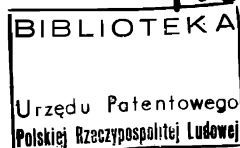


Opublikowano dnia 31 lipca 1963 r.

C09b 62/20



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 47072

Kl. 22 a, *
Kl. internat. C 09 b

62/20

Instytut Przemysłu Organicznego*)

Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania barwników reaktywnych rozpuszczalnych w wodzie

Patent trwa od dnia 8 czerwca 1962 r.

W znanych dotychczas barwnikach reaktywnych jako nośnik reaktywnego atomu chlorowca występuje często pierścień heterocykliczny 1,3,5-trójazyny i 1,3-dwuazyny. Atomy azotu uaktywniają atomy chlorowca związane z atomami węgla, dzięki czemu powstaje układ zdolny do reakcji wymiany.

Do syntezy barwników zawierających pierścień 1,3-dwuazyny stosuje się dotychczas wyłącznie 2,4,6-trójhalegeno-1,3-dwuazynę i 2,4,5,6-czterohalegeno-1,3-dwuazynę, przy czym związki te, zwłaszcza trójhalegenodwuazyna są słabiej reaktywne od pochodnych trójazynowych ze względu na mniejszą liczbę aktywujących atomów azotu.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są mgr inż. Czesław Sosnowski, doc. dr Marian Russocki i mgr Stanisław Wardyn.

W patencie nr 47072 opisany jest sposób wytwarzania barwników reaktywnych zawierających jako nośnik pierścień pirydyny uaktywniony dwiema grupami cyjanowymi w położeniu 3 i 5. Barwniki takie są przeważnie słabiej reaktywne od barwników zawierających pierścień dwu lub trójazynowy i wymagają nieco ostrzejszych warunków stosowania.

Według wynalazku wytwarza się nowe barwniki reaktywne, zawierające pierścień dwuazynowy, uaktywniony grupą cyjanową w położeniu 5, posiadające wzór ogólny 1 lub 2 w którym B oznacza resztę barwnika rozpuszczalnego w wodzie, m — mostek łączący nośnik z resztą barwnika, jak —NH—, —NR—, —O—, —S—, X — reaktywny atom chlorowca, które są bardziej reaktywne niż znane barwniki, oparte na dwuazynie i na pochodnych pirydynowych. Skutek ten związany jest z obecnością grupy cyjanowej spełniającej podobną rolę jak atom azotu pierścienia heterocyklicznego.

Sposób według wynalazku polega na tym, że dowolnego typu barwnik rozpuszczalny w wodzie lub półprodukt przeznaczony do jego syntezy, zawierający zdolną do acylowania grupę $-NH_2$, $-NHR$, $-SH$, kondensuje się z cyjanotrójchlorowco-dwuazyną. Kondensację prowadzi się w środowisku wodnym w obecności ogólnie stosowanych środków wiążących chlorowcowodór, jak soda, kwaśny węglan sodu, octan sodu itp.

Przykład I. 5,4 g soli sodowej błękitu, otrzymanego przez kondensację kwasu 1-amino-4-bromo-2-antrachinonosulfonowego z kwasem 2,4-dwuamino-benzenosulfonowym, rozpuszcza się w 250 ml wody z 0,55 g sody i wylewa się na acetonowy roztwór 2,3 g cyjanotrójchlorodwuazyny. Kondensację prowadzi się w temperaturze 35°C do zaniku wolnej grupy aminowej. Po wysoleniu i oziębieniu barwnik odsąca się i suszy. Otrzymuje się 4 g barwnika reaktywnego o wzorze 3, barwiącego intensywnie włókno celulozowe na żywy błękit.

Przykład II. 4,0 g barwnika, otrzymanego przez sprzęgnięcie anilidu kwasu octoowego ze zdwuazynowanym kwasem 2-amino-5-nitro-benzenosulfonowym i późniejszą redukcję alkaliczną miesza się z 200 ml wody i doprowadza wartość pH do 8—8,5 przez dodanie sody. Otrzymaną mieszaninę wylewa się na acetonowy roztwór 2,3 g cyjanotrójchlorowcodwuazyny. Kondensację prowadzi się w temperaturze 35°C do zaniku wolnej grupy aminowej przy pH w zakresie słabo alkalicznym. Po wysoleniu, oziębieniu, odsączeniu i wysuszeniu otrzymuje się 5 g barwnika o wzorze 4 barwiącego intensywnie włókno celulozowe na bardzo żywy zielonkawo-żółty kolor.

Przykład III. 5,0 g zasady różu helionowego BB (produkt sprzęgania kwasu 2-amino-8-hydroksy-6-naftalenosulfonowego ze zdwuazynowanym kwasem 2-amino-5-nitro-benzenosulfonowym i późniejszej redukcji) rozpuszcza się w 200 ml wody z 0,5 g sody. Roztwór barwnika wylewa się na acetonowy roztwór 2,3 g cyjanotrójchlorodwuazyny, miesza się w temperaturze 35°C do zaniku wolnej grupy aminowej przy

pH = 7,5—8. Po wysoleniu, oziębieniu, odsączeniu i wysuszeniu otrzymuje się 7,0 g barwnika o wzorze 5 intensywnie barwiącego włókno celulozowe na żywy czerwony kolor.

