



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 23. 12. 77 (P. 203 376)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 02. 07. 79

Opis patentowy opublikowano: 15. 01. 1982

Int. Cl.² C09B 43/00

CZYTELNIA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Mirosław Kazimierzczak, Eugeniusz Gerejczyk, Romuald Klimaszewski, Ryszard Czołpiński, Krystyna Wielgus, Wiesław Pawłowski

Uprawniony z patentu: Zakłady Chemiczne „Organika-Zachem”, Bydgoszcz (Polska)

Sposób otrzymywania barwników azowych wywoływanych na włóknie

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania barwników azowych, który polega na zmieszaniu naftoelanów typu AS (arylidów kwasów o-hydroksykarboksylowych i innych) z nowymi dwuazoaminozwiązkami, otrzymanymi przez kondensację kwasu N-metyloantranilowego z określonymi dwuazozwiązkami. Barwniki te wywołują się na włóknie w parowaniu obojętnym bez dodatku substancji pomocniczych.

Znanym sposobem barwniki azowe wywoływane na włóknie w środowisku obojętnym bez dodatków środków hydrolizujących, otrzymuje się przez zmieszanie naftoelanów AS (arylidów kwasów o-hydroksykarboksylowych i innych z dwuazoaminozwiązkami, w których związkiem stabilizującym są N-pochodne kwasu antranilowego zawierające przy azocie co najmniej jedną grupę podnoszącą rozpuszczalność w wodzie np. —OH, OCH₃, —COOH, —SO₃H, a głównie —CH₂CH₂OH, —CH₂COOH. Otrzymywanie barwników tym sposobem zastrzeżone zostało w patentach francuskich nr 1 042 356, 1 048 206, 1 049 221, 1 056 504, 1 179 764 oraz patencie Stanów Zjednoczonych 2 926 986.

Według patentu włoskiego nr 502 549 do otrzymywania dwuazoaminozwiązków stosuje się N-pochodne kwasu antranilowego zawierające przy azocie rodniki alkilowe o co najmniej trzech atomach węgla np. kwas N-izopropylamino-2-chlorobenzenokarboksylowy-5, kwas N-butylo, N-izoamilo, N-cykloalkiloantranilowy i inne. Dwuazoaminozwiąz-

2

ki te z naftoelanami AS wywołują się w parowaniu obojętnym dopiero po zastosowaniu pomocniczych środków hydrolizujących jak: sole magnezu, cynku, chlorooctanu sodu, dwumetyloformamidu itp.

5 Celem wynalazku jest dobranie takich dwuazoaminozwiązków, które po zmieszaniu z naftoelanami typu AS wywołują się na włóknie w środowisku obojętnym bez dodatku czynnika hydrolizującego lub w powietrzu w temperaturze powyżej 20°C.

10 Cel ten osiągnięto przez zastosowanie kwasu N-metyloantranilowego do stabilizacji dwuazozwiązków o określonej budowie chemicznej.

15 Sposobem według wynalazku, trwałe związki dwuazowe o ogólnym wzorze 1 stosowane do barwników azowych wywoływanych na włóknie, otrzymuje się przez dwuazowanie znanymi sposobami, amin o wzorze 2 w którym y, w, v, z, niezależnie od siebie oznaczają —H, —alkil, —oalkil, zaś x oznacza: 20 —NHC₆H₅; —NHC₆H₄ Alkil; —NHC₆H₄ OAlkil; —C₆H₄ Alkil; —C₆H₄ OAlkil, —Alkil, O Alkil —NHCOC₆H₅. Otrzymane dwuazozwiązki sprzęga się w środowisku alkalicznym z kwasem N-metyloantranilowym. Produkty sprzęgania wydziela się z masy poreakcyjnej przez wysolenie NaCl, odfiltrowanie i wysuszenie w suszarniach owiewowych lub rozpyłowych. Wydajność procesu w granicach 80 do 90%, przy koncentracji czystego produktu 62 do 75%.

30 Otrzymane dwuazoaminozwiązki o ogólnym wzo-

rze 1 miesza się z naftoelanami typu AS o ogólnym wzorze 3, w którym B oznacza pierścień naftaleny, karbazolowy, dwufenylowy, antracenowy, natomiast R oznacza —H, —Cl, —CH₃, —OCH₃, —NO₂, —OC₂H₅, jak np. anilid kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego itp. lub pochodną dwufenylu i estru acetylooctowego.

Z otrzymanej mieszaniny tworzy się farby drukarskie, które po napawaniu na włókno poddaje się parowaniu w temperaturze 102—105°C lub wywołuje na włóknie przez działanie powietrza z otoczenia w temperaturze powyżej 20°C.

Zaletą sposobu według wynalazku jest możliwość wywołania barwników na włóknie w parowaniu obojętnym bez działania pomocniczego środka hydrofizującego lub na powietrzu co czyni proces bardzo prostym i wydajniejszym na skutek intensywniejszego wywołania się barwnika na włóknie.

