

## POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

# OPIS PATENTOWY

Nr 46450

Kl. 22 a, ~~z~~  
Kl. internat. C 09 b

VEB Farbenfabrik Wolfen\*)

Wolfen, Niemiecka Republika Demokratyczna

### Sposób otrzymywania kompleksowych barwników azowych zawierających metal

Patent trwa od dnia 24 stycznia 1961 r.

Pierwszeństwo: 22 października 1960 r. (Niemiecka Republika Demokratyczna).

Jak wiadomo, metalokompleksowy barwnik rubinowy 2:1 (kompleks kobaltowy) oraz fioletowy metalokompleksowy barwnik 2:1 (kompleks chromowy) otrzymuje się w ten sposób, że na barwnik monoazowy, który otrzymuje się przez sprzężanie dwuazowanego 4-chloro-2-aminofenolu z 2-naftolo-6-sulfamidem i posiada budowę o wzorze 1 działa się w ten sposób środkiem oddającym kobalt względnie chrom, że na 1 mol barwnika przypada mniej niż 1 mol związku zawierającego metal. Takie barwniki wykazują dobrą trwałość ogólną. Powinowactwo barwnika do włókna w kąpeli obojętnej, którego wymaga się od barwników, a które potrzebne jest przede wszystkim przy barwieniu materiałów półwełnianych, jest jednak nie zawsze za-

dawalające. Stwierdzono obecnie, że można otrzymać metalokompleksowe barwniki 2:1 barwy rubinowej i fioletowej, które prócz bardzo dobrej odporności wybarwienia na mokro i bardzo dobrej odporności na światło posiadają również znakomite powinowactwo do włókna w kąpielach obojętnych i pod tym względem przewyższają wyraźnie wyżej wymienione barwniki przez traktowanie w wyższych temperaturach mieszanin (1:1) barwników monoazowych, które otrzymuje się przez sprzężanie 4-chloro-2-aminofenolu z 2-naftolo-6-sulfamidem i 4,6-dwuchloro-2-aminofenolu z 2-naftolo-6-sulfamidem substancjami oddającymi metal. Reakcję tę prowadzi się w znany sposób. Stosując środek oddający kobalt otrzymuje się barwnik rubinowoczerwony, używając odpowiedniego związku chromowego otrzymuje się fioletowy barwnik metalokompleksowy 2:1. Barwniki po-

\*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest dr Günther Essbach.

siadają prawdopodobnie następującą budowę o wzorze 2.

Te mieszane barwniki kompleksowe odznaczają się dobrą rozpuszczalnością, bardzo dobrą trwałością ogólną i bardzo dobrym powinowactwem do włókna z kąpeli obojętnych i nadają się przede wszystkim do przyrządzania kombinacji barwników do barwienia artykułów półwełnianych.

Przykład I. Sporządza się zawiesinę z 37,7 części wagowych barwnika monoazowego z dwuazowanego 4-chloro-2-aminofenolu i 2-naftolo-6-sulfamidu i z 41,1 części wagowych barwnika monoazowego z dwuazowanego 4,6-dwuchloro-2-aminofenolu i 2-naftolo-6-sulfamidu w 1000 częściach wagowych wody, mieszając i ogrzewając do temperatury 85°C, dodaje się 50 części amoniaku (steżonego) i 600 części roztworu salicylanu chromowego, który zawiera 15,2 części  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  i ogrzewa się w ciągu 6 godzin pod chłodnicą zwrotną. Masę reakcyjną ochładza się następnie do temperatury 70–75°C, wysala się solą kuchenną i ustala się pH na 6–7 za pomocą kwasu octowego. W temperaturze 60°C wydziela się barwnik, który suszy się w suszarce w temperaturze 90–100°C. Barwnik w postaci czarnego proszku rozpuszcza się w wodzie, dając ciemnofioletowe zabarwienie i barwi włókna zwierzęce już w kąpeli obojętnej ze wspomnianą dobrą trwałością. W odpowiednim środowisku osiąga on dobrą rozpuszczalność i jest odporny na działanie czynników wywołujących twardość wody.

Przykład II. 37,7 części wagowych barwnika monoazowego z dwuazowanego 4-chloro-2-aminofenolu i 2-naftolo-6-sulfamidu i 41,1 części wagowych barwnika monoazowego z dwuazowanego 4,6-dwuchloro-2-aminofenolu i 2-naftolo-6-sulfamidu ogrzewa się razem w 1500 częściach wody mieszając, w temperaturze 80°C, za pomocą 80 części ługu sodowego (35 Bé) praktycznie przeprowadza się do roztworu i następnie dodaje się roztwór 28,1 części siarczany kobaltowego ( $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) w 100 częściach wody. Tworzenie się kompleksu zachodzi momentalnie, co jest widoczne ze zmiany barwy. Masę reakcyjną miesza się w temperaturze 80–85°C w ciągu 30 minut, następnie ochładza się do temperatury 65–70°C i wysala solą kuchenną. Kwasowość roztworu ustala się na pH = 6–7, za pomocą kwasu octowego i odsąca się barwnik. Gęstość ługu odciekowego wynosi 12–14 Bé. Barwnik suszy się w temperaturze 80–90°C. Kompleksowy barwnik kobaltowy stanowi czarnobrunatny proszek, który w postaci soli alka-

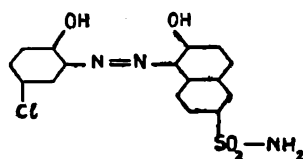
licznej rozpuszcza się w wodzie, dając rubinowoczerwone zabarwienie i barwi włókna zwierzęce ze wspomnianą dobrą odpornością. Zaznacza się przy tym bardzo dobre powinowactwo do włókna z kąpeli obojętnych, tak że barwnik zaleca się do użycia szczególnie przy barwieniu półwełny.

#### Zastrzeżenia patentowe

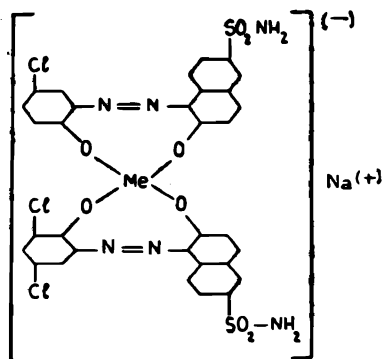
1. Sposób otrzymywania kompleksowych barwników azowych, zawierających metal z barwników monoazowych, znamienny tym, że mieszaninę (1:1) barwników monoazowych, które otrzymuje się przez sprzęganie 4-chloro-2-aminofenolu z 2-naftolo-6-sulfamidem i 4,6-dwuchloro-2-aminofenolu z 2-naftolo-6-sulfamidem, traktuje się w wyższych temperaturach środkami oddającymi metal.
2. Sposób według zastrz. 1 znamienny tym, że mieszaninę barwników traktuje się substancjami oddającymi kobalt.
3. Sposób według zastrz. 1 znamienny tym, że mieszaninę barwników traktuje się substancjami oddającymi chrom.

VEB Farbenfabrik Wolfen

Zastępca: dr Andrzej Au  
rzecznik patentowy



Wzór 1



Wzór 2