



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

228871
(11) (B1)

(22) Přihlášeno 18 08 82
(21) [PV 6058-82]

(51) Int. Cl.³
C 11 D 3/395

(40) Zveřejněno 15 09 83

(45) Vydáno 15 08 86

(75)
Autor vynálezu

HORYNA JAROSLAV ing., JENÍKOVICE

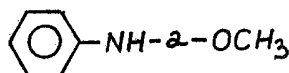
(54) Vodorozpustné optické zjasňovací prostředky stilbenového typu a způsob jejich přípravy

1

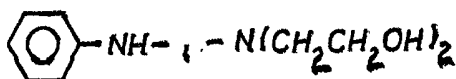
Vynález se týká optických zjasňovacích prostředků, odvozených od diaminostilbendisulfonové kyseliny, připravovaných kondenzací kyanurchloridu s 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfonovou kyselinou či jejími solemi, aminobenzensulfonovými, aminoinđansulfonovými kyselinami či jejich solemi a etanolaminy.

Stav techniky:

Z patentové literatury provedených konstitučních analýz obchodních preparátů jsou známé optické zjasňovací prostředky stilbenového typu, kde jsou u dvojsodné soli N,N'-bis-[2,4-dichlortriazyl-(6)]-4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfonové kyseliny náhradou chlorů v poloze 2 a 4 včleněny substituenty jako např.

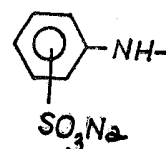


nebo

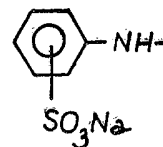


2

nebo

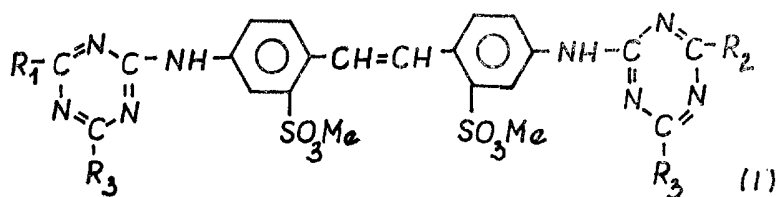


a —N(CH₂CH₂OH)₂ (belg. pat. 742 393) nebo kombinace izomerů

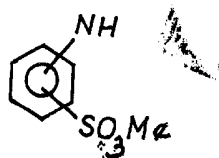


a —N(CH₂CH₂OH)₂. Technický význam těchto optických zjasňovacích prostředků zdůrazňují způsoby aplikace popsané např. v DAS 2 209 200, DOS 2 609 752 a DAS 2 152 141 chránící tekuté prací prostředky.

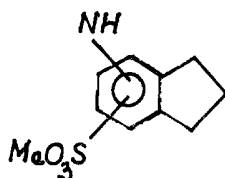
Předmětem tohoto vynálezu jsou optické zjasňovací prostředky stilbenového typu mající ve své molekule včleněný zbytek aminoinđansulfonové kyseliny. Jsou charakterizovány sloučeninami obecného vzorce I



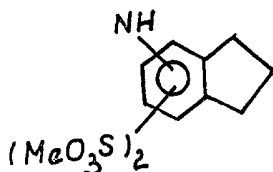
kde R₁ je



a R₂ značí radikály



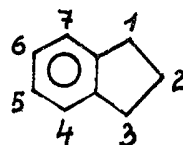
nebo



R₃ je NHCH₂CH₂OH nebo N(CH₂CH₂OH)₂, Me značí vodík nebo kationt, a způsob jejich přípravy spočívá v tom, že se navzájem působí sloučeninami R₁H, R₂H, kyanurchloridem, 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfokyselinou či jejími solemi, sloučeninami R₃H a neutralizačními činidly.

