



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

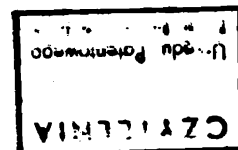
Zgłoszono: 24.09.77 (P.201073)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 08.10.79

Opis patentowy opublikowano: 30.09.1982

Int. Cl.² C09B 62/08



Twórcy wynalazku: Jan Gmaj, Czesław Sosnowski, Jerzy Granosik,
Wiktoria Byczyńska, Anna Przybysz

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

Sposób wytwarzania nowych barwników reaktywnych disazowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nowych barwników reaktywnych disazowych o ogólnym wzorze 1, w którym B oznacza wiązanie bezpośrednie, rodnik alkilenowy, fenilenowy, naftylenowy, dwucykliczny z grupy benzenu lub dwurodnik o ogólnym wzorze 2, w którym Z oznacza atom tlenu, siarki lub grupę -SO₂-, -NH-, -CH₂-, -CH₂CH₂-, -CH=CH-, -O-CH₂-CH₂-O-, -NHCO-, NHCONH-, Q i Q' oznaczają niezależnie od siebie atomy wodoru lub grupy sulfonowe, a A oznacza resztę barwnika monoazowego o ogólnym wzorze 3, w którym F oznacza rodnik benzenowy lub naftalenowy zawierający co najmniej jedną grupę sulfonową, X oznacza atom wodoru, grupę cyjanową lub aminokarbonylową, Y oznacza atom wodoru, grupę metylową lub fenylową, przeznaczonych do barwienia i druku wyrobów z włókien celulozowych na kolor żółty.

Sposobem według wynalazku barwniki o ogólnym wzorze 1, w którym symbole mają wyżej podane znaczenia otrzymuje się na drodze kondensacji w środowisku wodnym lub wodno-rozpuszczalnikowym 2 moli barwnika dwuchlorotriazynowego o ogólnym wzorze 4, w którym symbole F, X i Y mają wyżej podane znaczenia z 1 molem dwuaminy o wzorze H₂N-B-NH₂, w którym B ma wyżej podane znaczenie, przy czym do wytwarzania barwników o ogólnym wzorze 4 stosuje się jako składniki bierne pochodne pirydony-6 o ogólnym wzorze 5, w którym symbole X i Y mają wyżej podane znaczenia, otrzymane przez alkaliczną hydrolizę oksazolopirydonów o ogólnym wzorze 6, w którym symbole X i Y mają wyżej podane znaczenia.

Barwniki o ogólnym wzorze 4, w którym F, X i Y mają

2

wyżej podane znaczenia można otrzymać na drodze kondensacji 1 mola chlorku cyjanuru z 1 molem dwuaminy H₂N-F-NH₂, dwuazowanie i sprzęganie z pochodnymi pirydony-6, o ogólnym wzorze 5, albo przez kondensację 1 mola chlorku cyjanuru z 1 molem barwnika monoazowego o ogólnym wzorze 7, w którym symbole F, X i Y mają wyżej podane znaczenia, przez dwuazowanie amin Acylo-NH-F-NH₂, sprzęganie z pirydony o wzorze 5 i kwaśną hydrolizę, przy czym pirydony o wzorze ogólnym 5, otrzymuje się przez alkaliczną hydrolizę związków o ogólnym wzorze 6 i stosuje się je jako składniki bierne po lub bez wydzielania ze środowiska reakcji.

Barwniki reaktywne disazowe przedstawione ogólnym wzorem 1, można także otrzymać przez kondensację 1 mola barwnika dwuchlorotriazynowego o ogólnym wzorze 4 z 1 molem dwuaminy o wzorze H₂N-B-NH₂ i wytworzone związki o ogólnym wzorze 8, w którym symbole X, Y, F i B mają wyżej podane znaczenia, poddaje się kondensacji z 1 molem barwnika o ogólnym wzorze 4, albo 1 mol barwnika monochlorotriazynowego o ogólnym wzorze 8, poddaje się kondensacji z 1 molem chlorku cyjanuru, a następnie z 1 molem barwnika aminoazowego o ogólnym wzorze 7.

