



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

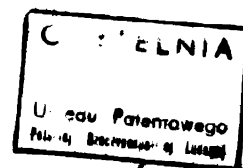
Int. Cl.⁴ C09B 67/22

Zgłoszono: 85 07 16 (P. 254600)

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 „Organika”,
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 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, a B i B₁ oznaczają różne reszty spośród reszt kwasów naftolosulfonowych, naftolodwusulfonowych, aminonaftolosulfonowych i aminonaftolodwusulfonowych. Otrzymywany sposobem według wynalazku środek do barwienia barwi włókna pochodzenia roślinnego, poliamid, papier i skórę na kolory błękitny i granatowy.

Sposobem według wynalazku tetrazuje się kwas 4,4'-dwuaminostilbeno-2,2'-dwusulfonowy i sprzęga otrzymany związek tetrazoniowy z monoacetylową lub monooksalilową pochodną m-fenyleno- lub 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 dwu różnych składników biernych spośród kwasów naftosulfonowych, naftolodwusulfonowych, aminonaftolosulfonowych i aminonaftolodwusulfonowych. 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 światło. Środek ten może zastępować znane i dotychczas stosowane błękity 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'-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 jodoskrobiowym, a kwasowość środowiska — papierkiem Kongo. Oddzielnie rozpuszcza się 18 części 3-aminooksaliloaniliny w 300 częściach objętościowych wody z dodatkiem 5,5 części sody. Uzyskany roztwór składnika biernego dodaje się 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 7,5. Nadmiar składnika biernego kontroluje się zdwuazowaną p-nitroaniliną. Po 12 godzinach wydziela się barwnik disazowy przez wysolenie i odsacza.

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 jodoskrobiowym na obecność kwasu azotawego, a papierkiem Kongo na kwasowość. Oddzielnie rozpuszcza się 12 części kwasu 2-amino-8-naftolo-6-sulfonowego i 16 części kwasu 1-amino-8-naftolo-3,6-dwusulfonowego w 100 częściach objętościowych wody z dodatkiem 30 części sody. 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, odsacza i suszy. Otrzymuje się 75 części barwnika, barwiącego włókna pochodzenia roślinnego, poliamid, papier i skórę na kolor granatowy.

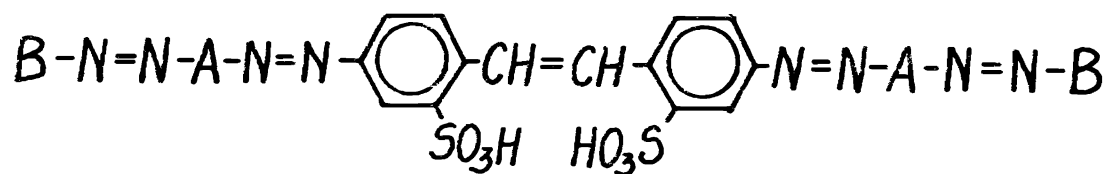
Przykład II. Postępuje się sposobem opisanym w przykładzie I, stosując do pierwszego sprzęgania zamiast 3-aminooksaliloaniliny 15 części 3-aminoacetyloaniliny, którą rozpuszcza się w 300 częściach objętościowych wody w temperaturze 40°. Do drugiego sprzęgania stosuje się mieszaninę 12 części kwasu 2-amino-5-naftolo-7-sulfonowego i 16 części kwasu 1-amino-8-naftolo-2,4-dwusulfonowego, którą rozpuszcza się w 100 częściach objętościowych wody z dodatkiem 30 części sody. Otrzymuje się 76 części barwnika, barwiącego włókna pochodzenia roślinnego, poliamid, papier, i skórę na kolor błękitny.