Podmínky kondenzace jsou obdobné jako popisují patenty analogické kondenzace za použití samotných aminobenzensulfoderivátů, např. franc. pat. 1 135 935, US pat. 3 025 242, belg. pat. 742 393 a další.

Z aminobenzensulfonových kyselin jsou vhodné kyselina metanilová a kyselina sulfanilová, z aminoindansulfonových kyselin a jejich solí jsou vhodné např. 4-amino-7-sulfo-, 5-amino-6-sulfo-, 6-amino-4-sulfo-, 4-amino-5,7-disulfoderiváty při respektování následujícího označení poloh na indanovém skeletu.



Podle tohoto vynálezu lze připravovat i směsi sloučenin obecného vzorce I tak, že se do reagujícího systému uvádějí směsi izomerů R₁H a R₂H, kde R₁ a R₂ mají výše uvedený význam.

Nové sloučeniny obecného vzorce I vykazují zjasňovací efekt např. na přírodních i syntetických textilních materiálech a fóliích. Jejich výhoda spočívá v tom, že se při jejich výrobě uplatní ekonomicky výhodný odpadní indan, z něhož se snadno známým způsobem připraví potřebné aminoindansulfonové kyseliny. Včleněním indanového skeletu do molekuly se dále příznivě ovlivní vlastnosti nových optických zjasňovacích prostředků. Ve srovnání se známými optickými zjasňovacími prostředky stilbenového typu vykazují výrazně zlepšený bělicí efekt i výhodnější proces bělení. Kombinace benzenického a indanového zbytku v molekule způsobuje totiž lepší rozpustnost nových sloučenin v bělicí lázni i jejich vyšší afinitu k bělenému materiálu.

Níže uvedené příklady ilustrují provedení podle vynálezu.

Příklad 1

Do směsi 20 ml vody, 20 g ledu a 0,10 g isopropylnaftalensulfonátu sodného se přidá 5,00 g kyanurchloridu a do míchané směsi teploty 2 °C se přilije 30 ml neutrálního roztoku obsahujícího 3,94 g 4-aminoindan-7-sulfonové kyseliny a 1,60 g kyseliny sulfanilové. Během kondenzace se pH udržuje na 6,5 až 7 přidáváním 10% vodného roztoku uhličitanu sodného; teplota přitom vystoupí na 6 °C. Kondenzace probíhá poměrně rychle a během 7 min. nebyla prokázána přítomnost -NH₂. Směs se míchá 15 min., načež se během 20 min. přidá roztok připravený z 6,17 g 68,1% 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfonové ky-

seliny, 2,25 g NaHCO₃ o 30 ml vody; pH se udržuje na 7 až 7,5. Po smísení se míchá 10 min. a potom zahřeje na 80 až 85 °C a udržuje 1 hodinu na této teplotě. V tomto stádiu se postupně vylučuje žlutošedá sraženina. K reakční směsi se přidá 4,25 g dietanolaminu, zahřeje na 98 °C (vše se rozpustí), přičemž vznikne hnědý, čirý roztok. Na 98 °C se udržuje po dobu 1 hodiny, načež se přidá roztok 8,00 g KCl ve 30 ml vody; záhy se vyloučí krystalický produkt. Po ochlazení se pevný podíl odfiltruje a promyje 20 ml 10% vodného roztoku KCl. Získá se 23,20 g pasty, jež po usušení poskytne 13,80 g sušiny. Získaný produkt byl aplikován vytahovacím způsobem při 90 až 100 °C, při pH 2 až 4 na polyamidovou tkaninu „Nymburk“ a zjasňovací účinek porovnáván se zjasňovacím účinkem dvojsodné soli kyseliny N, N'-bis-[2-methoxy-4-fenylamino-1,3,5-triazyl-(6)]-4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfonové. Odstínově je nový preparát koloristicky zajímavější a co do bělicí účinnosti je cca o 10 % aktivnější.

