



Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr

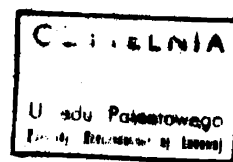
Zgłoszono 14.03.79 (P. 214160)

Pierwszeństwo

Zgłoszenie ogłoszono 28.01.80

Opis patentowy opublikowano 30.04.1982

Int. Cl. C09B 62/04



Twórcy wynalazku: Ewa Marciniak, Andrzej Gawłowski, Stanisław Norek

Uprawniony z patentu tymczasowego: Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników
„ORGANIKA”, Zgierz (Polska)

Sposób otrzymywania nowych barwników reaktywnych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania nowych barwników reaktywnych o ogólnym wzorze 1, w którym R_4 i R_5 oznaczają atom wodoru lub grupę: nitrową, sulfonową, metylową lub metoksylową i są takie same lub różne, R_6 oznacza atom wodoru albo grupę alkilową, a R_7 — atom wodoru, chloru, grupę: metylową, metoksylową, hydroksylową lub sulfonową, przy czym jeden z podstawników: R_4 , R_5 lub R_7 jest grupą sulfonową, a A oznacza ugrupowanie o ogólnym wzorze 2, w którym R_1 oznacza atom wodoru lub grupę metylową, a n — liczbę całkowitą od 0 do 2, albo ugrupowanie o ogólnym wzorze 3, w którym Ft oznacza resztę ftalocyjaniny miedziowej, a R_2 i R_3 oznaczają atomy wodoru lub grupy etanolowe i są jednakowe lub różne, bądź ugrupowanie o ogólnym wzorze 4, w którym symbole mają wyżej podane znaczenia.

Do najczęściej stosowanych sposobów otrzymywania barwników reaktywnych, przydatnych do barwienia i drukowania włókien celulozowych, należy kondensacja dwu barwnych układów: błękitnego i żółtego z chlorkiem cyjanuru, przy czym jako składniki błękitne stosuje się zwykle barwniki antrachinonowe, ftalocyjaninowe i metalokompleksowe, a jako składniki żółte — pochodne benzenu, naftalenu lub związków heterocyklicznych.

Sposobem według wynalazku nowe barwniki reaktywne o ogólnym wzorze 1, w którym symbole mają wyżej podane znaczenia otrzymuje się na drodze kondensacji, w środowisku wodnym 2, 4, 6-tróchlorotriazyny-1, 3, 5 ze związkami pochodnymi antrachinonu lub

2

ftalocyjaniny o ogólnym wzorze A—H, w którym A ma wyżej podane znaczenie, a następnie otrzymany barwnik dwuchlorotriazynowy, bez wydzielania go z masy reakcyjnej poddaje się dalszej kondensacji w ilościach molowych z aminą aromatyczną, pochodną 4-aminodwufenyloaminy o ogólnym wzorze 5, w którym symbole mają znaczenie wyżej podane, wobec czynników alkalizujących, szczególnie korzystnie takich jak węglan lub wodorotlenek sodu.

Również sposobem według wynalazku nowe barwniki reaktywne o ogólnym wzorze 1, w którym symbole mają znaczenie uprzednio podane, otrzymuje się kondensując w środowisku wodnym molowe ilości 2, 4, 6-tróchlorotriazyny-1, 3, 5 i amin aromatycznych, pochodnych 4-aminodwufenyloaminy o ogólnym wzorze 5, w którym symbole mają wyżej podane znaczenie, a następnie otrzymany barwnik dwuchlorotriazynowy bez wydzielania go z masy poreakcyjnej poddaje się dalszej kondensacji z molowymi ilościami pochodnych antrachinonu lub ftalocyjaniny o ogólnym wzorze A—H, w którym A ma znaczenie podane wyżej, przy czym stosuje się czynniki alkalizujące, szczególnie korzystnie takie jak węglan lub wodorotlenek sodu.

W zależności od użytych składników o ogólnych wzorach A—H oraz amin aromatycznych o ogólnym wzorze 5, w których symbole mają uprzednio podane znaczenie, otrzymuje się błękity, turkusy, zielenie lub oliwki, barwiące bądź jako substancje jednorodne bądź w mieszaninach z innymi barwnikami reaktywnymi włókna

celulozowe, przy czym uzyskiwane wybarwienia charakteryzują się dobrymi odpornościami na czynniki mokre i światło.

Wynalazek ilustrują następujące przykłady, w których części i procenty oznaczają części i procenty wagowe, a stopnie temperatury są podane w skali Celsjusza:

Przykład I. Do mieszaniny zawierającej 18,6 części chlorku cyjanuru, 200 części wody i 200 części rozdrobnionego lodu dodaje się mieszając obojętny roztwór składający się z 53,3 części soli dwusodowej kwasu 1-amino-4- (3'-aminofenyloamino)-antrachinono- 2,4'-dwusulfonowego i 1200 części wody, a następnie miesza się całość 3 godziny w temperaturze 0-5°, utrzymując pH w granicach 5-6 wkraplaniem 10% roztworem węglanu sodu. Po zakończonej kondensacji do otrzymanego roztworu dwuchlorotriazyny dodaje się roztwór zawierający 30,9 części soli sodowej kwasu 4-amino-4'-nitrodwufenyloamino-2'-sulfonowego i 800 części wody, po czym całość ogrzewa się w temperaturze 45-50° w ciągu 3 godzin utrzymując wartość pH = 7 10% roztworem węglanu sodu, następnie wysala, filtruje i suszy otrzymując zielony barwnik.

