



URZĄD
PATENTOWY
PRL

Patent dodatkowy
do patentu nr———

Int. Cl.³ C09B 47/04

Zgłoszono: 80 12 15 (P. 228485)

Pierwszeństwo ———

Zgłoszenie ogłoszono: 82 06 21

Opis patentowy opublikowano: 1985.09.30



Twórcy wynalazku: Janina Gronowska, Mirosław Kazimierczak, Ryszard Czołpiński,
Krystyna Wielgus, Stanisław Janowski

Uprawniony z patentu: Uniwersytet Mikołaja Kopernika,
Toruń (Polska)

Sposób wytwarzania nowych, rozpuszczalnych w wodzie reaktywnych barwników ftalocyjaninowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nowych, rozpuszczalnych w wodzie reaktywnych barwników ftalocyjaninowych o ogólnym wzorze 1, w którym MeFt oznacza ftalocyjaninę metalu, R_1 oznacza atom wodoru, grupę metylową, alkoksylową, R_2 i R_3 oznaczają jednocześnie atom wodoru lub resztę alkoholi alifatycznych, n liczbę od 1–2, a m liczbę od 1 do 2, przy czym suma $n + m \geq 3$.

Barwniki wytworzone sposobem według wynalazku przeznaczone są do farbowania celulozowych materiałów tekstylnych, takich jak bawełna, len, jedwab wiskozowy oraz materiałów proteinowych jak wełna czy włókna poliamidowe.

Stwierdzono, że przez wprowadzenie do cząsteczki barwnika reaktywnego jako moderatora pochodnych aminometylenosulfonowych otrzymuje się nowe barwniki, charakteryzujące się wysoką reaktywnością i stopniem związania barwnika z włóknem oraz bardzo dobrą odpornością na obróbkę moką.

Sposobem według wynalazku nowe, rozpuszczalne w wodzie reaktywne barwniki ftalocyjaninowe o ogólnym wzorze 1 wytwarza się w wyniku reakcji kondensacji związków o ogólnym wzorze 2, w którym MeFt, n i m mają wyżej podane znaczenie, z aminami aromatycznymi o ogólnym wzorze 3, w którym R_1 i R_2 mają wyżej podane znaczenie. Proces kondensacji prowadzi się w obecności związków wiążących kwas, korzystnie 20% roztworu węglanu sodowego w temperaturze 273–278 K przy $pH = 7,5 \div 8,5$.

Związki wyjściowe o ogólnym wzorze 2, w którym MeFt, n i m mają wyżej podane znaczenie, wytwarza się poddając reakcji kondensacji polisulfochloroftalocyjaniny metalu z kwasami dwuaminofenylosulfonowymi, a następnie z 2,4,6-trójkloro-s-triazyną ogólnie znanymi metodami. Przedmiotowe barwniki wyodrębnia się w postaci soli sodowej lub potasowej, przez dodanie do mieszaniny poreakcyjnej chlorku sodowego lub potasowego, odsączenie oraz wysuszenie powstałego osadu. Wytworzone sposobem według wynalazku barwniki charakteryzują się wysoką reaktywnością przy równoczesnym stopniu związania z włóknem wynoszącym 70–80%. Ponadto wykazują one wysoką czystość odcieni, bardzo dobrą odporność na światło i obróbkę moką.

Przedmiot wynalazku nie ograniczając jego zakresu bliżej określają poniższe przykłady, w których części podano wagowo.