Jako dwuaminy o wzorze H₂N-B-NH₂ stosuje się etylenodwuaminę, 1,3-propylenodwuaminę, β-hydroksyetyloetylenodwuaminę, sześciometylenodwuaminę, m- i p-fenylodwuaminę, kwas 1,3-dwuaminobenzeno-4-sulfonowy i -4,6-dwusulfonowy, kwas 1,4-dwuaminobenzeno-2-sulfonowy i -2,5-dwusulfonowy, kwas 4,4'-dwuaminostilbeno-2,2'-dwusulfonowy, 4,4'- lub 3,3'-dwuaminodwufenylomoczo-

3

nik, kwas 4,4'-dwuaminodwufenylomoczniko-2,2'- i -3,3'-dwusulfonowy, benzydyna, kwas benzydyno-2,2'-dwusulfonowy, toolidyna, kwas toolidyno-2,2'-dwusulfonowy, 4,4'-dwuaminodwufenylocykloheksan, 4,4'-dwuaminodwufenylo-
 5 metan, kwas 4,4'-dwuaminodwufenylometano-3,3'-dwusulfonowy, kwas 4,4'-dwuaminodwufenylometano-2,2'-dwusulfonowy, 4,4'-dwuaminodwufenylosiarczek, 4,4'-dwuaminodwufenylo-3,3'-dwusulfosiarczek, 4,4'-dwuaminodwufenylosulfon, kwas 4,4'-dwuaminodwufenyloamino-2-sulfonowy 4,4'-dwuaminodwufenyloamina 4,4'-dwuaminodwufenylo-3,3'-dwusulfosulfon, 4,4'-dwuamino-2-sulfodwufenylosiarczek, 4,4'-dwuaminodwufenyloeter, 4,4'-dwuamino-3,3'-dwusulfodwufenyloeter, hydrazyna, piperidyna, 2,6-dwuaminonaftalen, kwas 2,6-dwuaminonaftaleno-1,5- i 4,8-dwusulfonowy, kwas 1,5-dwuaminonaftaleno-3,7-dwusulfonowy.

Jako dwuaminy o wzorze $H_2N-F-NH_2$ stosowane do wytwarzania związków o ogólnych wzorach 4, 7 i 8 stosuje się kwas 1,3-dwuaminobenzeno-4-sulfonowy, kwas 1,3-dwuaminobenzeno-4,6-dwusulfonowy, kwas 1,4-dwuaminobenzeno-2-sulfonowy, kwas 1,4-dwuaminobenzeno-2,5-dwusulfonowy, kwas 2,6-dwuaminonaftaleno-1,5- i -4,8-dwusulfonowy.

Hydrolizę pochodnych oksazolopirydonu-6 o wzorze ogólnym 6, korzystnie prowadzi się w środowisku wodnym w podwyższonej temperaturze, przy użyciu wodorotlenku sodowego, potasowego lub litowego.

Z uwagi na znaczną rozpuszczalność w wodzie powstałych w wyniku hydrolizy 1-(β -hydroksyetylo)-pirydonów-6 o ogólnym wzorze 5, korzystnym jest stosowanie wytworzonych składników biernych bez wydzielania ich ze środowiska reakcji.

Jako pochodne oksazolopirydonu-6 o ogólnym wzorze 6, stosowane do wytwarzania składników biernych przedstawionych ogólnym wzorem 5 korzystnie stosuje się 4,5-dwuhydrooksazolo-(2,3-a)-4-metylo-5-aminokarbonylo-
 30 pirydon-6, 4,5-dwuhydrooksazolo-(2,3-a)-4-fenilo-5-cyjanop- lub 5-aminokarbonylopirydon-6, 4,5-dwuhydrooksazolo-(2,3-a)-5-cyjanop- lub -5-aminokarbonylopirydon-6.

Sposób według wynalazku ilustrują nie ograniczając jego zakresu niżej podane przykłady, w których części i procenty oznaczają części i procenty wagowe, a stopnie temperatury podano w stopniach Celsjusza:

