

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 46157

Kl. 22 a, ^{62/08}

Zakłady Przemysłu Barwników „Boruta”*)

Zgierz, Polska

Sposób wytwarzania barwników monoazowych zawierających pierścień triazynowy

Patent trwa od dnia 24 grudnia 1960 r.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania barwników monoazowych zawierających pierścień triazynowy.

Znane są barwniki monoazowe zawierające pierścień triazynowy z ugrupowaniem 4,8-dwusulfonaftaleno-2,4' - azobenzeno-1' -aminowym, np. według brytyjskiego opisu patentowego nr 774925.

Znane są również barwniki azowe zawierające pierścień triazynowy z ugrupowaniem 2-aminonaftalenoazobenzeno-4'(3') -aminowym, np. z opisu patentowego nr 46156. Barwniki te wyróżniają się właściwością chemicznego łączenia się z włóknami celulozowymi już w temperaturze pokojowej, tworząc trwałe wybarwienie odporne na działanie światła oraz czynniki mokre.

Stwierdzono, że otrzymuje się również

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są mgr inż. Wacław Anders i mgr inż. Tadeusz Cisło.

barwniki o wyżej wymienionych właściwościach, jeżeli według wynalazku m-lub p-fenylenodwuaminę lub jej pochodne zwłaszcza acylowe, w których jeden wodór jednej z dwóch grup aminowych jest podstawiony grupą acylową, np. grupą COCH_3 lub COCOOH , a drugi wodór w tejże grupie aminowej może być podstawiony grupą alkilową o 1 — 5 atomach węgla, zdwuazuje się i sprzęgnie w środowisku zasadowym z kwasem 2-naftolo-3,6-dwusulfonowym (kwas R), z kwasem 2-naftolo-6,8 -dwusulfonowym (kwas G) lub kwasem 1-naftolo -3,6-dwusulfonowym (kwas Freunda), po czym w wytworzonym związku grupę acylową zmydli się znanymi sposobami, a następnie kondensuje się go z 1,3,5-trójklorotriazyną. W efekcie otrzymuje się barwnik, w którym pierścień triazynowy jest połączony z ugrupowaniem aminobenzenoazonaftolowym.

Reakcja przebiega według wzoru 1. We wzorze tym X oznacza H, CH_3 , OCH_3 , Cl, Br,

OC_2H_5 , CF_3 , $NHCOCH_3$, CN , $NHCOC_6H_5$, $-NHC_6H_5$, $-NHC_6H_4OCH_3$, $-SO_2NHC_6H_5$, SO_2NH_2 , lub inne podstawniki za wyjątkiem grup $-OH$ lub $-NH_2$, Y — oznacza H lub SO_3H , Z_1 oznacza grupę OH , przy czym gdy jedno Z_1 oznacza grupę OH , to drugie Z_1 oznacza H , Z_2 oznacza H lub SO_3H , przy czym co najmniej jedno Z_2 oznacza grupę sulfonową, R oznacza H lub grupę alkilową o 1—5 atomach węgla, a R_1 oznacza grupę acylową.

Jako acylowane m-lub p-fenilenodwuaminy lub ich pochodne stosuje się np. acet-p-fenilenodwuaminę, acet-m-fenilenodwuaminę, kwas 3-acetyloaminoanilino-6-sulfonowy, kwas 4-oksalyloaminoanilino-3-sulfonowy lub kwas 4-acetyloaminoanilino-2-sulfonowy.

Do sprzęgania z kwasem G , R lub Freunda zamiast acylowanej m-lub p-fenilenodwuaminy albo jej pochodnej stosuje się według wynalazku również m-lub p-nitroanilinę lub jej pochodną. Po sprzęgnięciu zdwuazowanej nitroaniliny lub jej pochodnej z kwasem G , R lub Freunda, grupę nitrową redukuje się znanymi metodami, do grupy aminowej, a następnie kondensuje się z chlorkiem cyjanuru.

Reakcja przebiega według wzoru 2. We wzorze tym X , Y , Z_1 i Z_2 oznaczają te same podstawniki jak we wzorze 1.

Jako m-lub p-nitroanilinę lub jej pochodną stosuje się np. p-nitroanilinę, m-nitroanilinę, kwas p-nitroanilino-2-sulfonowy, lub kwas 3-nitroanilino-4-sulfonowy.

