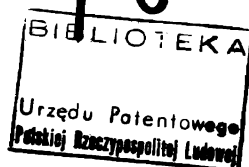


Opublikowano dnia 17 kwietnia 1963 r.

009662/08



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 46790

Kl. 22 a, # 62/08
Kl. internat. C 09 b

VEB Farbenfabrik Wolfen*)

Wolfen, Niemiecka Republika Demokratyczna

Sposób wytwarzania barwników monoazowych

Patent trwa od dnia 19 grudnia 1960 r.

Pierwszeństwo: 10 lutego 1960 r. (Niemiecka Republika Demokratyczna).

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania nowych, nierozpuszczalnych w wodzie, barwników monoazowych, które szczególnie nadają się do barwienia poliamidów.

Znane są obecnie barwniki reaktywne do barwienia włókien celulozowych, które otrzymuje się z barwnika monoazowego, chlorku cyjanuru i aminy i posiadają na przykład wzór 1, gdzie R_1 R_2 oznaczają reszty węglowodorowe, które mogą zawierać dalsze podstawniki.

Barwniki takie są rozpuszczalne w wodzie i nadają się dobrze do barwienia bawełny i włókien ciętych. Ze względu na ich rozpuszczalność w wodzie mniej nadają się one do barwienia włókien poliamidowych. Wynalazek dotyczy więc otrzymywania nierozpuszczalnych w wo-

dzie barwników reaktywnych, przeznaczonych do barwienia poliamidów. Udaje się to przez zastosowanie do wytwarzania barwników reaktywnych z barwników monoazowych, chlorku cyjanuru i aminy nie posiadającej grup nadających rozpuszczalność w wodzie takich jak SO_3H i $-COOH$. Postępuje się przy tym w ten sposób, że barwniki monoazowe z wolną grupą aminową pierwszo- lub drugorzędową (lub podstawnikami dającymi się przeprowadzić w takie grupy) o ogólnym wzorze



kondensuje się z pierwotnymi produktami kondensacji chlorku kwasu cyjanuru i związków alifatycznych, aromatycznych i hydroaromatycznych posiadających pierwszorzędowe lub drugorzędowe grupy aminowe, np. z metyloaminą, etyloaminą, monoetanoloaminą, dwuetanoloaminą, esterem monoetanoloaminowym kwasu octo-

* Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są dpl. chem. Gizela Selter i dpl. chem. Gerhard Knöchel.

wego, cykloheksyloaminą, kwasem aminooctowym, estrami kwasu aminooctowego, kwasem β -aminopropionowym, estrami kwasu β -aminopropionowego, dwuetyloaminą, metyloaniliną, oksyetyloaniliną.

W podanym wzorze R_1 oznacza węglowódor aromatyczny, np. benzen, który może zawierać jeszcze podstawniki $-\text{Cl}$, $-\text{Br}$, i/albo $-\text{NO}_2$; R_2 oznacza aromatyczny węglowódor np. benzen lub związek heterocykliczny np. pirazon, który może jeszcze zawierać podstawniki $-\text{Cl}$, $-\text{CH}_3$, i/albo $-\text{OCH}_3$; R_3 oznacza $-\text{H}$, $-\text{CH}_3$, $-\text{C}_2\text{H}_5$, $-\text{CH}_2$, $-\text{CH}_2\text{OH}$, $-\text{CH}_2$, $-\text{CH}_2$, $-\text{COO}-\text{CH}_3$, $-\text{CH}_2$, $-\text{CH}_2$, $-\text{COOC}_2\text{H}_5$ lub $-\text{CH}_2$, $-\text{COOC}_2\text{H}_5$.

Barwniki monoazowe otrzymuje się w znany w zasadzie sposób. Kondensację chlorku kwasu cyjanuru z wymienionymi związkami aminowymi i barwnikiem prowadzi się najlepiej w środowisku wodnym z dodatkiem środków emulgujących lub dyspergujących. Nie jest wskazane prowadzenie reakcji w rozpuszczalnikach organicznych takich, jak aceton.

Otrzymane barwniki wykazują dobrą trwałość ogólną, wybarwień, dobrą trwałość na mokro i bardzo dobrą zdolność egalizacji na włóknach poliamidowych.

Przykład I. 13,8 części wagowych p-nitroaniliny dwuazuje się w zwykły sposób i sprzęga się z 9,6 częściami wagowymi m-toluidyny otrzymując barwnik monoazowy. 18,2 części wagowe chlorku cyjanuru zwilża się przy temperaturze 0° do 5°C 200 częściami wagowymi wody z dodatkiem środka emulgującego lub dyspergującego uzyskanego przez kondensację kwasu naftalenosulfonowego i formaldehydu i dodaje 6,1 części wagowych monoetanolaminy rozpuszczonej w rozcieńczonym roztworze sody. Po zakończonej reakcji daje się barwnik zwilżony 400 częściami wagowymi wody i ogrzewa się w temperaturze 35° do 40°C . Po krótkim czasie reakcja jest zakończona. Barwnik odsąca się. Barwi on włókna poliamidowe na czysty czerwono-brunatny odcień.