P r z y k ł a d I. 13,4 części kwasu 1,3-fenilenodwuamino-4,6-dwusulfonowego rozpuszcza się w 200 częściach wody i 4 częściach wodorotlenku sodowego. Otrzymany roztwór
 45 dodaje się szybko do zawiesiny 9,25 części chlorku cyjanuru w 100 częściach wody, 100 częściach lodu, 0,1 częściach Nektalu BX i miesza w ciągu 1—2 godzin w temperaturze 0—5° utrzymując wartość pH około 5. Po zakończeniu pierwszorzędowej kondensacji dodaje się 15 części 30% kwasu solnego i 25 części objętościowych 2n roztworu azotynu sodowego. Otrzymany związek dwuazoniowy wprowadza się do składnika biernego przygotowanego w następujący sposób: Do 200 części wody dodaje się 9,7
 50 części 4,5-dwuhydrooksazolo-(2,3-a)-4-metylo-5-aminokarbonylopirydonu-6, 4 części wodorotlenku sodowego w postaci 40% roztworu i ogrzewa w temperaturze 50—55° w czasie 2—3 godzin. Otrzymany roztwór 1-(β -hydroksyetylo)-3-aminokarbonylo-4-metylo-6-hydroksypirydonu-2 schładza się do temperatury 0—5° i spręga z wyżej otrzymanym związkiem dwuazoniowym. Reakcję sprzęgania prowadzi się w temperaturze 0—5° przy wartości pH około 7 przez stopniowe dodawanie 10% roztworu węglanu sodowego. Po zakończeniu sprzęgania do otrzymanego roztworu

4

dodaje się roztwór 9,25 części kwasu 4,4'-dwuaminostilbeno-2,2'-dwusulfonowego w 200 częściach wody o wartości pH 7,0 i miesza w temperaturze 35—40° w ciągu 2—3 godzin, utrzymując wartość pH 6—7 dodając węglanu sodowego. Otrzymany barwnik disazowy wysala się chlorkiem sodowym, odsącza i suszy. Stosując barwnik do barwienia bawełny i jedwabiu wiskozowego uzyskuje się żywy zielonkawo-żółty kolor, a wybarwienia charakteryzują się doskonałą odpornością na pranie i światło.

P r z y k ł a d II. Do roztworu 17,7 części soli dwusodowej 5-acetyloamino-2,4-dwusulfoaniliny i 3,5 części azotynu sodowego w 300 częściach wody, o temperaturze 0—5°, dodaje się 10 części 30% kwasu solnego i miesza w ciągu 1 godziny. Nadmiar kwasu azotawego usuwa się przez dodanie kwasu amidosulfonowego, po czym mieszaninę dodaje się do zimnego roztworu 1-(β -hydroksyetylo)-2-hydroksy-4-metylo-5-aminokarbonylopirydonu-6 wytworzonego przez hydrolizę 9,7 części 4,5-dwuhydrooksazolu-(2,3-a)-4-metylo-5-aminokarbonylopirydonu-6 sposobem opisanym w przykładzie I. Sprzęganie prowadzi się w temperaturze 0—5° w środowisku o wartości pH około 7. Po zakończeniu reakcji sprzęgania, mieszaninę zakwasza się stężonym kwasem solnym do uzyskania 2n roztworu i ogrzewa w temperaturze wrzenia 0,5—1 godziny, po czym schładza się i odsącza wytrącony osad barwnika aminoazowego. Otrzymaną pastę ponownie rozpuszcza się w 200 częściach wody przez dodanie węglanu sodowego do wartości pH 6—7, po czym otrzymany roztwór wkrapla się do zawiesiny 8,5 części chlorku cyjanuru w 200 częściach
 30 wody, 100 częściach lodu, 50 częściach acetonu i miesza w temperaturze 0—5° w ciągu 2—3 godzin, utrzymując wartość pH 6—7, za pomocą węglanu sodowego. Po zakończeniu kondensacji barwnik klaruje się z węglem aktywnym i do otrzymanego roztworu barwnika dwuchlorotriazynowego dodaje się roztwór 9,25 części kwasu 4,4'-dwuaminostilbeno-2,2'-dwusulfonowego w 200 częściach
 35 wody o wartości pH 7—0 i miesza w temperaturze 35—40° w ciągu 2—3 godzin, utrzymując wartość pH 6—7, dodając węglanu sodowego. Otrzymany barwnik disazowy wysala się chlorkiem sodowym i suszy. Otrzymuje się barwnik o własnościach jak opisano w przykładzie I.

