



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 208811

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 11 12 78
(21) PV 8202-78

(11) B1

(51) Int. Cl.³ D 06 F 1/20
C 07 D 277/62

(40) Zveřejněno 30 05 80
(45) Vydáno 18 05 83

(75)
Autor vynálezu

ADÁMEK MILAN ing., CSc., BŘEZINA KAREL ing., LUSTIG JIŘÍ ing.,
PARDUBICE

(54)

Způsob výroby 1-amino-4-(2'-benzthiazolyl)merkaptoantrachinonu

Vynález se týká způsobu kondenzace kyseliny bromaminové s 2-merkaptobenzthiazolem, jíž se po desulfonaci získá 1-amino-4-(2'-benzthiazolyl)merkaptoantrachinon, což je červené disperzní barvivo se zvýšenou stálostí v sublimaci, používané hlavně pro vybarvování polyesterových vláken.

Přípravy 1-amino-4-(2'-benzthiazolyl)merkaptoantrachinonu se týkají patenty NSR 1269 267, V. Británie 1 078 675 a Francie 1 412 058, zahrnující širokou oblast heterocyklických derivátů s volnou SH-skupinou s takovými deriváty antrachinonu, které mají vyměnitelný halogen. Reakce samotných benzthiazolů jsou v literatuře také popsány. Kondenzace bromaminové kyseliny s 2-merkaptobenzthiazolem může probíhat buď ve vodném prostředí, nebo ve vodném prostředí za přídavku organických rozpouštědel. V samotném vodném prostředí probíhá kondenzace při teplotě blízké se teplotě varu v přítomnosti činidla, které váže reakci se uvolňující bromovodík, tj. například uhličitanu sodného.

Kondenzace se provádí buď bez katalyzátoru nebo za přítomnosti solí dvojmocné nebo jedno-mocné mědi, například síranu měďnatého nebo chloridu měďnatého, které reakci katalyzují. Kondenzace probíhá za těchto podmínek pomalu po dobu 20 až 45 hodin. Ke zkrácení doby kondenzace vede postup, kdy se jako katalyzátoru používá solí dvojmocné mědi jako například síranu měďnatého v přítomnosti chloridu titanitého nebo cínatého, které mají redukční účinky. Část ti-

tanité nebo cínaté soli se přitom může nahradit další anorganickou sloučeninou s redukčními účinky, například pyrosiřičitanem nebo siřičitanem sodným nebo draselným.

Nyní byl nalezen nový způsob výroby 1-amino-4-(2'-benzthiazolyl)merkaptotrachinonu kondenzací kyseliny bromaminové s 2-merkaptobenzthiazolem ve vodném prostředí v přítomnosti látky, která váže bromovodík uvolňující se při kondenzaci, například uhličitanu sodného, za katalytického působení měďnaté soli například síranu měďnatého, jehož podstata spočívá v tom, že se kondenzace provádí za přídavku 0,01 až 20 % hmotnostních glukózy, vztaženo na hmotnost kyseliny bromaminové.

Výhodou tohoto způsobu kondenzace proti dosud známým způsobům je ta okolnost, že při stejné krátké době reakce dochází k úspoře chloridu cínatého a titanitého, které bylo nutno jako redukovadla přidávat ke kondenzační směsi. Při jinak stejném výtěžku a čistotě produktu dochází k náhradě dražší suroviny, běžněji přístupným levnějším produktem, glukózou, a tím k úspoře výrobních nákladů.

Výhodnější je také způsob dávkování redukovadla, neboť je možno přidávat roztok glukózy rovnoměrně během kondenzace.

Pro objasnění podstaty vynálezu jsou uvedeny příklady provedení. Uváděné díly jsou díly hmotnostní.

Příklad 1

Do 400 dílů vody se vnese 28,33 dílů bezvodého uhličitanu sodného, 0,53 dílů $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ a 0,13 dílů glukózy bezvodé, vyhřeje na 80 °C a udržuje 1 hodinu. Pak se vnese 40,9 dílů 2-merkaptobenzthiazolu a vyhřeje na 90 °C. Po ochlazení na 80 °C se vnese 85,4 dílu 1-aminoantrachinon-4-brom-2-sulfokyseliny a zvolna vyhřeje k varu a udržuje 13 hodin. Po ochlazení na 50 °C se reakční směs filtruje, produkt na filtru se promyje 1 000 díly 3%ního roztoku chloridu sodného a usuší. Získá se 102,1 dílu 1-amino-4(2'-benzthiazolyl)merkaptotrachinon-2-sulfonanu sodného.

Příklad 2

Do 400 dílů vody se vnese 28,33 dílů bezvodého uhličitanu sodného a 40,9 dílů 2-merkaptobenzthiazolu a vyhřeje na 90 °C. Po ochlazení na teplotu 80 °C se vnese 0,53 dílů $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, 0,50 dílů glukózy bezvodé a 85,4 dílu 1-aminoantrachinon-4-brom-2-sulfokyseliny. Vyhřeje se k varu a udržuje 12 hodin. Po ochlazení na 50 °C se reakční směs filtruje a dále upravuje jako v příkladu 1. Výtěžek je 102,5 dílu 1-amino-4(2'-benzthiazolyl)merkaptotrachinon-2-sulfonanu sodného.

Příklad 3

Do 400 dílů vody se vnese 28,33 dílů uhličitanu sodného bezvodého, 40,9 dílů 2-merkaptobenzthiazolu a vyhřeje na 90 °C. Po ochlazení na 80 °C se vnese 0,53 dílů $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ a 85,4 dílů 1-aminoantrachinon-4-brom-2-sulfokyseliny. Po vyhřátí k varu se během 11,5 hodin rovnoměrně dávákuje 3,5 dílů roztoku s obsahem 0,382 dílů glukózy ve vodě. Reakční směs se udržuje na teplotě varu ještě 1/2 hodiny, ochladí na 95 °C, vnese se 7,5 dílů chloridu sodného a po ochlazení

na 50 °C se reakční směs filtruje a dále upravuje dle příkladu 1. Získá se 103,0 dílu 1-amino-4-(2'-benzthiazolyl)merkaptantrachinon-2-sulfonátu sodného.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby 1-amino-4-(2'-benzthiazolyl)merkaptantrachinonu kondenzací kyseliny bromaminové s 2-merkaptobenzthiazolem ve vodném prostředí v přítomnosti látky, která váže bromovodík uvolňující se při kondenzaci, například uhličitanu sodného, za katalytického působení měďnaté soli například síranu měďnatého, vyznačující se tím, že se kondenzace provádí za pří-
davku 0,01 až 20 % hmotnostních glukózy, vztaženo na hmotnost kyseliny bromaminové.