



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 13.II.1964 (P 103 720)

Pierwszeństwo: 15.II.1963 Szwajcaria

Opublikowano: 8.III.1968

Kl. 22 a, *129/08*

MKP C 09 b, *129/08*

UKD

Twórca wynalazku: dr Curt Müller

Właściciel patentu: Sandoz AG., Bazylea (Szwajcaria)

Sposób wytwarzania barwników monoazowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania barwników monoazowych o wzorze 1, w którym B oznacza ewentualnie podstawiony niskocząsteczkowy rodnik alkilowy, a D i E oznaczają niskocząsteczkowy rodnik alkilowy.

Sposób według wynalazku polega na tym, że aminę o wzorze 2 dwuazuje się, po czym sprzęga się ją ze związkami o wzorze 3, w którym B, D i E mają wyżej podane znaczenie.

Podstawnikami rodnika alkilowego B są zwłaszcza atomy fluoru lub bromu albo grupy cyjanowe, alkoksylowe lub fenoksylowe. Niskocząsteczkowe rodniki alkilowe zawierają 1—4 atomów węgla.

Otrzymane sposobem według wynalazku związki o wzorze 1 stanowią barwniki dające wybarwienia niebieskie do niebieskich o odcieniu zielonkawym.

Sprzęganie prowadzi się najczęściej w kwaśnym, ewentualnie zbuforowanym środowisku w czasie chłodzenia, na przykład w temperaturze 0–5°C. Jako substancję buforową stosuje się zwłaszcza octan sodowy.

Barwniki o wzorze 1 przerabia się na preparaty barwiące w znany sposób, na przykład na drodze mielenia w obecności środków dyspergujących i/lub wypełniaczy. Preparaty te wysuszone metodą rozpyłową lub ewentualnie w próżni stosuje się po dodaniu większej lub mniejszej ilości wody do barwienia, napawania lub drukowania tkanin w obfitej lub skąpej kąpieli farbiarskiej.

Z wodnej zawiesiny barwniki ciągną bardzo dob-

2

rze na materiały tekstylne z syntetycznych lub półsyntetycznych, hydrofobowych wielkocząsteczkowych materiałów organicznych. Szczególnie korzystnie stosuje się je do barwienia lub drukowania materiałów tekstylnych z liniowych aromatycznych poliestrów, oraz z 2 1/2-actanu celulozy, trójoctanu celulozy i poliamidów syntetycznych.

Barwienie, napawanie lub drukowanie prowadzi się według znanych sposobów.

Otrzymane wybarwienia odznaczają się bardzo dużą odpornością, na przykład są one bardzo odporne na działanie temperatury, na sublimowanie, plisowanie tkaniny na gorąco, dym papierosowy, przebarbowanie, czyszczenie na sucho, na chlor oraz na wilgoć, to znaczy na działanie wody, środków piorących oraz na pot. Wywabialność oraz ochrona wełny i bawełny są dobre. Wykazują one również bardzo dobrą odporność na działanie światła, nawet w jasnych odcieniach, tak że można je również stosować jako składniki kompozycji do wytwarzania barwników o modnych odcieniach pastelowych. Barwniki otrzymane sposobem według wynalazku są odporne na gotowanie i redukcję w temperaturze do co najmniej 220°C, zwłaszcza w temperaturze 80 — 140°C.

Odporność barwników nie ulega zmniejszeniu bez względu na stężenie kąpieli farbiarskiej w stosunku do wagi barwionego materiału ani też w wyniku obecności środków przyspieszających barwienie.

W niżej podanym przykładzie jednostki podano

w częściach wagowych, a temperatury w stopniach Celsjusza.

Przykład 1. Do 120 części stężonego kwasu siarkowego dodaje się, intensywnie mieszając, w temperaturze 60–70° 6,9 części azotynu sodowego w postaci proszku. Następnie miesza się jeszcze w ciągu 10 minut w temperaturze 60°, ochładza do temperatury 10° i dodaje w temperaturze 10–20° 100 części lodowatego kwasu octowego, a następnie 16,3 części 2-amino-5-nitro-benzonitrylu i 100 części lodowatego kwasu octowego, po czym miesza się jeszcze w czasie 2 godzin, a następnie wlewa otrzymany roztwór soli dwuazoniowej do mieszaniny złożonej z 24 części 3-dwuetyloamino-chloroacetyloamino-benzenu, 20 części stężonego kwasu solnego, 100 części lodu i 10 części kwasu aminosulfonowego. Sprzęganie prowadzi się do końca w kwaśnym środowisku w temperaturze 0°. Otrzymany barwnik odsącza się, zawarte w nim kwasy wymywa się i następnie suszy. Suchy barwnik można przekrystalizować z chlorobenzenu. Temperatura topnienia barwnika wynosi 202°. Barwi on włókna syntetyczne na jaskrawe fioletowe odcienie z bardzo dobrą odpornością.

