



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 10.VI.1966 (P 115 019)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 20.XII.1968

Kl. 22 ~~1, 2/02~~

a, 3/74

MKP C 09 b

3/94

UKD

Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Marian Ignatowicz, mgr inż. Jan
Zimnicki, mgr inż. Eugeniusz Cieślak

Właściciel patentu: Zakłady Przemysłu Barwników „Boruta” Zgierz
(Polska)

Sposób wytwarzania cyklicznych eterów pochodnych wiolantronu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania cyklicznych eterów pochodnych wiolantronu, będących barwnikami kadziowymi.

Znane są barwniki kadziowe pochodne eterowe 16,17-dwuhydroksywiolantronu, w którym wodory grup hydroksylowych zastąpiono grupami alkilowymi, najczęściej grupą metylową lub etylową. Tego typu pochodne eterowe wiolantronu stanowią trwałe barwniki, barwiące włókna celulozowe na różne odcienie zieleni.

Znane są również barwniki kadziowe pochodne eterowe 16,17-dwuhydroksywiolantronu, w których reszty alkilowe stojące przy tlenie połączone są wiązaniem chemicznym, tworząc ośmioczłonowy układ cykliczny. Barwniki te barwią włókna celulozowe w różnych, niezbyt żywych odcieniach błękitu.

Stwierdzono, że przez eteryfikowanie 16,17-dwuhydroksywiolantronu lub mieszaniny jego z 16,17-dwuoksowiolantronem w obecności chlorku cynowego za pomocą ketonów alifatycznych o wzorze $X_2CYCOCH_2Z$, w którym X oznacza halogen, a Y i Z wodór lub halogen, w kwasie siarkowym w temperaturze pokojowej lub podwyższonej do 100°C, otrzymuje się barwniki kadziowe, barwiące włókna celulozowe na jaskrawe, głębokie błękity o wybitnych trwałościach, o ogólnym wzorze 1, w którym X, Y, Z mają wyżej podane znaczenia.

Przykład I. Do 190 g kwasu siarkowego dodaje się 10 g 16,17-dwuhydroksywiolantronu w

2

temperaturze do 30°C i miesza do całkowitego rozpuszczenia, po czym wkrapla się w temperaturze pokojowej 6,1 g 1,1-dwuchloroacetonu i miesza do zaniku wolnego dwuhydroksywiolantronu. Masę reakcyjną wylewa się na lód i po wymieszaniu w temperaturze pokojowej odsącza się wydzielony osad, przemywając go na sączku wodą. Następnie osad wprowadza się do 1 litra wody i miesza w ciągu 1—2 godzin w temperaturze wrzenia, sączy na gorąco i przemywa gorącą wodą aż do otrzymania bezbarwnego przesączu. Otrzymuje się około 10 g barwnika kadziowego, który barwi włókna celulozowe na ciemny błękit o wybitnych trwałościach.

Przykład II. 10 g mieszaniny 16,17-dwuhydroksywiolantronu z 16,17-dwuoksowiolantronem dodaje się do 190 g kwasu siarkowego w temperaturze 30°C i miesza do całkowitego rozpuszczenia, po czym dodaje się 1,5—2,5 g chlorku cynowego i po wymieszaniu wkrapla się w temperaturze pokojowej 6,1 g 1,1-dwuchloroacetonu, miesza dalej do zaniku wolnego 16,17-dwuhydroksywiolantronu. Dalszy tok postępowania jak w przykładzie I.

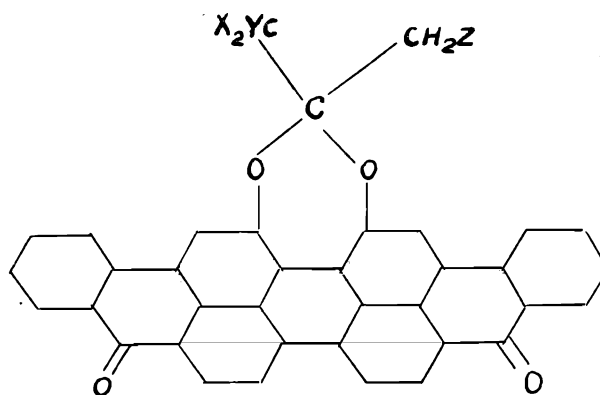
Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania cyklicznych eterów, pochodnych wiolantronu o wzorze ogólnym 1, w którym X oznacza halogen, a Y i Z oznaczają

wodory lub halogeny **znamienny tym**, że 16,17-dwuhydroksywiolantron lub mieszaninę jego z 16,17-dwuoksowiolantronem poddaje się reakcji z ketonem o wzorze $X_2CYCOCH_2Z$, w którym X, Y, Z mają wyżej podane znaczenie, w środowisku kwasu siarkowego w podwyższonej temperaturze, przy czym w przypadku użycia

mieszaniny 16,17-dwuhydroksywiolantronu z 16,17-dwuoksowiolantronem reakcję prowadzi się w obecności chlorku cynawego.

2. Sposób według zastrz. 1 **znamienny tym**, że reakcję prowadzi się w temperaturze do 100°C w środowisku kwasu siarkowego o stężeniu powyżej 60% lub oleum.



Wzór 1