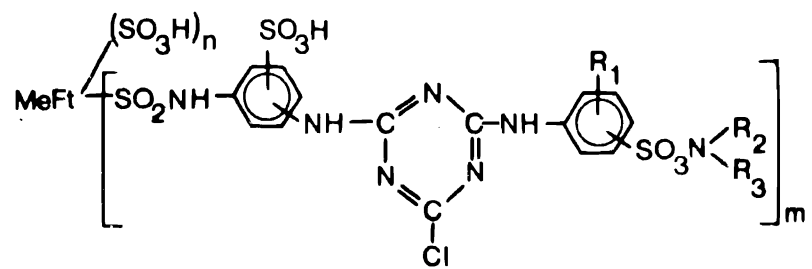
Przykład I. 0,1 mola barwnika o ogólnym wzorze 2, otrzymanego przez chlorosulfonowanie 57,6 części ftalocyjaniny miedzi, a następnie kondensację polisulfochlorku ftalocyjaniny miedzi z 30 częściami kwasu 1,3-dwuaminobenzeno-4-sulfonowego oraz z 36,8 częściami 2,4,6-tróchloro-s-triazyny znanymi sposobami. Do uzyskanej mieszaniny reakcyjnej dodaje się 45,2 części N,N-dwuetanolosulfamido-p-aniliny rozpuszczonej w 600 częściach wody o temperaturze 333 K, prowadząc proces kondensacji przez okres 8–12 godzin w temperaturze 313–333 K przy $\text{pH} = 7,5\text{--}8,5$, stosując do zobojętnienia wydzielającego się kwasu solnego 20-% roztwór węgla sodowego. Otrzymany barwnik wysala się z mieszaniny poreakcyjnej dodając 120 części chlorku sodowego, a następnie wyodrębnia przez chłodzenie do temperatury 298 K, odfiltrowanie i wysuszenie w temperaturze 343–353 K. W wyniku przeprowadzonej syntezy otrzymuje się $120 \div 140$ części barwnika utrwalającego się na włóknie celulozowym na kolor turkusowy z wydajnością $70 \div 80\%$, najkorzystniej wobec $10 \div 15$ g kwaśnego węgla sodowego na 1 kg farby drukarskiej.

Przykład II. 0,1 mola barwnika o ogólnym wzorze 2, otrzymanego przez chlorosulfonowanie 57,6 części ftalocyjaniny miedzi, a następnie przez kondensację polisulfochlorku ftalocyjaniny miedzi z 28 częściami kwasu 1,4-dwuaminobenzeno-3-sulfonowego oraz z 36,8 częściami 2,4,6-tróchloro-s-triazyny znanymi metodami. Do tak uzyskanej mieszaniny reakcyjnej dodaje się 45,2 części N,N-dwuetanolosulfoamido-p-aniliny rozpuszczonej w 600 częściach wody o temperaturze 333 K prowadząc proces kondensacji przez okres 8–12 godzin w temperaturze 313–333 K przy $\text{pH} = 7,5\text{--}8,5$ stosując do zobojętniania wydzielającego się kwasu solnego 20%-owy roztwór węgla sodowego. Otrzymany barwnik wyodrębnia się z mieszaniny poreakcyjnej identycznie jak w przykładzie I. W wyniku przeprowadzonej syntezy otrzymuje się $120 \div 140$ części barwnika utrwalającego się na włóknie celulozowym na kolor turkusowo-niebieski z wydajnością $70 \div 80\%$, najkorzystniej wobec 10–15 g kwaśnego węgla sodowego na 1 kg farby drukarskiej.

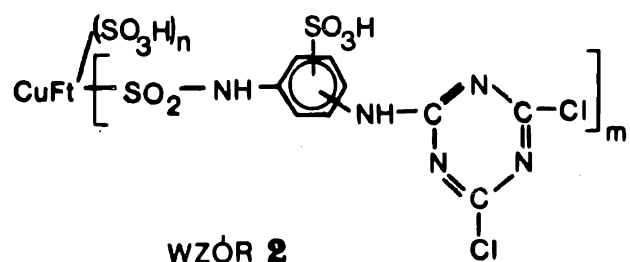
Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

1. Sposób wytwarzania nowych, rozpuszczalnych w wodzie reaktywnych barwników ftalocyjaninowych o ogólnym wzorze 1, w którym MeFt oznacza ftalocyjaninę metalu, R_1 oznacza atom wodoru, grupę metylową, alkoksylową, R_2 i R_3 oznaczają jednocześnie atom wodoru lub resztę alkoholi alifatycznych, n liczbę od 1–2, a m liczbę od 1–2, przy czym suma $n + m \geq 3$, **znamienny tym**, że związki o ogólnym wzorze 2, w którym MeFt, n i m mają wyżej podane znaczenie, poddaje się reakcji kondensacji z aminami aromatycznymi o ogólnym wzorze 3, w którym R_1 , R_2 i R_3 mają wyżej podane znaczenie.

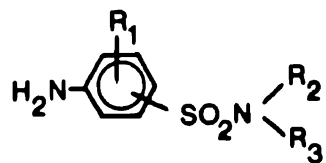
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że reakcję kondensacji prowadzi się przy $\text{pH} = 7,5 \div 8,5$, korzystnie w obecności wodnego roztworu węgla sodowego.



WZÓR 1



WZÓR 2



WZÓR 3