



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 20.04.77 (P. 197515)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 06.11.78

Opis patentowy opublikowano: 15.11.1980

Int. Cl.²
C09B 45/02

Twórcy wynalazku: Józef Perugiewicz, Wiesław Cieślak, Janusz Osiński,
Stanisław Osiński, Ryszard Sałagacki

Uprawniony z patentu: Pabianickie Zakłady Farmaceutyczne „Polfa”,
Pabianice (Polska)

**Sposób wytwarzania barwników azowych metalokompleksowych
typu 1 : 2 zawierających kobalt lub chrom**

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania barwników azowych metalokompleksowych typu 1:2 zawierających kobalt lub chrom przeznaczonych do barwienia włókien proteinowych poliamidowych i skóry z obojętnych lub słabo kwaśnych kąpieli.

Znane są sposoby otrzymywania barwników azowych metalokompleksowych typu 1:2 przez metalizowanie barwników azowych posiadających odpowiednie układy lakotwórcze: o,o'-dwyhydroksyazowe, o-hydroksy-o'-karboksyzazowe lub o-hydroksy-o'-aminoazowe.

Zależnie od budowy cząsteczki barwnika i środka metalizującego reakcję metalizowania prowadzi się w środowisku wodnym lub w rozpuszczalnikach organicznych w podwyższonej temperaturze pod normalnym lub podwyższonym ciśnieniem. Do najważniejszych sposobów, należą sposoby znane z niemieckiego opisu patentowego Nr 741 462 podającego chromowanie barwników o,o'-dwyhydroksyazowych przy pomocy kompleksów chromosalicylowych w środowisku wodnym, ponadto z niemieckiego opisu patentowego Nr 715 082 dotyczącego chromowania solami chromu w formamidzie oraz z francuskiego opisu patentowego Nr 934 905 dotyczącego kobaltowania barwników o,o'-dwyhydroksyazowych w wodnym roztworze w środowisku zasadowym stosując jako czynnik oddający metal siarczan lub chlorek kobaltawy.

Metalizowaniu poddaje się barwniki azowe

2

uprzednio odsączone i ponownie rozpuszczone w wodzie lub rozpuszczalniku organicznym, względnie roztwory lub zawiesiny barwników w mieszaninie poreakcyjnej otrzymanej po sprzęganiu.

Celem wynalazku jest znaczne przyspieszenie procesu metalizowania i uproszczenie technologii otrzymywania barwników azowych metalokompleksowych. W tym przypadku proces metalizowania prowadzi się równocześnie z fazą suszenia past barwników w suszarni rozpryskowej, fluidyzacyjnej lub innego typu w wysokich temperaturach 150°C do 230°C.

Pasty barwników o,o'-dwyhydroksyazowych, o-hydroksy-o'-karboksyzazowych, o-hydroksy-o'-aminoazowych lub ich zawiesiny wodne przed podaniem do suszenia są zmieszane w mieszalniku z odpowiednią ilością środka metalizującego i następnie podawane do suszenia w temperaturach 150°C do 230°C. Proces metalizowania zachodzi równocześnie z suszeniem barwnika. Dla ułatwienia procesów metalizowania można dodać do past, zawiesin czy roztworów poddawanych suszeniu środków zwilżających takich jak Nekalina S lub Polikol S.

Sposób według wynalazku uwidoczony jest w przykładach wykonania.

Przykład I. 41 części wagowych związku monoazowego otrzymanego przez sprzęganie zdwuazowanego 2-aminofenolu-4-sulfonamidu z 2-chloroacetyloacetanilidem w postaci pasty umieszcza

się w 300 częściach objętościowych wody i miesza do rozbełtania pasty barwnika, dodaje 46 części objętościowych 13,5% wodnego roztworu chlorku kobaltowego oraz 3,9 części objętościowych 45% roztworu wodorotlenku sodowego. Zawiesinę miesza się przez 15 minut i następnie podaje na dysk suszarni rozpryskowej.

Temperatura powietrza wylotowego wynosi 180—190°C. Po zakończeniu procesu suszenia i metalizowania otrzymuje się żółto-brunatny proszek barwiący wełnę, włókna poliamidowe i skórę z kąpieli obojętnej lub słabo kwaśnej na kolor żółty.