Dalsze przykłady barwników otrzymywanych według wyżej podanego sposobu podano w tabeli 1. Barwniki te wytwarzano przez kondensację chlorku cyjanuru z dwuaminą wymienioną w kolumnie 2, zdwuazowanie wytworzonego produktu, sprzęganie ze składnikiem biernym wytworzonym przez alkaliczną hydrolizę oksazolopirydonów wymienionych w kolumnie 3 i następną kondensację otrzymanego barwnika dwuchlorotriazynowego z dwuaminą wymienioną w kolumnie 4. Otrzymane barwniki barwią włókna celulozowe na kolor wymieniony w kolumnie 5.

P r z y k ł a d LIX. Mieszaninę 18,5 części kwasu 6-acetyloamino-2-aminonaftaleno-4,8-dwusulfonowego i 16,5 części stężonego kwasu solnego w 250 częściach wody o temperaturze 0—5° dwuazuje się przez dodanie 26 części 2n roztworu azotynu sodowego. Mały nadmiar kwasu azotawego usuwa się przez dodanie kwasu amidosulfonowego i zawieszinę związku dwuazowego dodaje się do roztworu składnika biernego wytworzonego przez alkaliczną hydrolizę 9,7 części 4,5-dwuhydrooksazolo-(2,3-a)-4-metylo-5-aminokarbonylopirydonu-6 sposobem opisanym w przy-
 65 kładzie I.

Tabela 1

Przykład	Dwuamina	Oksazolopirydon-6	Dwuamina	Kolor
III	kwasy 1,3-dwuaminobenzeno-4,6-dwusulfonowy	4,5-dwuhydroksazolo- - (2,3-a)-4-metylo-5- -aminokarbonylopirydon-6	kwasy 4,4'-dwuamino- dwufenylomoczniko- -2,2'-dwusulfonowy	zielonkawo-żółty
IV	„	„	kwasy benzydyno-2,2'- -dwusulfonowy	„
V	„	„	kwasy 4,4'-dwuamino- dwufeniloamino-2-sul- fonowy	„
VI	kwasy 1,3-dwuaminobenzeno-4,6-dwusulfonowy	4,5-dwuhydroksazolo- - (2,3-a)-4-metylo-5- -aminokarbonylopirydon-6	kwasy 4,4'-dwuamino- dwufenoksyetano-2,2'- -dwusulfonowy	zielonkawo-żółty
VII	„	„	kwasy 4,4'-dwuaminodwu- fenylosulfonamido-2'- -sulfonowy	„
VIII	„	„	etylenodwuamina	„
IX	„	„	1,3-propylenodwuamina	„
X	„	„	hydrazyna	„
XI	„	„	β -hydroksyetyloetyleno- dwuamina	„
XII	„	„	piperazyna	„
XIII	„	„	m-fenilenodwuamina	„
XIV	„	„	p-fenilenodwuamina	„
XV	„	„	benzydina	„
XVI	kwasy 1,3-dwuaminobenzeno-4,6-dwusulfonowy	4,5-dwuhydroksazolo- - (2,3-a)-4-metylo-5- -aminokarbonylopirydon-6	4,4'-dwuaminodwufenylometyn	zielonkawo-żółty
XVII	„	„	4,4'-dwuaminodwufenylomocznik	„
XVIII	„	„	3,3'-dwuaminodwufenylomocznik	„
XIX	„	„	4,4'-dwuaminodwufenyloeter	„
XX	„	„	4,4'-dwuaminodwufenylosulfon	„
XXI	„	„	kwasy 1,3-fenilenodwuamino-4-sulfonowy	„
XXII	„	„	kwasy 1,4-fenilenodwuamino-2-sulfonowy	„
XXIII	kwasy 1,3-dwuamino-benzeno-4,6-dwusulfonowy	4,5-dwuhydroksazolo- (2,3-a)-4-metylo-5- -aminokarbonylopirydon-6	kwasy 1,3-fenilenodwuamino-4,6-dwusulfonowy	zielonkawo-żółty
XXIV	„	„	kwasy 2,6-dwuamino-naftaleno-4,8-dwusulfonowy	„
XXV	„	„	kwasy 1,5-dwuamino-naftaleno-3,7-dwusulfonowy	„
XXVI	„	4,5-dwuhydroksazolo- - (2,3-a)-4-metylo-5- -cyjanopirydon-6	kwasy 4,4'-dwuaminostilbeno-2,2'-dwusulfonowy	żółty
XXVII	kwasy 1,3-dwuamino-benzeno-4-sulfonowy	„	„	czerwono-żółty
XXVIII	kwasy 1,3-dwuamino-benzeno-4-sulfonowy	4,5-dwuhydroksazolo- - (2,3-a)-4-metylo-5- -cyjanopirydon-6	kwasy 1,3-fenylodwuamino-4-sulfonowy	czerwono-żółty
XXIX	kwasy 1,4-fenilenodwuamino-2-sulfonowy	„	„	„

1	2	3	4	5
XXX	„	„	kwasy 4,4'-dwaamino- stilbeno-2,2'-dwusul- fonowy	„
XXXI	„	„	kwasy 1,3-fenilenodwu- amino-4-sulfonowy	„
XXXII	kwasy 1,3-dwaamino- benzeno-4-sulfonowy	4,5-dwuhydrooksazolo- - (2,3-a)-4-metylo-5- -aminokarbonylopiry- don-6	kwasy 4,4'-dwaamino- stilbeno-2,2'-dwusulfo- nowy	żółty
XXXIII	kwasy 1,3-dwaaminoben- zeno-4-sulfonowy	4,5-dwuhydrooksazolo- - (2,3-a)-4-metylo-5- -aminokarbonylopiry- don-6	kwasy 4,4'-dwaaminodwu- fenyloamino-2-sulfonowy	żółty
XXXIV	„	„	kwasy 2,6-dwaamino- tolueno-4-sulfonowy	„
XXXV	„	„	etylenodwuamina	„
XXXVI	„	„	kwasy 1,3-fenilenodwu- amino-4-sulfonowy	„
XXXVII	kwasy 1,4-dwaaminoben- zeno-2-sulfonowy	„	kwasy 1,3-fenilenodwu- amino-4-sulfonowy	czerwono-żółty
XXXVIII	„	„	2,2'-dwusulfobenzydyna	„
XXXIX	„	„	kwasy 4,4'-dwaaminodwu- fenylosulfonamido-2'- -sulfonowy	„
XL	kwasy 1,4-dwaaminoben- zeno-2-sulfonowy	4,5-dwuhydrooksazolo- - (2,3-a)-4-metylo-5- -aminokarbonylopiry- don-6	kwasy 4,4'-dwaaminodwu- fenyloamino-2,2'- -dwusulfonowy	czerwono-żółty
XLI	kwasy 1,4-dwaaminoben- zeno-2,5-dwusulfonowy	„	etylenodwuamina	„
XLII	„	„	p-fenilenodwuamina	„
XLIII	„	„	kwasy 4,4'-dwaaminostil- beno-2,2'-dwusulfonowy	„
XLIV	„	„	4,4'-dwaaminodwufe- nylomocznik	„
XLV	„	„	kwasy 1,3-fenilenodwu- amino-4-sulfonowy	„
XLVI	kwasy 1,4-dwaamino- benzeno-2,5-dwusul- fonowy	4,5-dwuhydrooksazolo- - (2,3-a)-4-metylo-5- -cyjanopirydon-6	kwasy 1,3-fenilenodwu- amino-4-sulfonowy	czerwono-żółty
XLVII	kwasy 1,3-dwaaminoben- zeno-4,6-dwusulfonowy	4,5-dwuhydrooksazolo- - (2,3-a)-4-fenilo-5- -aminokarbonylopiry- don-6	m-fenilenodwuamina	zielono-żółty
XLVIII	„	„	sześcimetylenodwu- amina	„
XLIX	„	„	kwasy 1,3-fenilenodwu- amino-4-sulfonowy	„
L	„	„	kwasy 4,4'-dwaaminostil- beno-2,2'-dwusulfonowy	„
LI	„	4,5-dwuhydrooksazolo- - (2,3-a)-5-aminokarbo- nylopirydon-6	„	„
LII	kwasy 1,3-dwaamino- benzeno-4,6-dwusulfo- nowy	4,5-dwuhydrooksazolo- - (2,3-a)-5-cyjanopiry- don-6	kwasy 4,4'-dwaaminostil- beno-2,2'-dwusulfonowy	żółty
LIII	„	4,5-dwuhydrooksazolo- - (2,3-a)-4-metylopiry- don-6	„	zielono-żółty
LIV	„	„	kwasy 1,3-fenilenodwu- amino-4-sulfonowy	„