Przykład I. 30,5 części wagowych dwuazoaminowiazku 2-metyloaniliny miesza się na jednorodny proszek z 32,2 cz. wagowymi p-chloroanilidu kwasu 2-hydroksykarbazolo-3-karboksylowego i 37,3 cz. wagowymi mocznika. Z mieszaniny tej sporządza się farbę drukarską w następujący sposób: 40 cz. wagowych otrzymanej mieszaniny rozpuszcza się w 8—11 cz. wagowych 30% NaOH, 50 cz. alkoholu etylowego i 351 cz. wagowych wody. Następnie roztwór zagęszcza się 550 cz. krochmalu. Sporządzoną farbę drukarską nanosi się na tkaninę i wywołuje barwniki na włóknie przez parowanie obojętne w temperaturze 102—105°C lub przez działanie powietrza z otoczenia o temperaturze 20—35°C, do chwili uzyskania na włóknie barwnika koloru brązowego.

Przykład II—XII. Postępując analogicznie jak w przykładzie I przyjmując ilość i skład surowcowy wg. tabeli, uzyskuje się po wywołaniu na włóknie barwniki o kolorze określonym w tabeli.

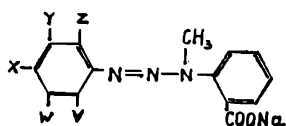
Nr przykł.	Skład mieszaniny	Kolor
1	3	2
II	32,1 cz. dwuazoaminowiazku 2-metoksy 5-metyloaniliny 31,5 „ naftylidu kwasu 2-hydroksy 3-naftoesowego 39,4 „ mocznika	bordo
III	32,1 „ dwuazoaminowiazku jak w przyk. II 32,2 „ p-chloroanilidu kwasu 2-hydroksy karbazolo-3-karboksylowego 35,7 „ mocznika	brunat
IV	44,0 „ dwuazoaminowiazku 5-amino-2-benzilo-2-metoksy-4-metyloaniliny 26,3 „ anilidu kwasu 2 hydroksy-3-naftoesowego 29,3 „ mocznika	fiolet

1	2	3
V	45,6 „ dwuazoaminowiazku 5-amino-2-benzilo 1,5 dwumetoksy-aniliny 26,3 „ anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego 28,1 „ mocznika	blekit
VI	47,4 „ dwuazoaminowiazku 5-amino-2-benzilo 1,4 dwumetoksy-aniliny 26,3 „ anilidu 2-hydroksy-3-naftoesowego 16,3 „ mocznika	blekit
VII	28,4 „ dwuazoaminowiazku o-dwuamizydyny 26,3 „ anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego 55,4 „ mocznika	blekit
VIII	33,0 „ dwuazowiazku jak w przykl. VII 21,4 „ anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego 6,6 „ N,N'-dwuacetylo 4,4' dwuamino 3,3' dwumetylofenylu 39,0 „ mocznika	czern
IX	37,9 „ dwuazoaminowiazku 4-aminodwufenyloaminy 26,3 „ anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego 35,8 „ mocznika	granat
X	37,9 „ dwuazoaminowiazku jak w przykl. IX 25,9 „ anilidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego 6,6 „ 4,4'-bis-o-acetacetotoluidu 32,0 „ mocznika	glebokaczern
XI	36,4 „ dwuazoaminowiazku 4-amino-4-metoksydwufenyloaminy 24,8 „ o-anizydu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego 6,6 „ 4,4'-bis-o-acetoacetotoluidu 32,8 „ mocznika	czern
XII	36,4 „ dwuazoaminowiazku jak w przykl. XI 26,3 „ ailidu kwasu 2-hydroksy-3-naftoesowego 37,3 „ mocznika	blekit

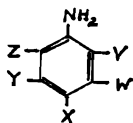
Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania barwników azowych wywoływanych na włóknie z mieszanin Naftoelanów AS i trwałych związków dwuazowych otrzymanych przez kondensację dwuazozwiązków z kw. N-metyloantranilowym, **znamienny tym**, że trwałe związki dwuazowe o ogólnym wzorze 1, w którym z, y, w, v niezależnie od siebie oznaczają H, -Alkil, OAlk zaś X oznacza —NHC₆H₅; —NHC₆H₄Alk. —NHCOC₆H₅; —NHC₆H₄-OAlkil —C₆H₄Alkil;

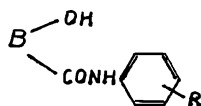
—C₆H₄-OAlk. —Alkil, —OAlkil, otrzymane przez kondensację soli sodowej kw. N-metyloantranilowego z dwuazozwiązkami amin o ogólnym wzorze 2, w którym podstawniki z, y, x, w, v mają wyżej podane znaczenie, miesza się z naftoelanami typu AS o ogólnym wzorze 3, w którym B oznacza; pierścień naftalenowy karbazolowy dwufenylowy, antracenowy, a R — oznacza: H, Cl, —NO₂ —Alkil; —OAlkil i wywołuje się na włóknie w parowaniu obojętnym lub pod działaniem powietrza z otoczenia w temperaturze powyżej 20°C.



Wzór 1



Wzór 2



Wzór 3