



УКРАЇНА

ДЕРЖАВНЕ
ПАТЕНТНЕ
ВІДОМСТВО

(19) UA (11) 7148 (13) C1

(51) C 09 B 35/36

ОПИС ДО ПАТЕНТУ
НА ВІНАХІД

(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ ТЕТРАКИСАЗОБАРВНИКІВ

1

(21) 94010013

(22) 14.04.93

(31) 5027861

(32) 19.03.92

(33) RU

(46) 30.06.95. Бюл. № 2

(56) 1. Красители для текстильной промышленности. Колористический справочник. Под ред. А.Л.Бяльского и В.В.Карпова, М., Химия, 1971, с. 49, 69.

2. Справочник по синтетическим красителям. М., НИОПИК, 1969, с. 5.

3. Патент ФРГ № 1278629, кл. 22а, опубли. 1963 (прототип).

(71) Сивашський аніліно-барвниковий завод

(72) Глушенко Сергій Миколайович, Широкий Євген Іванович, Савчишин Степан Васильович, Шкіль Олег Анатольович

(73) Сивашський аніліно-барвниковий завод (UA)

Изобретение относится к тонкому органическому синтезу, в частности к способу получения тетракисазокрасителей, и может быть использовано в химической промышленности.

Известен способ получения весьма ценного тетракисазокрасителя глубокого черного цвета с зеленым оттенком – прямого черного 23 (C.I.Direct Black 22) щелочным сочетанием диазосоединения 4,4'-диаминодифениламин-2-сульфо-кислоты с двумя молями 2-амино-8-оксинафталин-6-сульфо-кислоты, последующим диазотированием образовавшегося диаминодиазосоединения и сочетанием с двумя

2

(57) 1. Способ получения тетракисазокрасителей путем сочетания предварительно продиазотированной 4,4'-диаминодифениламино-2-сульфо-кислоты с двумя молями 2-амино-8-оксинафталин-6-сульфо-кислоты с последующим диазотированием полученного при этом диаминодисазосоединения, сочетанием со смесью 1,3-диаминобензола с его N-карбоксиметилзамещенным и выделением целевого продукта, отличающийся тем, что в качестве 1,3-диаминобензола используют м-фенилендиамин или м-толуилендиамин при мольном соотношении с N-карбоксиметилзамещенным, равным 1,6–1,8:0,4–0,2 соответственно, и сочетание ведут при pH = 6,5–7,3.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что выделение целевого продукта осуществляют сушкой реакционной массы после сочетания при 110–250°C.

молями 1,3-диаминобензола, выделением красителя хлористым натрием при нагревании, фильтрацией и сушкой пасты красителя.

Однако краситель, получаемый описанным способом, имеет низкую растворимость (до 10 г/л) и выбираемость (30–48%) [1, 2]. При добавлении хлористого натрия с целью повышения выбираемости резко снижается растворимость (до 6 г/л), наблюдается процесс желатинизации красильного раствора и "бронзирование" окрашенных изделий.

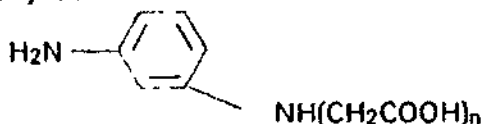
Наиболее близким по технической сущности и достигаемому эффекту является способ получения тетракисазокрасителей

(19) UA (11)

7148

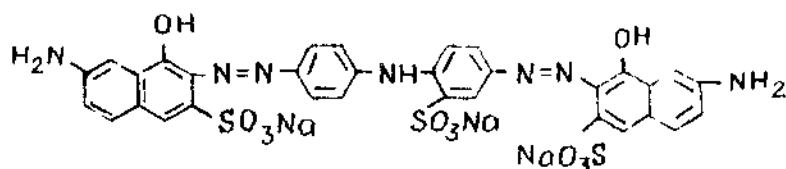
(13) C1

глубокого черного цвета с зеленым оттенком путем диазотирования 4,4'-диаминодифениламин-2-сульфо-кислоты, сочетания с двумя молями 2-амино-8-оксинафталин-6-сульфо-кислоты, последующим диазотированием



где n – число 1 или 2, а бензольное ядро может содержать еще другие заместители, или с одним молем 1,3-диаминобензола подобного типа и одним молем m -фенилендиамин [3].

Красители, получаемые по данному способу, при высокой растворимости (52–61 г/л)



диазотировать обычным способом и сочетать при pH 6,5–7,3 со смесью, состоящей из m -фенилендиамин или m -толуиленидиамин и их

полученные красители после сушки имеют настолько высокие красящие концентрации, что становится возможной сушка реакционных растворов, минуя стадии выделения, фильтрации и суспендирования. Это позволяет исключить сточные воды в данном производстве и сократить расход наполнителя при установке красителя на тип.

Проведение сочетания в щелочной среде ведет к снижению красящей концентрации и выхода.

Сочетание со смесью, состоящей из m -фенилендиамин или m -толуиленидиамин и их N -карбоксиметилзамещенными в мольном соотношении 1,9:0,1 приводит к желатинизации, снижению растворимости, а взятой в соотношении 1,5:0,5 – к снижению

Предложенный способ иллюстрируется следующими примерами.