Przykład II. 9,3 części wagowe aniliny dwuazuje się w zwykły sposób i sprzęga się z 18,9 częściami wagowymi aminofenylo-metylopirazonu. 18,2 części wagowe chlorku cyjanuru zwilża się w temperaturze 0 — 5°C 200 częściami wagowymi wody z dodatkiem środka emulgującego lub dyspergującego uzyskanego przez

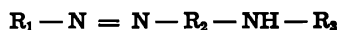
kondensację kwasu naftalenosulfonowego i formaldehydu i zadaje 9,3 częściami wagowymi aniliny, rozpuszczonej w rozcieńczonym roztworze sody. Po zakończeniu reakcji dodaje się barwnik zwilżony 400 częściami wagowymi wody i podgrzewa do 35 — 40°C . Po krótkim czasie reakcja jest zakończona. Otrzymany barwnik barwi włókna poliamidowe na czysty żółty odcień.

Przykład III. 17,2 części wagowych 2-chloro-4-nitroaniliny dwuazuje się w zwykły sposób i sprzęga z 9,6 częściami wagowymi m-toluidyny. 18,2 części wagowych chlorku cyjanuru zwilża się przy temperaturze 0 do 5°C 200 częściami wagowymi wody z dodatkiem środka emulgującego lub dyspergującego takiego, jak w przykładzie I i II i zadaje 3,1 częściami wagowymi metyloaminy rozpuszczonej w rozcieńczonym roztworze sody. Po zakończeniu reakcji dodaje się barwnik zwilżony 400 częściami wagowymi wody i podgrzewa do 35 — 40°C . Reakcja kończy się po krótkim czasie. Otrzymany barwnik barwi włókna poliamidowe na kolor bordo.

Przykład IV. 13,8 części wagowych p-nitroaniliny dwuazuje się w zwykły sposób i sprzęga z 21,7 częściami wagowymi kwasu o-anizydyno- ω -metanosulfonowego o wzorze 2. Otrzymany barwnik zmydla się. 18,2 części wagowe chlorku cyjanuru rozpuszcza się w 100 częściach wagowych acetonu. Roztwór ten wlewa się do 250 części wagowych wody z lodem. Do tej zawiesiny dodaje się przy temperaturze 0 do 5°C 6,1 części wagowych monoetanolaminy, rozpuszczonej w rozcieńczonym roztworze sody. Po zakończonej kondensacji dodaje się barwnik zwilżony 400 częściami wagowymi wody i podgrzewa do 35 — 40°C . Barwnik barwi włókna poliamidowe na odcień czerwony.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania barwników monoazowych, znamienny tym, że barwniki monoazowe posiadające wolną pierwszo- lub drugorzędową grupę aminową lub podstawniki dające się przeprowadzić w takie grupy, o ogólnym wzorze



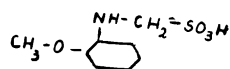
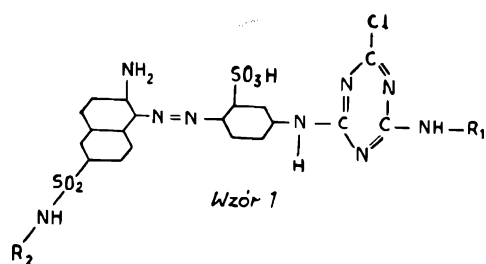
w którym R_1 oznacza resztę węglowodoru aromatycznego, na przykład resztę benzenową, która może zawierać podstawniki $-\text{Cl}$, $-\text{H}$,

—BrH i/lub —NO₂ i R₂ — resztę węglowodoru aromatycznego, na przykład benzenową, lub heterocykliczną, taką jak reszta piroazonowa, która może zawierać podstawniki —Cl, —CH₃ i/lub —OCH₃, a R₃ oznacza —H, —CH₃, —C₂H₅, —CH₂—CH₂—OH, —CH₂—CH₂—COO—CH₃, —CH₂—CH₂—COOC₂H₅ lub —CH₂—COOC₂H₅, poddaje się reakcji z produktem kondensacji chlorku

cyjanuru i alifatycznych lub hydroaromatycznych związków, zawierających pierwszorzędowe lub drugorzędowe grupy aminowe.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że reakcję sprzęgania prowadzi się w środowisku wodnym.

VEB Farbenfabrik Wolfen
Zastępca: dr Andrzej Au
rzecznik patentowy



BIBLIOTEKA
Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej