



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

Patent dodatkowy
do patentu nr

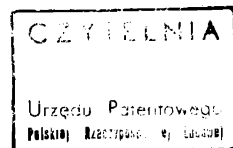
Int. Cl.³ C09B 1/16

Zgłoszono: 26.02.79 (P. 213747)

Pierwszeństwo:

Zgłoszenie ogłoszono: 08.09.80

Opis patentowy opublikowano: 31.10.1983



Twórcy wynalazku: Stanisław Stefaniak, Romuald Klimaszewski, Krystyna Straka
Uprawniony z patentu: Zakłady Chemiczne „Organika-Zachem”,
Bydgoszcz (Polska)

Sposób otrzymywania barwników antrachinonowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania barwników antrachinonowych o budowie wyrażonej wzorem ogólnym 1, w którym (X) oznacza wodór lub metal alkaliczny, (Y) wodór lub grupę metylową, (Z) wodór lub grupę aminową. Barwniki te otrzymuje się przez kondensację, w obecności katalizatora i alkalidów, kwasu 1-amino-2-sulfo-4-bromoantrachinonowego z aminami aromatycznymi o ogólnym wzorze 2, w którym XYZ mają wyżej podane znaczenie.

Znanym sposobem reakcja kondensacji przebiega w ten sposób, że poszczególne substraty wprowadza się do reakcji w stanie rozpuszczonym w wodzie, przy czym kwas 1-amino-2-sulfo-4-bromoantrachinonowy, z uwagi na niską jego rozpuszczalność, dodaje się do reakcji w dużym rozcieńczeniu. Reakcję kondensacji prowadzi się przez kilka godzin w temperaturze 70–85°C, co powoduje powstawanie znacznych ilości nierozpuszczalnych zanieczyszczeń. W celu oczyszczenia gotowego produktu od tych zanieczyszczeń, masę reakcyjną rozcieńcza się do całkowitego rozpuszczenia otrzymanego barwnika i poddaje filtracji oczyszczającej. Z filtratu zaś wysala się przy pH około 7 otrzymany barwnik.

Niedogodnością znanego sposobu otrzymywania barwników o ogólnym wzorze 1 w którym X, Y, Z mają wyżej podane znaczenie jest niska wydajność procesu, wynikająca z dużego rozcieńczenia masy reakcyjnej, oraz konieczności prowadzenia dodatkowej filtracji, która jest niezbędna do oczyszczenia masy reakcyjnej z powstałych w czasie prowadzenia kilkugodzinnej reakcji zanieczyszczeń.

Sposobem według wynalazku reakcję wytwarzania barwników antrachinonowych o budowie wyrażonej wzorem ogólnym 1, w którym X, Y, Z mają wyżej podane znaczenie, prowadzi się działając na ogrzany do temperatury 85–100°C roztwór aminy aromatycznej o wzorze 2, w którym X, Y, Z mają wyżej podane znaczenie, w obecności alkaliów i katalizatora, kwasem 1-amino-2-sulfo-4-bromoantrachinonowym w postaci stałej. W tych warunkach reakcja kondensacji przebiega praktycznie momentalnie.

Wydzielanie gotowego barwnika prowadzi się przez wysalanie, po uprzednim skorygowaniu środowiska reakcji poniżej pH 2. Wprowadzenie do reakcji kondensacji kwasu 1-amino-2-sulfo-4-bromoantrachinonowego w postaci stałej, umożliwia znaczne zwiększenie stężenia reagentów, co ma pozytywny wpływ na wydajność procesu i jego przebieg. Natomiast zastosowanie temperatury

reakcji w granicy 85–100°C umożliwia szybkie zajście reakcji co w konsekwencji zmniejsza ilość powstałych zanieczyszczeń. Proces syntezy barwników według wynalazku można prowadzić również w odwrotnej kolejności to znaczy przez wprowadzenie w obecności alkaliów i katalizatora do zawiesiny kwasu 1-amino-2-sulfo-4-bromoantrachinonowego stałej aminy aromatycznej o budowie wyrażonej wzorem ogólnym 2, w którym X, Y, Z mają wyżej podane znaczenie.

Zaletą sposobu według wynalazku jest wyższa wydajność procesu, jak również eliminacja procesu filtracji oczyszczającej co ma duży wpływ na ekonomikę procesu.

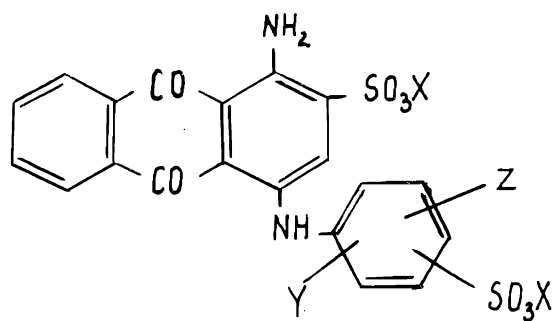
Otrzymane barwniki, przykładowo o ogólnym wzorze 3 i 4 mogą być wykorzystane jako barwniki kwasowe, lub jako półprodukty wyjściowe do otrzymywania trójjazynowych barwników reaktywnych.

Przykład I. 30,1 kwasu 1,3-dwuaminofenilo-4-sulfonowego wprowadza się do 400 ml wody, po czym dodaje się 25 g kwaśnego węgla sodowego, 8 g fosforanu dwusodowego, 4,2 g chloromiedzianu sodowego i ogrzewa masę reakcyjną do temperatury 85–95°C. W tej temperaturze dodaje się w postaci stałej 38,2 g kwasu 1-amino-2-sulfo-4-bromoantrachinonowego i podnosi temperaturę reakcji do 100°C którą utrzymuje na tym poziomie do zakończenia procesu co trwa 10–15 minut. Następnie dodaje się do masy reakcyjnej kwas solny lub siarkowy w celu obniżenia pH do wartości 1–1,5. Otrzymany produkt wysala się solą NaCl w ilości 5% na objętość masy reakcyjnej i odfiltrowuje. Pastę na sączku płucze się 5% roztworem NaCl lub 18% roztworem Na₂SO₄ i suszy w temperaturze 70–80°C. Otrzymuje się około 80 g proszku, który zawiera 0,082 g mola związku o budowie przedstawionej wzorem ogólnym 3.

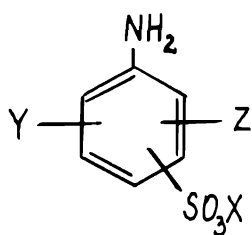
Przykład II. 28 g kwasu metanilowego wprowadza się do 400 ml wody i następnie dodaje 25 g kwaśnego węgla sodowego, 8 g fosforanu dwusodowego i 3 g chlorku miedziawego. Całość ogrzewa się do temperatury 85–90°C, po czym dodaje w postaci stałej 38,2 g kwasu 1-amino-2-sulfo-4-bromoantrachinonowego i dalej ogrzewa przez około 20 minut w temperaturze 95–105°C. Po opadnięciu temperatury do 70–80°C dodaje się kwas solny w ilości niezbędnej do cofnięcia pH do wartości 1,5 po czym otrzymany produkt wydziela się przez wysolenie NaCl w ilości 3% w przeliczeniu na objętość. Po odfiltrowaniu i przemyciu 3% roztworem NaCl, do reakcji obojętnej i wysuszeniu w temperaturze 70–80°C produktu otrzymuje się 75 g proszku, który zawiera 0,081 g mola związku o budowie wyrażonej wzorem 4. Analogiczny związek otrzymać można prowadząc proces w odwrotnej kolejności to znaczy gdy do ogrzanego do temperatury 85–90°C roztworu kwasu bromoaminowego w obecności alkaliów i katalizatora wprowadzi się w postaci stałej kwas metanilowy.

Zastrzeżenie patentowe

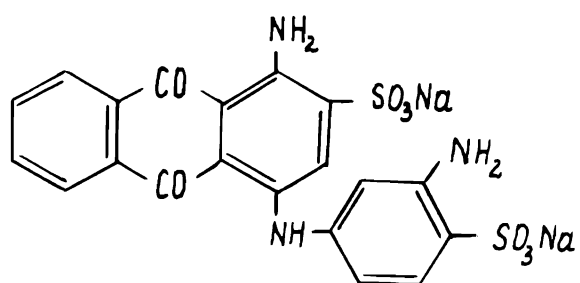
Sposób otrzymywania barwników antarachinonowych o ogólnym wzorze 1 w którym (X) oznacza wodór lub metal alkaliczny, (Y) wodór lub grupę metylową, (Z) wodór lub grupę aminową, polegający na działaniu na aminy aromatyczne o ogólnym wzorze 2, w którym X, Y, Z mają wyżej podane znaczenie, w obecności alkaliów i katalizatora, kwasem 1-amino-2-sulfo-4-bromoantrachinonowym, **znamienny tym**, że kwas 1-amino-2-sulfo-4-bromoantrachinonowy dodaje się do reakcji w postaci stałej, przy czym proces kondensacji prowadzi się w temperaturze 85–105°C, a gotowy barwnik wysala z masy reakcyjnej przy wartości pH poniżej 2.



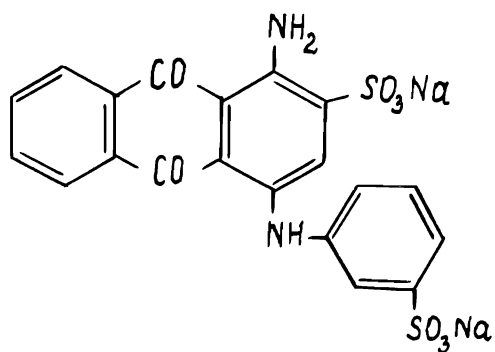
Wzór 1



Wzór 2



Wzór 3



Wzór 4