Wytwarzane sposobem według wynalazku barwniki odznaczają się dużą rozpuszczalnością w wodzie, zdolnością barwienia bawełny, włókna sztucznego, wełny, jedwabiu naturalnego oraz włókna syntetycznego. Włókna pochodzenia roślinnego barwią się w temperaturze pokojowej, a innego rodzaju włókna w temperaturze podwyższonej.

Wybarwienie otrzymywane przy pomocy tych barwników jest bardzo żywe oraz trwałe na światło i czynniki mokre.

Dwuazowanie acylofenilenodwuamin lub ich pochodnych prowadzi się znanymi metodami, a wytworzony dwuazozwiązek sprzęga się w wodnym zasadowym środowisku z kwasem G , R lub Freunda w stosunku molowym 1:1, po czym grupę acylową zmydla się znanymi metodami, a następnie kondensuje z 1,3,5-trójklorotriazyną. Wydzielający się podczas kondensacji chlorowódór zobojętnia się bardzo

ostrożnie 2n roztworem węgla lub dwuwęglanu sodowego, utrzymując wartość pH w granicach bliskich 7.

W przypadku stosowania nitroanilin lub ich pochodnych, w wytworzonym związku monoazowym grupę nitrową redukuje się do grupy aminowej, a następnie kondensuje z chlorkiem cyjanuru w warunkach podanych wyżej.

Przykład I. 0,1 mola zdwuazowanej acet-m-fenilenodwuaminy sprzęga się w środowisku zasadowym z 0,1 mola kwasu Freunda, a grupę acylową w wytworzonym monoazozwiązku zmydla się przy pomocy 0,8 mola kwasu siarkowego w temperaturze 80–85°C. Otrzymany aminozwiązek wysala się solą kuchenną i odsąca. Wydzieloną pastę rozpuszcza się w wodzie i za pomocą węgla sodowego przeprowadza się w sól sodową, po czym ponownie wysala i odsąca. Ponownie wydzieloną pastę rozpuszcza się w 600 ml wody, oziębia do temperatury 0°C, a otrzymany roztwór wkrapla do zawiesiny 0,11 mola 1,3,5-trójklorotriazyny w 130 ml wody i 220 g lodu. Po wdropleniu całej ilości aminoazozwiązku masę reakcyjną miesza się w ciągu 20 minut, po czym wkrapla się w ciągu 110 minut 2n wodny roztwór 0,54 mola węgla sodowego, utrzymując wartość pH środowiska = 7, a temperaturę 0°C. Po skończonej kondensacji masę reakcyjną sączy się, a przesącz wysala solą kuchenną w ilości 150 g, przy czym wydzielą się barwnik, który odsąca się i suszy w temperaturze poniżej 50°C. Reakcja przebiega według wzoru 3.

Wytworzony barwnik jest łatwo rozpuszczalny w wodzie i barwi na kolor pomarańczowy włókna pochodzenia roślinnego w środowisku słabo zasadowym, a włókna pochodzenia zwierzęcego i włókna syntetyczne w środowisku słabo kwaśnym.

Przykład II 0,1 mola zdwuazowanej p-nitroaniliny sprzęga się w środowisku zasadowym z 0,1 mola kwasu G , a grupę nitrową w wytworzonym związku monoazowym redukuje się do aminy przy pomocy wodnego roztworu 0,22 mola siarczku sodowego w temperaturze 47–52°C. Otrzymany aminoazozwiązek wysala się solą kuchenną i odsąca. Wydzieloną pastę aminoazozwiązku rozpuszcza się w 600 ml wody, oziębia do temperatury 0°C i kondensuje z 1,3,5-trójklorotriazyną, postę-

pując dalej według przykładu I. Reakcja przebiega według wzoru 4.