Przykład III. Postępuje się sposobem opisanym w przykładzie I, stosując zamiast 3-aminooksaliloaniliny 15,7 części monoacetylowej pochodnej m-toluenodwuaminy. Do drugiego sprzęgania stosuje się mieszaninę 21,3 części kwasu 2-naftolo-3,6-dwusulfonowego i 6,7 części kwasu 1-naftolo-4-sulfonowego. Otrzymuje się 73 części barwnika, barwiącego włókna pochodzenia roślinnego, poliamid, papier i skórę na kolor granatowy.

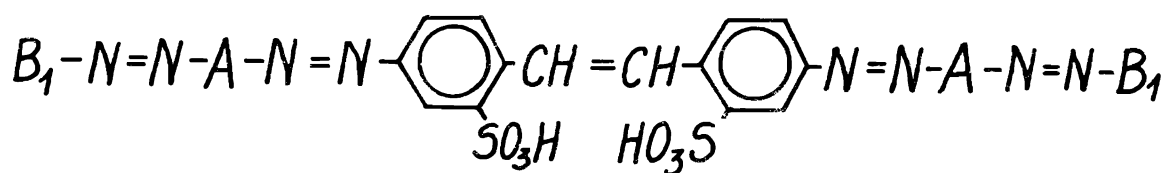
Przykład IV. Postępuje się sposobem opisanym w przykładzie I, stosując do drugiego sprzęgania mieszaninę 12 części kwasu 2-amino-5-naftolo-7-sulfonowego i 15,2 części kwasu 2-naftolo-6,8-dwusulfonowego. Otrzymuje się 73 części barwnika, barwiącego włókna pochodzenia roślinnego, poliamid, papier i skórę na kolor granatowy.

Zastrzeżenie patentowe

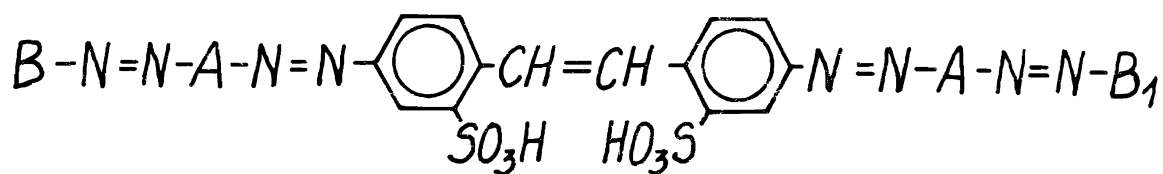
Sposób otrzymywania środka do barwienia włókien pochodzenia roślinnego, poliamidu, papieru oraz skóry zawierającego mieszaninę nowych tetrakisazowych barwników o ogólnych wzorach 1, 2 i 3, w których A oznacza resztę składnika czynno-biernego typu monoacetylowych lub monooksalilowych pochodnych m-fenyleno- lub m-toluenodwuaminy, a B i B₁ oznaczają różne reszty spośród reszt kwasów naftolosulfonowych, naftolodwusulfonowych, aminonaftolosulfonowych i aminonaftolodwusulfonowych, ~~znamienny~~ tym, że kwas 4,4'-dwuaminostilbeno-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 dwu różnych składników biernych spośród kwasów naftolosulfonowych, naftolodwusulfonowych, aminonaftolosulfonowych i aminonaftolodwusulfonowych.



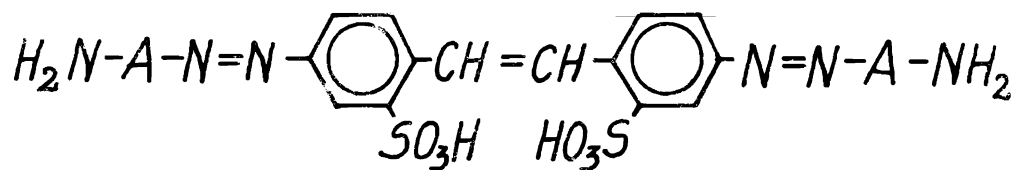
wzór 1



wzór 2



wzór 3



wzór 4