1	2	3	4	5
LV	„	4,5-dwuhydrooksazolo- -(2,3-a)-4-metylo-5- -aminokarbonylopi- rydon-6	4,4'-dwuaminodwufe- nylosiarczek	„
LVI	„	„	4,4'-dwuaminodwufeny- lo-3'3'-dwusulfosiarczek	„
LVII	„	„	4,4'-dwuaminodwufeny- locykloheksanon	„
LVIII	kwas 1,3-dwuaminoben- zeno-4,6-dwusulfonowy	4,5-dwuhydrooksazolo- -(2,3-a)-4-metylo-5- -aminokarbonylopi- rydon-6	kwas 4,4'-dwuaminodwu- fenyloetano-2,2'-dwu- sulfonowy	zielono-żółty

Sprzęganie prowadzi się w temperaturze 0—5° przy wartości pH 7,0. Otrzymany związek monoazowy odsąca się i suszy w temperaturze 40° pod zmniejszonym ciśnieniem. 34,8 części związku azowego, otrzymanego wyżej, miesza się z 1100 częściami wody i pod chłodnicą zwrotną ogrzewa do temperatury wrzenia, po czym do mieszaniny dodaje się 250 części stężonego kwasu solnego i ogrzewa w temperaturze wrzenia w ciągu 45 minut. Mieszaninę oziębia się do temperatury 10°, następnie wytrącony związek aminoazowy odsąca się, przemywa 250 częściami wody i suszy. Do roztworu 21,6 części związku aminoazowego otrzymanego wyżej, rozpuszczonego w 600 częściach wody o temperaturze 0° i o wartości pH 7,0, dodaje się roztwór 7,4 części chlorku cyjanuru w 80 częściach acetonu i prowadzi kondensację utrzymując wartość pH 5—7, przez wkraplanie 4% roztworu wodorotlenku sodowego. Miesza około 1 godziny do zaniku wolnych grup aminowych. Do wytworzonego barwnika dwuchlorotriazynowego dodaje się roztwór 8,3 części soli dwusodowej kwasu 4,4'-dwuaminostilbeno-2,2'-dwusulfonowego w 100 częściach wody. Mieszaninę reakcyjną ogrzewa się w temperaturze 40—45° w czasie 5 godzin, utrzymując wartość pH 7—7,5, przez stopniowe wkraplanie 10% roztworu węglanu sodowego. Po zakończeniu reakcji, barwnik wysala się chlorkiem sodowym, odsąca i suszy. Otrzymany barwnik reaktywny disazowy, barwi włókno celulozowe z kąpieli alkalicznej na kolor pomarańczowy o doskonałej odporności na pranie i działanie światła.

Przykład LX. 5,36 części kwasu 1,3-dwuaminobenzeno-4,6-dwusulfonowego rozpuszcza się w 25 częściach wody i neutralizuje wodorotlenkiem sodowym do ozięgnięcia i wartości pH około 5. Otrzymany roztwór wlewa się szybko do zawiesiny 3,9 części chlorku cyjanuru w 15 częściach wody, 30 częściach lodu, 0,05 częściach Nektalu BX i miesza około 2 godzin utrzymując wartość pH 3,5—4,0 przez stopniowe dodawanie węglanu sodowego. Po zakończeniu pierwszorzędowej kondensacji dodaje się 6 części 30% roztworu kwasu solnego i dwuazuje dodając roztwór zawierający 1,4 części azotynu sodowego. Miesza około 1 godziny, usuwa nadmiar kwasu azotawego przez dodanie kwasu amidosulfonowego.

Otrzymaną zawiesinę związku dwuazoniowego wprowadza się do składnika biernego przygotowanego w następujący sposób: Do 50 części wody dodaje się 3,9 części 4,5-dwuhydrooksazolo-(2,3-a)-4-metylo-5-aminokarbonylopi-rydonu-6 1,1 części wodorotlenku sodowego i ogrzewa

w temperaturze 50—55° w czasie 2—3 godzin, schładza do temperatury 0—5°.

