

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY 100887

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 01.04.74 (P. 169988)

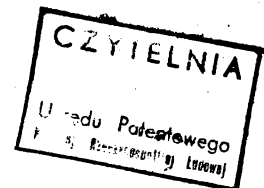
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.12.75

Opis patentowy opublikowano: 15.03.1979

Int. Cl².

C09B 67/00



Twórcy wynalazku: Andrzej Kujawski, Jerzy Jabłoński, Lucjan Szuster

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

Sposób wytwarzania środka do barwienia włókien pochodzenia roślinnego oraz skóry

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania środka do barwienia włókien pochodzenia roślinnego oraz skóry, zawierającego mieszaninę poliazowych barwników pochodnych stilbenu o ogólnych wzorach 1, 2 i 3, w których Ar i Ar' oznaczają reszty składników bierno-czynnych typu kwasów aminonaftolosulfonowych, a B oznacza resztę składnika biernego pochodnego naftalenu lub rezorcynę.

Jako barwniki bezpośrednie bezbenzodiazolowe znane są żółcień, oranże, czerwienie i fiolety, stanowiące disazowe barwniki, otrzymywane na drodze sprzęgania tetrazowanego kwasu dwuaminostilbenodwusulfonowego z typowymi składnikami biernymi.

Znany jest również sposób wytwarzania barwników stilbenowych, polegający na kondensacji kwasu p-nitrotoluenosulfonowego lub kwasu dwunitrostilbenodwusulfonowego z aminami aromatycznymi lub barwnikami azowymi, zawierającymi grupy aminowe. Sposobem tym otrzymano żółcień, oranże i brunaty. Inny sposób otrzymywania brunatów polega na kondensacji dwustronnej kwasu 4,4'-dwuaminostilbeno-2,2'-dwusulfonowego z chlorkiem cyjanuru i następnej reakcji otrzymanego związku, zawierającego czynne atomy chloru, z barwnikami zawierającymi grupy aminowe lub z półproduktami, posiadającymi zdolność sprzęgania, przy czym w przypadku użycia półproduktów otrzymane związki poddawane są reakcji sprzęgania ze zdwuazowanymi aminami. Znane są także trisazowe barwniki stilbenowe o niesymetrycznej budowie, otrzymywane z kwasu 4-nitro-4'-aminostilbeno-2,2'-dwusulfonowego. Trwałe żółcień z grupy barwników stilbenowych uzyskuje się znanymi sposobami na drodze fosgenowania monoazowych barwników pochodnych stilbenu bądź też przez działanie na te barwniki kwasem fumarowym. W ostatnim okresie otrzymano szereg barwników stilbenowych, zawierających w cząsteczce układy triazynowe.

Sposobem według wynalazku tetrazuje się kwas 4,4'-dwuaminostilbeno-2,2'-dwusulfonowy i sprzęga otrzymany związek tetrazoniowy z mieszaniną różnych składników bierno-czynnych typu kwasów aminonaftolosulfonowych. Uzyskaną mieszaninę barwników disazowych o ogólnych wzorach 4, 5 i 6, w których symbole mają wyżej podane znaczenia, poddaje się reakcji tetrazowania i sprzęga wytworzoną mieszaninę tetrazowanych barwników disazowych ze składnikiem biernym pochodnym naftalenu lub rezorcyną.

Procesy tetrazowania mieszaniny barwników disazowych o ogólnych wzorach 4, 5 i 6, w których symbole mają wyżej podane znaczenia i następnego sprzęgania mieszaniny tetrazowanych barwników disazowych ze składnikiem biernym prowadzi się w środowisku po reakcji syntezy mieszaniny barwników o wzorach 4, 5 i 6.

Otrzymany sposobem według wynalazku środek do barwienia, zawierający mieszaninę barwników o ogólnych wzorach 1, 2 i 3, w których symbole mają wyżej podane znaczenia, barwi włókna pochodzenia roślinnego oraz skórę, w zależności od rodzaju użytych składników bierno-czynnych i końcowych, na kolory granatowy, czarny, błękitny, fioletowy oraz szary. W procesie barwienia za pomocą tego środka można uzyskiwać bardziej korzystne barwy, niż barwy osiągnięte za pomocą indywidualnych znanych barwników spośród barwników wchodzących w skład określonego wyżej środka. W ten sposób można np. uzyskać przesunięcie czerni w kierunku zieleni lub osiągnąć mniej czerwony granat. Barwienie za pomocą indywidualnych barwników spośród barwników wchodzących w skład omawianego środka, nie pozwala na otrzymanie takich efektów.