Wytworzony barwnik jest łatwo rozpuszczalny w wodzie i barwi na kolor szkarłatny włókna pochodzenia roślinnego w środowisku zasadowym, a włókna pochodzenia zwierzęcego i włókna syntetyczne w środowisku słabo kwaśnym.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania barwników monoazowych zawierających pierścieni triazynowy, znamienny tym, że m-lub p-fenylendwuminy, w której jeden wodór jednej z dwóch grup aminowych jest podstawiony grupą acylową, a drugi wodór w tejże grupie jest ewentualnie podstawiony grupą alkilową o 1—5 atomach węgla lub ich pochodne zawierające podstawniki X lub Y w pierścieniu benzenowym, dwuazuje się i sprzęga w środowisku zasadowym z kwasem 2-naftolo-3,6-dwusulfonowym, z kwasem 2-naftolo-6,8-dwusulfonowym lub z

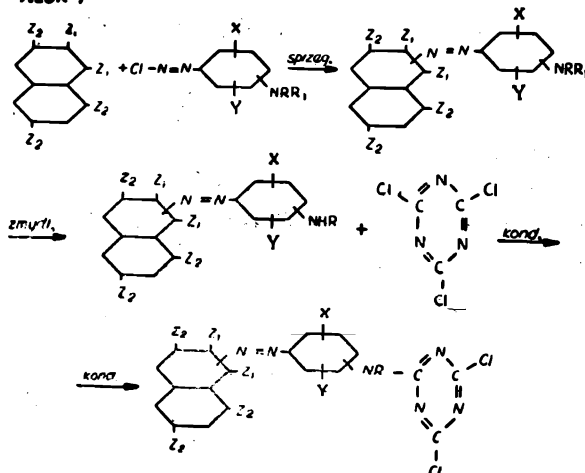
kwasem 1-naftolo-3,6-dwusulfonowym, po czym w wytworzonym monoazozwiązku grupę acylową zmydla się, a otrzymany związek aminowy lub ewentualnie iminowy kondensuje się z 1,3,5-trójklorotriazyną, przy czym reakcja przebiega według wzoru 1.

2. Odmiana sposobu według zastrz. 1, znamienna tym, że zamiast acylofenyldwuminy do sprzęgania stosuje się m-lub p-nitroanilinę lub ich pochodne zawierające podstawniki X lub Y w pierścieniu benzenowym, po czym w wytworzonym monoazozwiązku grupę nitrową redukuje się do grupy aminowej, a otrzymany związek aminowy kondensuje się z 1,3,5-trójklorotriazyną, przy czym reakcja przebiega według wzoru 2.

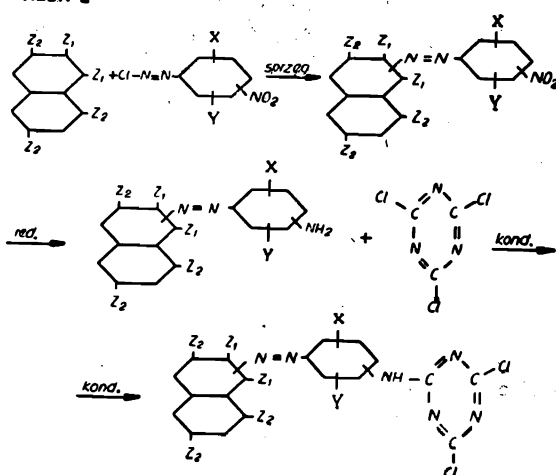
Zakłady Przemysłu
Barwników „Boruta”

Zastępca: mgr inż. Aleksander Samujło
rzecznik patentowy

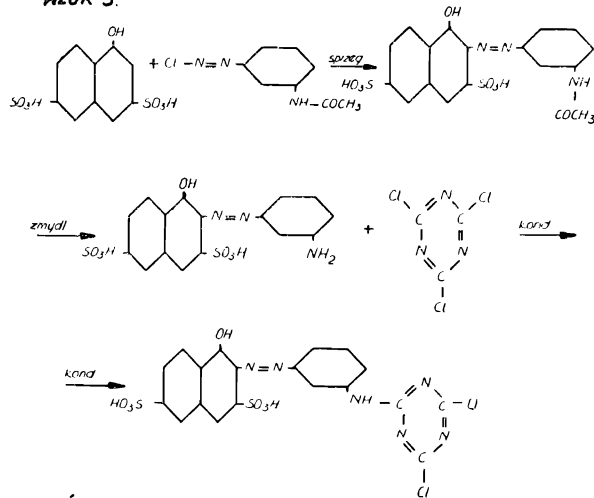
WZÓR 1



WZÓR 2



WZÓR 3.



WZÓR 4.