Пример 1.

27,9 кг 4,4'-диаминодифениламин-2-сульфо-кислоты растворяют в воде с соляной кислотой и диазотируют нитритом натрия при охлаждении. Диазораствор сочетают с

имеют низкие прочности окрашенного материала к мокрым обработкам, низкую выбираемость (53–57%) из красильной ванны и низкий выход. Во время сушки этих красителей при температуре свыше 100°C наблюдается частичное осмоление (повышенное – до 3,0% – содержание нерастворимого в воде остатка).

В основу изобретения поставлена задача разработки способа получения тетракисазокрасителей, в котором, путем изменения условий проведения реакции, получались бы с высоким выходом красители, обладающие при достаточной растворимости выбираемостью, термостабильностью и обеспечивающие устойчивость окрашенного ими материала к мокрым обработкам.

Поставленная задача может быть решена, если диаминодисазосоединение

щелочным раствором 46,8 кг 2-амино-8-оксинафталин-6-сульфо-кислоты. Диаминодисазосоединение смешивают с соляной кислотой, диазотируют и сочетают при pH 7,2 со смесью, состоящей из 16,9 кг 1,3-диаминобензола и 4,5 кг 1-амино-3-карбоксиметиламинобензола. Сушат без предварительного выделения при температуре 245°C в распылительной сушилке и получают 230,5 кг типового красителя. Выход 87,6%. Растворимость 29 г/л. Выбираемость 81%.

Пример 2. 24,8 кг 4,4'-диаминодифениламин-2-сульфо-кислоты диазотируют и сочетают с 42,5 кг 2-амино-8-оксинафталин-6-сульфо-кислоты аналогично примеру 1. Диаминодисазосоединение диазотируют и сочетают при pH 7,1 со смесью, состоящей из 15,21 кг 2,4-диаминотолуола и 4,40 кг 2-амино-4-карбоксиметилтолуола. Фильтруют, суспендируют, сушат при температуре 240°C, получают 200,8 кг красителя. Выход 85,4%. Растворимость 34 г/л. Выбираемость 78%.

Примеры 3–7 проводят аналогично примеру 1. Условия проведения и полученные результаты представлены в табл. 1, 2.

Предложенное техническое решение обладает следующими преимуществами:

– при достаточно высокой растворимости повышается выбираемость красителя на 25% (по прототипу растворимость составляет 52–61 г/л, выбираемость – 53–57%, по предлагаемому способу растворимость – 29–34 г/л, выбираемость – 78–82%);

– повышаются устойчивости окрасок к мокрым обработкам:

	по прототипу	по предлагаемому способу
к дистиллированной воде	3/4/	4/4/4
к стирке в растворе мыла и соды	4/4/4	4/5/5
к поту	3/4/4	4/5/5
к глажению с запариванием	3к/3/4	3-4к/4/5

– увеличивается выход красителя на 12,5–7,2% (по прототипу – 68,4, по предлагаемому способу – 75,6–80,9%);

– упрощается технология, исключаются стадии выделения, фильтрации и суспендирования.

– повышается термоустойчивость красителя (по прототипу содержание нерастворимого остатка при сушке красителя при 110°C – 3%, по предлагаемому способу – 0,13%);

Таблица 1

№№ п/п	Загрузка ДФПК кг	Загрузка 2-амино-8-амино- 6-сульфокислоты	Загрузка ДФДА кг	Загрузка МТДА кг	Загрузка – карбоксиме- тилзамеще- ного кг	Соотнош диаминов мольное	рН сочета ния	С на выходе в суху	Вес кра- сителя	Выход %
3	24,8	42,5		19,31	1,47	1,901	7,1	225	198	78,4
4	26,0	44,5	16,1	–	4,30	1,505	7,3	246	175	71,3
5	27,3	46,8	16,9	–	4,50	1,703	8,5	250	175	69,7
6	27,3	46,8	16,9	–	4,50	1,703	7,1	237	190	75,6
7	24,8	42,5		19,31	1,47	1,901	7,1	250	195	77,2
8	27,3	46,8	16,9	–	4,50	1,703	6,5	235	192	76,4

Таблица 2

№№ п/п	Характеристика полученного красителя						
	растворимость г/л	нерастворимый остаток %	выбираемость %	Устойчивость окрашенного материала к			
				дистиллирован- ной воде	стирке в р-ре мыла и соды	поту	глажению с запариванием
3	14	0,24	47	4/3/3	4/3/3	4/3/3	4/4/5
4	46	3,01	53	3/4/4	4/4/4	3/4/4	3/3/4
5	31	0,11	78	4/4/4	4/5/5	4/5/5	3-4к/4/5
6	29	0,17	82	4/4/4	4/5/5	4/5/5	4/4/5
7	17	0,31	68	4/4/3	4/3/4	4/4/4	4/4/4
8	30	0,26	79	4/4/4	4/5/5	4/5/5	4/4/5

Упорядник С. Глущенко

Техред М. Моргентал

Коректор О. Козоріз

Замовлення 4511

Тираж

Підписне

Державне патентне відомство України,
254655, ГСП, Київ-53, Львівська пл., 8

Виробничо-видавничий комбінат "Патент", м. Ужгород, вул. Гагаріна, 101

