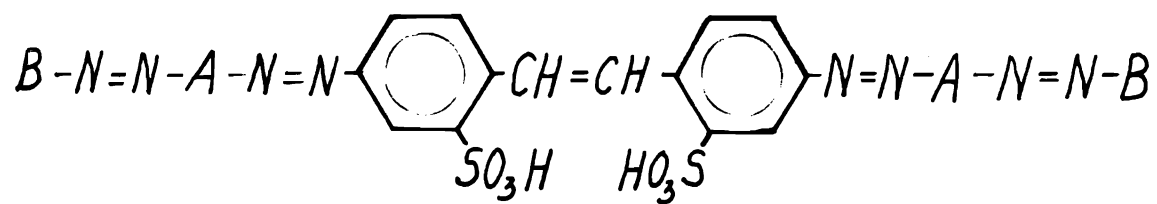
Przykład III. Postępuje się sposobem opisanym w przykładzie I, stosując do drugiego sprzęgania 30 części kwasu fenyloaminonafthaleno-8-sulfonowego, który rozpuszcza się w 100 częściach wody z dodatkiem 35 części sody. Otrzymuje się 70 części barwnika, barwiącego włókna pochodzenia roślinnego, wełnę, poliamid, papier i skórę na kolor brunatny.

Przykład IV. Postępuje się sposobem opisanym w przykładzie I, stosując do drugiego sprzęgania 18,8 części kwasu m-fenylendwuaminosulfonowego. Otrzymuje się 46 części barwnika, barwiącego włókna pochodzenia roślinnego, wełnę, poliamid, papier i skórę na kolor brunatny.

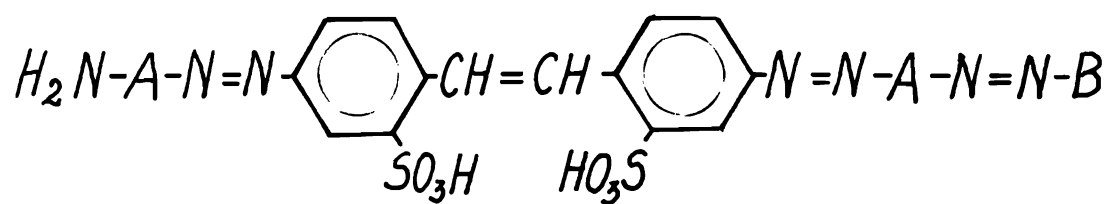
Przykład V. Postępuje się sposobem opisanym w przykładzie I, stosując do drugiego sprzęgania 34,5 części kwasu 2-benzoilamino-5-naftolo-7-sulfonowego. Otrzymuje się 71 części barwnika, barwiącego włókna pochodzenia roślinnego, wełnę, poliamid, papier i skórę na kolor fioletowy.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania nowych barwników tetrakisazowych o ogólnym wzorze 1, w którym A oznacza resztę eteru metyloвого m-amino-p-krezolu albo resztę m-ksylidyny, m-toluidyny lub o-toluidyny, a B oznacza resztę N-fenylowej lub N-acylowej pochodnej kwasu aminonaftołosulfonowego lub dwusulfonowego albo N-fenylowej pochodnej kwasu aminonafthalenosulfonowego bądź resztę kwasu m-fenylendwuaminosulfonowego, **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, a uzyskany barwnik o ogólnym wzorze 2, w którym A ma wyżej podane znaczenie, tetrazuje się i sprzęga wytworzony związek tetrazoniowy z N-fenylową lub N-acylową pochodną kwasu aminonaftołosulfonowego lub -dwusulfonowego albo z N-fenylową pochodną kwasu aminonafthalenosulfonowego lub z kwasem m-fenylendwuaminosulfonowym.



wzór 1



wzór 2