Przepis barwienia. 7 części barwnika otrzymanego jak opisano powyżej mieści się z 4 częściami soli sodowej kwasu dwunaftylometanodwusulfonowego, 4 częściami siarczanu sodowocetylowego i 5 częściami bezwodnego siarczanu sodowego w ciągu 48 godzin w młynie kulowym na drobny proszek. Za pomocą otrzymanego preparatu barwiącego można barwić tkaniny z włókien poliestrowych, na przykład z dodatkiem sulfonianu laurylowego i emulsji wodnej chlorowanego benzenu w temperaturze 80–100°, lub bez środka przyspieszającego barwienie w temperaturze 110–140°, pod ciśnieniem wyższym od atmosferycznego.

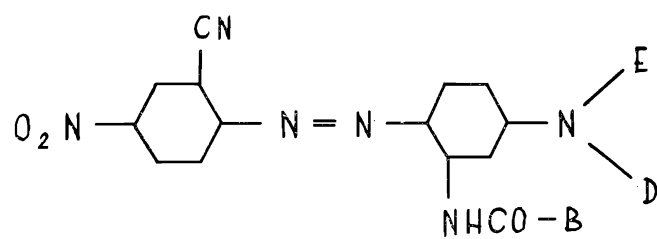
Wymienione w niżej podanej tablicy barwniki wytwarza się sposobem opisanym w przykładzie 1.

Tablica

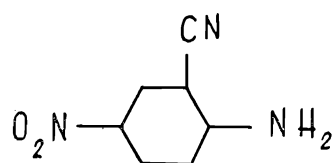
Przykład nr	B	D	E	Ocień na poliestrze
II	$-\text{CH}_2\text{O}-\text{C}_2\text{H}_5$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	fioletowy
III	$-\text{CH}_2\text{Cl}$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	fioletowy
IV	$-\text{CH}_2\text{CN}$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	fioletowy
V	$-\text{CF}_3$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	fioletowy
VI	$-\text{CH}_2-\text{O}-\text{C}_6\text{H}_5$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	fioletowy
VII	$-\text{C}-(\text{CH}_3)_3$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	fioletowy
VIII	$-\text{C}_2\text{H}_4\text{Cl}$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	fioletowy
IX	$-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_3$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	fioletowy
X	$-\text{CHCl}-\text{O}-\text{C}_6\text{H}_5$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	fioletowy
XI	$-\text{C}_2\text{H}_4\text{Br}$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	fioletowy
XII	$-\text{CH}_2\text{Br}$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	fioletowy
XIII	$-\text{CH}_3$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	fioletowy
XIV	$-\text{C}_2\text{H}_5$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	fioletowy
XV	$-\text{CHCl}-\text{CH}_2\text{Cl}$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	fioletowy
XVI	$-\text{CH}_2\text{CHCl}_2$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	fioletowy
XVII	$-\text{CH}_2\text{CO}-\text{C}_6\text{H}_5$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	fioletowy
XVIII	$-\text{CHCl}-\text{CO}-\text{C}_6\text{H}_5$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	fioletowy
XIX	$-\text{CCl}_3$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	$-\text{C}_2\text{H}_5$	fioletowy

Zastrzeżenie patentowe

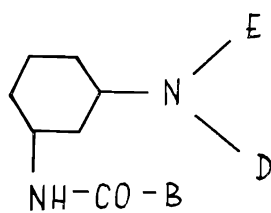
Sposób wytwarzania barwników monoazowych o wzorze 1, w którym B oznacza ewentualnie podstawiony, niskocząsteczkowy rodnik alkilowy, a D i E oznaczają niskocząsteczkowy rodnik alkilowy, znamienny tym, że dwuazuje się aminę o wzorze 2, po czym sprzęga się ją z związkiem o wzorze 3, w którym B, D i E mają znaczenie wyżej podane.



WZÓR 1.



WZÓR 2.



WZÓR 3.