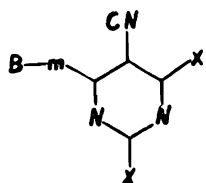
Przykład IV. 5,0 g kwasu 2,4-dwuamino-benzenosulfonowego rozpuszcza się w 75 ml wody, doprowadza do wartości pH około 7,5 przez dodanie sody i roztwór ten wylewa się na acetonowy roztwór 2,3 g cyjanotrójchlorodwuazyny. Kondensację prowadzi się w temperaturze 35°C do zaniku wolnego kwasu 2,4-dwuamino-benzenosulfonowego. Po ostudzeniu odsąca się jasno-szary produkt, który następnie dwuazuje się i sprzęga z kwasem N-acetylo-2-amino-5-hydroksy-7-naftalenosulfonowym według znanych sposobów. Otrzymuje się 7,0 g barwnika o wzorze 6, barwiącego włókna celulozowe na kolor żywo pomarańczowy.

Przykład V. 4,3 g kwasu 1-amino-8-hydroksy-3,6-naftaleno-dwusulfonowego rozpuszcza się w 12,5 ml wody z dodatkiem 1,0 g sody, po czym roztwór wylewa się do acetonowego roztworu 2,3 g cyjanotrójchlorodwuazyny. Kondensację prowadzi się w temperaturze 35°C do zaniku wolnej grupy aminowej, po czym otrzymany produkt oziębia się i odsąca. Następnie produkt kondensacji sprzęga się w znany sposób ze zdwuazynowanym kwasem 2-amino-benzenosulfonowym. Barwnik wysala się i odsąca. Otrzymuje się 8,0 g barwnika o wzorze 7. Barwnik ten barwi włókno celulozowe na żywy czerwony kolor.

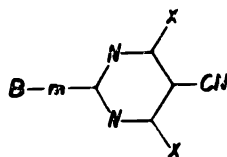
Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania barwników reaktywnych rozpuszczalnych w wodzie, zawierających pierścień dwuazynowy, znamieny tym, że dowolnego typu barwnik rozpuszczalny w wodzie lub półprodukt przeznaczony do jego syntezy, zawierający grupę zdolną do acylowania, kondensuje się z cyjano-trójchlorowcodwuazyną w środowisku wodnym w obecności związków wiążących chlorowcowodór.

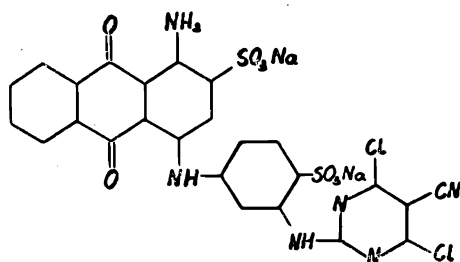
Instytut Przemysłu Organicznego
Zastępca: mgr inż. Aleksander Zetel
rzecznik patentowy



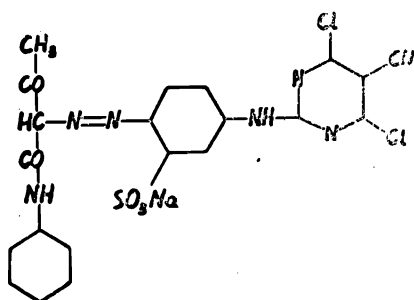
Wzór 1.



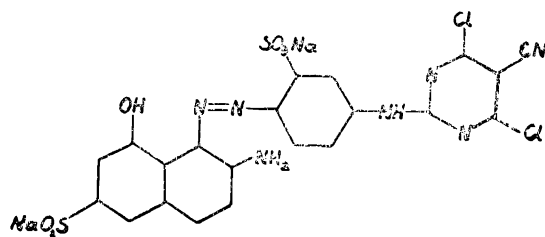
Wzór 2.



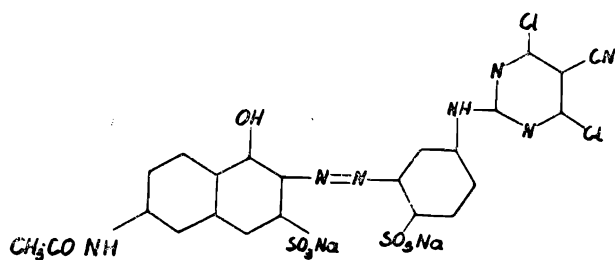
Wzór 3.



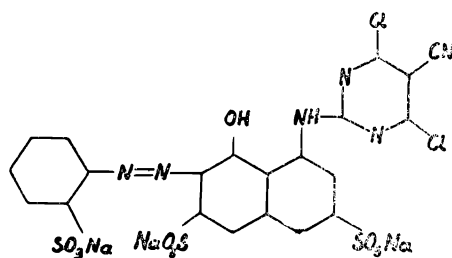
Wzór 4.



Wzór 5.



Wzór 6.



Wzór 7.