Przykład II. Postępując sposobem opisanym w przykładzie I, otrzymany roztwór dwuchlorotriazyny dodaje się porcjami do wodnego roztworu składającego się z 30,9 części soli sodowej kwasu 4-amino-4'-nitrodwufenyloamino-2'-sulfonowego i 800 części wody, po czym całość przy mieszaniu ciągłym ogrzewa się w temperaturze 45-50° w ciągu 3 godzin utrzymując wartość pH = 7 10% roztworem węglanu sodu.

Przykład III. Do zawiesiny składającej się z 18,4 części chlorku cyjanuru, 200 części wody i 200 części rozdrobnionego lodu wkrapla się roztwór zawierający 30,9 części soli sodowej kwasu 4-amino-4'-nitrodwufenylo-2'-sulfonowego i 800 części wody. Otrzymaną mieszaninę reakcyjną miesza się w temperaturze 0-5° utrzymując pH w granicach 7,5- 8,0 dodając 4% roztwór wodorotlenku sodu, a następnie uzyskany roztwór dwuchlorotriazyny wkrapla się do roztworu zawierającego 40,5 części miedzioftalocyjaniny-3-[sulfono-N-(β / β' -hydroksyetyloamino/ -etylo)-amidu]-2,4 700 części wody, po czym całość miesza się 2 godziny w temperaturze 40-45°, stopniowo dodając 4% wodny roztwór wodorotlenku sodu, celem utrzymania pH w granicach 7,5-8,0, następnie roztwór wysala się, filtruje i po wysuszeniu osadu otrzymuje zielony barwnik o odcieniu żółtym.

Postępując sposobem opisanym w przykładach I, II i III kondensuje się 2,4,6-trójkchlorotriazynę-1,3,5 w dowolnej kolejności ze związkiem o ogólnym wzorze A—H, w którym resztę A oznaczają wzory 2, 3, 4, dla których symbole i miejsca podstawienia zostały podane w tabeli oraz z pochodnymi 4-aminodwufenyloaminy o

ogólnym wzorze 5, w którym symbole i miejsca podstawienia podano w tabeli, otrzymując szereg barwników reaktywnych zamieszczonych w tabeli poniżej.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania nowych barwników reaktywnych o ogólnym wzorze 1, w którym R₄ i R₅ oznaczają atomy wodoru lub grupy nitrową, sulfonową, metylową lub metoksyłową i są takie same lub różne, R₆ oznacza atom wodoru albo grupę alkilową, a R₇ oznacza atom wodoru albo chloru bądź grupę metylową, metoksyłową, hydroksylową lub sulfonową, przy czym jeden z podstawników R₄, R₅ lub R₇ jest grupą sulfonową, a A oznacza ugrupowanie o ogólnym wzorze 2, w którym R₁ oznacza atom wodoru lub grupę metylową, a n oznacza liczbę całkowitą od 0 do 2 albo ugrupowanie o ogólnym wzorze 3, w którym Ft oznacza resztę ftalocyjaniny miedziowej, a R₂ i R₃ oznaczają atomy wodoru lub grupy etanolowe i są jednakowe lub różne bądź ugrupowanie o ogólnym wzorze 4, w którym symbole mają wyżej podane znaczenia, na drodze kondensacji 2,4,6-trójkchlorotriazyny-1,3,5 ze związkiem o ogólnym wzorze A—H, w którym A ma wyżej podane znaczenie i następnej kondensacji powstałego barwnika dwuchlorotriazynowego z aminą aromatyczną, ~~znaleziony~~ tym, że jako aminę aromatyczną stosuje się pochodną 4-aminodwufenyloaminy o ogólnym wzorze 5, w którym symbole mają wyżej podane znaczenia.

2. Sposób otrzymywania nowych barwników reaktywnych o ogólnym wzorze 1, w którym R₄ i R₅ oznaczają atomy wodoru lub grupy nitrową, sulfonową, metylową lub metoksyłową i są takie same lub różne, R₆ oznacza atom wodoru albo grupę alkilową, a R₇ oznacza atom wodoru albo chloru bądź grupę metylową, metoksyłową, hydroksylową lub sulfonową, przy czym jeden z podstawników R₄, R₅ lub R₇ jest grupą sulfonową, a A oznacza ugrupowanie o ogólnym wzorze 2, w którym R₁ oznacza atom wodoru lub grupę metylową, a n oznacza liczbę całkowitą od 0 do 2 albo ugrupowanie o ogólnym wzorze 3, w którym Ft oznacza resztę ftalocyjaniny miedziowej, a R₂ i R₃ oznaczają atomy wodoru lub grupy etanolowe i są jednakowe lub różne bądź ugrupowanie o ogólnym wzorze 4, w którym symbole mają wyżej podane znaczenia, na drodze kondensacji 2,4,6-trójkchlorotriazyny-1,3,5 z aminą aromatyczną i następnej kondensacji powstałego barwnika dwuchlorotriazynowego ze związkiem o ogólnym wzorze A—H, w którym A ma wyżej podane znaczenie, ~~znaleziony~~ tym, że jako aminę aromatyczną stosuje się pochodną 4-aminodwufenyloaminy o ogólnym wzorze 5, w którym symbole mają wyżej podane znaczenia.