Reakcję sprzęgania prowadzi się przy wartości pH około 7. Do otrzymanego barwnika dwuchlorotriazynowego dodaje się roztwór 4,2 części soli sodowej kwasu 1,3-dwuaminobenzeno-4-sulfonowego i ogrzewa do temperatury 35—40° utrzymując wartość pH 7,0—7,2 przez stopniowe dodawanie roztworu węglanu sodowego. Po zakończeniu reakcji kondensacji barwnik wysala się chlorkiem potasowym i sączy. Otrzymaną pastę barwnika rozpuszcza się w 400 częściach wody i dodaje się roztwór 13,0 części soli dwusodowej barwnika dwuchlorotriazynowego w 150 częściach wody, otrzymanego jak opisano w pierwszej części tego przykładu. Mieszaninę podgrzewa się do temperatury 40—50° i miesza do zaniku barwnika dwuchlorotriazynowego utrzymując wartość pH 7,0—7,5 przez stopniowe wprowadzanie roztworu węglanu sodowego. Po zakończeniu kondensacji roztwór filtruje się z węglem aktywnym i wysala barwnik chlorkiem potasowym, filtruje a suszy.

Wytworzony barwnik, barwi wyroby z włókien celulozowych na kolor zielonkawo-żółty o doskonałej odporności na światło i czynniki mokre.

Przykład LXI. 18,1 części soli trójpotasowej barwnika aminomonochlorotriazynowego otrzymanego sposobem opisanym w pierwszej części przykładu LX, przez pierwszorzędową kondensację chlorku cyjanuru z kwasem 1,3-dwuaminobenzeno-4,6-dwusulfonowym, dwuazowanie, sprzęganie z 1-β-hydroksyetylo-2-hydroksy-4-metylo-5-aminokarbonylopi-rydonem-6 i drugorzędową kondensację z kwasem 1,3-dwuaminobenzeno-4-sulfonowym, rozpuszcza się w 400 częściach wody i wprowadza do zawiesiny 3,7 części chlorku cyjanuru w 10 częściach wody i 50 częściach lodu. Kondensację prowadzi się w temperaturze 0—5° przy wartości pH = 7 do zaniku wolnej grupy aminowej. Po zakończeniu kondensacji do mieszaniny reakcyjnej dodaje się roztwór 10,42 części soli dwusodowej barwnika aminoazowego w 100 częściach wody, wytworzonego jak opisano w pierwszej części przykładu II. Mieszaninę podgrzewa się do temperatury 40—50° i miesza do zaniku barwnika aminoazowego, utrzymując wartość pH 7,0—7,5 przez stopniowe wprowadzanie roztworu węglanu sodowego. Po zakończeniu kondensacji roztwór filtruje się z węglem aktywnym, wysala barwnik chlorkiem potasowym, odsąca i suszy. Wytworzony barwnik, barwi wyroby z włókien celulozowych na kolor zielonkawo-żółty o wysokich odpornościach na światło i czynniki mokre.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania nowych barwników reaktywnych disazowych o ogólnym wzorze 1, w którym B oznacza wiązanie bezpośrednie lub rodnik alkilenowy, fenyłowy, naftylenowy, dwucykliczny z grupy benzenu lub dwurodnik o ogólnym wzorze 2, w którym Z oznacza atom tlenu, siarki lub grupę aulfonową aminową, $-\text{CH}_2-$, $-\text{CH}_2\text{CH}_2-$, $-\text{CH}=\text{CH}-$, $-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$, $-\text{NHCO}-$, $\text{NHCONH}-$, Q i Q¹ oznaczają niezależnie od siebie atomy wodoru lub grupy sulfonowe, a A oznacza resztę barwnika monoazowego o ogólnym wzorze 3, w którym F oznacza rodnik benzenowy lub naftalenowy zawierający co najmniej jedną grupę sulfonową, X oznacza atom wodoru lub grupę cy-

janową, aminokarbonylową, Y oznacza atom wodoru, grupę metylową lub fenyłową, **znamienny tym**, że 2 mole barwnika dwuchlorotriazynowego o ogólnym wzorze 4, w którym symbole F, X, Y mają wyżej podane znaczenie, 5 poddaje się reakcji kondensacji w środowisku wodnym z 1 molem dwuaminy o wzorze $\text{H}_2\text{N}-\text{B}-\text{NH}_2$, w którym B ma wyżej podane znaczenie, przy czym do wytwarzania barwników o ogólnym wzorze 4, stosuje się jako składniki biern: pochodne pirydonu-6 o ogólnym wzorze 5, w którym symbole X i Y mają wyżej podane znaczenie, otrzymane przez alkaliczną hydrolizę oksazolopirydonów o ogólnym wzorze 6, w którym symbole X i Y mają wyżej podane znaczenie.