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

Przykład I. 18,5 części kwasu 4,4'-dwuaminostilbeno-2,2'-dwusulfonowego tetrazuje się w temperaturze 10–15° działaniem 30 części 4n roztworu azotynu sodowego i sprzęga z mieszaniną 12 części kwasu 2-amino-8-naftolo-6-sulfonowego i 16 części kwasu 1-amino-8-naftolo-3,6-dwusulfonowego, rozpuszczoną w 200 częściach wody z dodatkiem 50 części węgla sodowego. Otrzymaną mieszaninę barwników disazowych, bez wyodrębniania z masy po reakcji jej syntezy, tetrazuje się w temperaturze 0–5° za pomocą 30 części 4n roztworu azotynu sodowego, a następnie sprzęga z 11 częściami rezorcyny, rozpuszczonymi w 200 częściach wody z dodatkiem 50 części węgla sodowego. Mieszaninę barwników wysala się, odsącza i suszy. Otrzymuje się środek do barwienia, zawierający 80 części mieszaniny barwników o ogólnych wzorach 1, 2 i 3, w których Ar i Ar' oznaczają reszty 1-hydroksy-3-sulfo- i 1-hydroksy-3,6-dwusulfonaftylenowe, a B oznacza reszty 1,3-dwuhydroksyfenylowe, barwiący włókna pochodzenia roślinnego oraz skórę na kolor czarny o odcieniu zielonym.

Przykład II. Postępuje się sposobem opisanym w przykładzie I, przy czym zamiast rezorcyny używa się 24 części kwasu 2-amino-8-naftolo-6-sulfonowego. Otrzymuje się środek do barwienia, zawierający 95 części mieszaniny barwników o ogólnych wzorach 1, 2 i 3, w których Ar oznacza resztę 1-hydroksy-3-sulfonaftylenową, Ar' oznacza resztę 1-hydroksy-3,6-dwusulfonaftylenową, a B oznacza resztę 2-amino-8-hydroksy-6-sulfonaftylenową, barwiący włókna pochodzenia roślinnego oraz skórę na kolor granatowy.

Przykład III. Postępuje się sposobem opisanym w przykładzie I, przy czym zamiast rezorcyny używa się 14,4 części 2-naftolu, rozpuszczonych w 200 częściach wody z dodatkiem 5 części ługu sodowego. Otrzymuje się środek do barwienia, zawierający 92 części mieszaniny barwników o ogólnych wzorach 1, 2 i 3, w których Ar i Ar' oznaczają reszty 1-hydroksy-3-sulfo- i 1-hydroksy-3,6dwusulfonaftylenowe, a B oznacza resztę 2-hydroksynaftylenową, barwiący włókna pochodzenia roślinnego oraz skórę na kolor fioletowy.

Przykład IV. Postępuje się sposobem opisanym w przykładzie I, przy czym zamiast rezorcyny używa się 32 części kwasu 1-amino-8-naftolo-2,4-dwusulfonowego. Otrzymuje się środek do barwienia, zawierający 98 części mieszaniny barwników o ogólnych wzorach 1, 2 i 3, w których Ar i Ar' oznaczają reszty 1-hydroksy-3-sulfo- i 1-hydroksy-3,6-dwusulfonaftylenowe, a B oznacza resztę 1-amino-8-hydroksy-2,4-dwusulfonaftylenową, barwiący włókna pochodzenia roślinnego oraz skórę na kolor błękitny.

Przykład V. Postępuje się sposobem opisanym w przykładzie I, przy czym zamiast kwasu 1-amino-8-naftolo-3,6-dwusulfonowego używa się 12 części kwasu 1-naftolo-6-amino-3-sulfonowego, a zamiast rezorcyny – 32 części kwasu 1-amino-8-naftolo-3,6-dwusulfonowego. Otrzymuje się środek do barwienia, zawierający 90 części mieszaniny barwników o ogólnych wzorach 1, 2 i 3, w których Ar oznacza resztę 1-hydroksy-3-sulfonaftylenową, Ar' oznacza resztę 1-hydroksy-3-sulfonaftylenową, a B oznacza resztę 1-amino-8-hydroksy-3,6-dwusulfonaftylenową, barwiący włókna pochodzenia roślinnego oraz skórę na kolor błękitny.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania środka do barwienia włókien pochodzenia roślinnego oraz skóry, zawierającego mieszaninę poliazowych barwników pochodnych stilbenu o ogólnych wzorach 1, 2 i 3, w których Ar i Ar' oznaczają reszty składników bierno-czynnych typu kwasów aminonaftolosulfonowych, a B oznacza resztę składnika biernego pochodnego naftalenu lub rezorcynę, z n a m i e n n y t y m, że kwas 4,4'-dwuaminostilbeno-2,2'-dwusulfonowy tetrazuje się i sprzęga otrzymany związek tetrazoniowy z mieszaniną różnych składników bierno-czynnych typu kwasów aminonaftolosulfonowych, po czym uzyskaną mieszaninę barwników disazowych o ogólnych wzorach 4, 5 i 6, w których symbole mają wyżej podane znaczenia, poddaje się reakcji tetrazowania i sprzęga wytworzoną mieszaninę tetrazowanych barwników disazowych ze składnikiem biernym pochodnym naftalenu lub rezorcyną.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że procesy tetrazowania mieszaniny barwników disazowych o ogólnych wzorach 4, 5 i 6, w których symbole mają wyżej podane znaczenia i następnego sprzęgnięcia mieszaniny tetrazowanych barwników disazowych ze składnikiem biernym prowadzi się w środowisku po reakcji syntezy mieszaniny barwników o wzorach 4, 5 i 6.