Dozowanie zawiesiny barwnika należy prowadzić z taką szybkością, aby barwnik nie przywierał do ścian suszarni.

Przykład II. 37,3 części wagowych związku monoazowego otrzymanego przez sprzężanie zdwiazowanego 2-aminofenolo-4-sulfonamidu z 1-fenyl-3-metylo-5-pyrazolonem w postaci pasty umieszcza się w 300 częściach objętościowych wody i 2 częściach wagowych soli sodowej kwasu butylo-naftalenosulfonowego (Nekalina S) i miesza do rozbełtania pasty, dodaje 45 części objętościowych 15,5% wodnego roztworu siarczynu kobaltowego oraz 3,9 części objętościowych 45% roztworu wodorotlenku sodowego. Zawiesinę miesza się przez 15 minut i następnie podaje na dysk suszarni rozpryskowej. Temperatura powietrza wlotowego wynosi 180—190°C. Dozowanie zawiesiny barwnika należy prowadzić z taką szybkością, aby barwnik nie przywierał do ścian suszarni.

Po zakończeniu procesu suszenia i metalizowania otrzymuje się żółto-brunatny proszek barwiący wełnę, włókna poliamidowe i skórę z kąpieli obojętnej lub słabo kwaśnej na kolor żółto-brunatny.

Przykład III. 34,3 części wagowych związku monoazowego otrzymanego przez sprzężanie zdwiazowanego 2-aminofenolo-4-sulfonamidu z 2-naftolem umieszcza się w 200 częściach objętościowych wody i 2 częściach wagowych soli sodowej kwasu butylo-naftalenosulfonowego (Nekalina S) i miesza do rozbełtania pasty, dodaje się 150 części objętościowych roztworu chromosalicylanu sodowo-potasowego zawierającego 2,86 gramoatomu chromu.

Zawiesinę miesza się przez 15 minut i następnie podaje na dysk suszarni rozpryskowej. Temperatura powietrza wlotowego wynosi 220—230°C. Do-

zowanie zawiesiny barwnika należy prowadzić z taką szybkością, aby barwnik nie przywierał do ścian suszarni.

Po zakończeniu procesu suszenia i metalizowania otrzymuje się czarno-brunatny proszek barwiący wełnę, włókna poliamidowe i skórę z kąpieli obojętnej lub słabo kwaśnej na kolor ciemnego fioleto.

Przykład IV. 20 części wagowych związku monoazowego otrzymanego przez sprzężanie zdwiazowanego kwasu 2-aminobenzenokarboksylowego z 1(4'-sulfonamidofenyl)-3-metylo-5-pyrazolonem i 20 części wagowych związku monoazowego otrzymanego przez sprzężanie zdwiazowanego 2-aminobenzenokarboksylowego z 1(4'-sulfofenyl)-3-metylo-5-pyrazolonem w postaci pasty umieszcza się w 300 częściach objętościowych wody i miesza do rozbełtania pasty.

Następnie dodaje się 43 części objętościowych 16,6% wodnego roztworu chlorku chromowego lub 55 części objętościowych mrówczanu chromowego zawierającego 2,86 gramoatomu chromu oraz 3,9 części objętościowych 45% roztworu wodorotlenku sodowego, zawiesinę miesza się przez 15 minut i podaje na dysk suszarni rozpryskowej.

Temperatura powietrza wlotowego wynosi 220—230°C.

Dozowanie zawiesiny barwnika należy prowadzić z taką szybkością, aby barwnik nie przywierał do ścian suszarni. Po zakończeniu procesu suszenia i metalizowania otrzymuje się żółty proszek barwiący wełnę, włókna poliamidowe i skórę z kąpieli obojętnej lub słabo kwaśnej na kolor żółty.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania barwników azowych metalokompleksowych typu 1:2 zawierających kobalt lub chrom, **znamienny tym**, że otrzymane znany sposób barwniki o,o'-dihydroksyazowe, o-hydroksy-o'-karboksyazowe, o-hydroksy-o'-aminoazowe w postaci past, zawiesin lub roztworów poddaje się chromowaniu lub kobaltowaniu związkami łatwo oddającymi chrom lub kobalt w procesie suszenia w temperaturach 150°C do 230°C.

2. Sposób według zastrzeżenia 1, **znamienny tym**, że do past, zawiesin i roztworów poddawanych suszeniu dodaje się środków zwilżających.