Příklad 2

Připraví se 30 ml neutrálního roztoku, obsahujícího 2,96 g 100% 5-aminoindan-6-sulfokyseliny a 2,41 g 100% kyseliny metanilo-

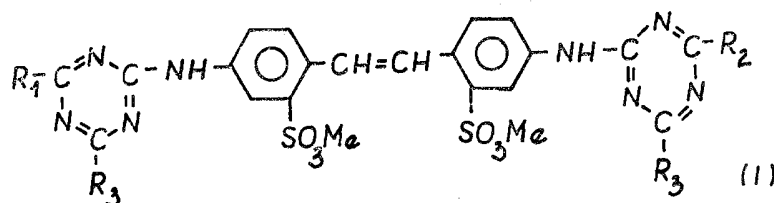
vé o teplotě 70 °C a ten se přikape do suspenze připravené z 20 ml vody, 20 g ledu, 0,10 g isopropyl-naftalensulfonanu sodného a 5,00 g kyanurchloridu. Doba kondenzace je 30 min., teplota 12 °C. K suspenzi se přidá roztok připravený z 6,17 g 68,1% 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfonové kyseliny, 30 ml vody a 2,25 g NaHCO₃. Po kondenzaci vznikne roztok. Dále se postupuje jako u příkladu 1. V průběhu kondenzace s dietanolaminem se vylučuje žlutá krystalická látka. Po filtraci se získá 33,80 g pasty, jež po usušení při 80 stupních Celsia poskytne 13,10 g produktu.

Příklad 3

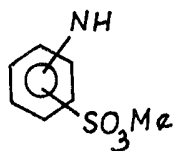
Z pasty 4-aminoindan-5,7-disulfonové kyseliny v množství odpovídajícímu 4,05 g 100% látky a 2,39 g kyseliny metanilové se rozpustěním v 30 ml vody získá směs, která se zneutralizuje NaHCO₃ a vzniklý roztok se přidá k suspenzi obsahující 40 ml vody, 0,10 g isopropyl-naftalensulfonanu sodného a 5,00 g kyanurchloridu. Kondenzace probíhá až po zahřátí směsi na 50 °C a trvá 1 hodinu. Vzniklý roztok se dále zpracovává jako u příkladu 1 s tím rozdílem, že se konečná reakční směs nevysoluje KCl, ale odpaří do sucha. Získá se 22,70 g sušiny (při 80 °C).

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

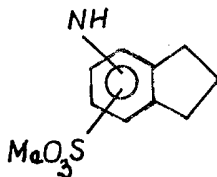
1. Vodorozpustné optické zjasňovací prostředky stilbenového typu, vyznačené tím, že jsou tvořené sloučeninami obecného vzorce I



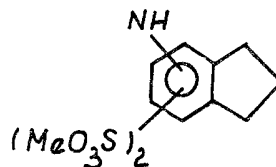
kde R₁ je



a R₂ jsou radikály

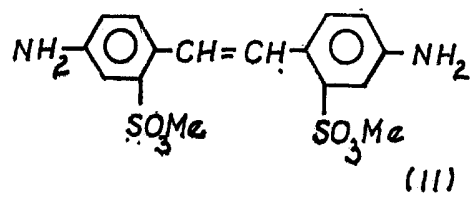


nebo



R₃ je NHCH₂CH₂OH nebo N(CH₂CH₂OH)₂ a Me značí vodík nebo kationt.

2. Způsob přípravy sloučenin podle bodu 1, vyznačený tím, že se nejprve navzájem působí sloučeninami R₁H, R₂H, kde R₁ a R₂ mají výše uvedený význam, a kyanurchloridem při teplotě 0 až 50 °C a na vzniklý kondenzát se působí 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfokyselinou vzorce II



při teplotě 50 až 85 °C a posléze se působí sloučeninami R_3H , kde R_3 má výše uvedený význam, při teplotě 85 °C až teplotě varu reakční směsi v přítomnosti neutralizačních činidel.