



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 80-08-30 (P. 226521)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 82-03-15

Opis patentowy opublikowano: 1985 12 31

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polski Patent nr 126294

Int. Cl.⁸ C09B 62/06

Twórcy wynalazku: Janina Gronowska, Mirosław Kazimierczak,
Stanisław Janowski, Ryszard Czolpiński

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

Sposób wytwarzania rozpuszczalnych w wodzie nowych reaktywnych barwników antrachinonowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania rozpuszczalnych w wodzie nowych reaktywnych barwników antrachinonowych o ogólnym wzorze 1, w którym X oznacza wodór lub grupę sulfonową. A oznacza dwupodstawioną resztę fenylową, stilbenową, dwufenylową zawierającą co najmniej jedną grupę sulfonową lub alkilową o 1—4 atomach węgla, R₁ oznacza wodór, chlor, grupę metylową lub alkoksylową, a R₂ i R₃ oznaczają jednocześnie wodór lub resztę alifatycznych alkoholi.

Barwniki te przeznaczone są do barwienia włókna celulozowego i proteinowego.

Sposobem według wynalazku rozpuszczalne w wodzie reaktywne barwniki antrachinonowe wytwarza się w ten sposób, że związki o ogólnym wzorze 2, w którym X i A mają wyżej podane znaczenie, poddaje się reakcji kondensacji z aminami aromatycznymi o ogólnym wzorze 3, w którym R₁, R₂ i R₃ ma wyżej podane znaczenie, w obecności środków wiążących kwas. Reakcję kondensacji prowadzi się w temperaturze 313—333 K przy pH = 7,5—8,5 aż do całkowitej wymiany jednego atomu chloru.

Związki wyjściowe o ogólnym wzorze 2 otrzymuje się poddając związek o ogólnym wzorze 4, w którym X i A mają wyżej podane znaczenie, reakcji kondensacji z 2,4,6-tróichloro-s-triazyną w temperaturze 273—283 K i pH 5—7,5 w obecności związków wiążących kwas.

Produkt reakcji wyodrębnia się z mieszaniny poreakcyjnej w znany sposób przez wysolenie, odfiltrowanie i wysuszenie w temperaturze 333—343 K lub wprowa-

2

dzenie mieszaniny do suszarni rozpyłowej z pominięciem etapu wysalania.

Otrzymane sposobem według wynalazku nowe barwniki charakteryzują się wysoką reaktywnością przy równoczesnym wysokim stopniu związane z włóknem wynoszącym 80—90%. Ponadto wykazują one wysoką czystość odcieni, bardzo dobrą trwałość na światło i bardzo dużą odporność na obróbkę moką. Przykłady, w których części podano wagowo, objaśniają wynalazek.

Przykład I. 49 części kwasu 1-amino-4-(4'-aminofenylamino)antrachinono-2,3'-dwusulfonowego rozpuszcza się w 550 częściach wody i dodaje do otrzymanej zawiesiny 18,4 części 2,4,6-tróichloro-s-triazyny w mieszaninie z 200 częściami lodu, 100 częściami wody, 2 częściami emulgatora w postaci soli sodowej siarczanu alkoholu tłuszczowego. Tak uzyskaną zawiesinę miesza się przez 3 godziny utrzymując temperaturę 278 K pH = 6,5. Po zakończeniu kondensacji do mieszaniny reakcyjnej dodaje się 22 części N,N-dwuetynosulfoamido-m-aniliny rozpuszczonej w 250 częściach wody i prowadzi reakcję kondensacji przez okres 11 godzin utrzymując temperaturę 323 K i pH = 8,0. Produkt reakcji wyodrębnia się z mieszaniny poreakcyjnej przez dodanie 250 części chlorku sodowego, odfiltrowanie i wysuszenie w temperaturze 338 K. Otrzymuje się 100 części barwnika o kolorze błękitno-zielonkawym, który utrwała się na włóknie celulozowym z wydajnością 75% najkorzystniej wobec 100 g kwaśnego węglanu w stosunku do 1 kg farby barwiącej.

W tablicy podaje się dalsze przykłady syntezy bar-

wników wytwarzanych sposobem według wynalazku, zilustrowanym w przykładzie I polegającym na reakcji kondensacji związku aminoantrachinowego z 2,4,6-trójkloro-s-triazynę, a następnie przez powtórne

skondensowanie otrzymanego produktu z moderatorem w ilości równomolowej w stosunku do każdej grupy aminowej znajdującej się w cząsteczce związku aminoantrachinowego.

T a b l i c a

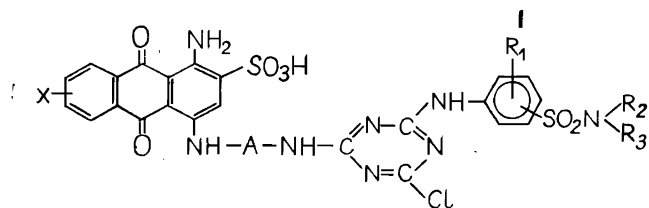
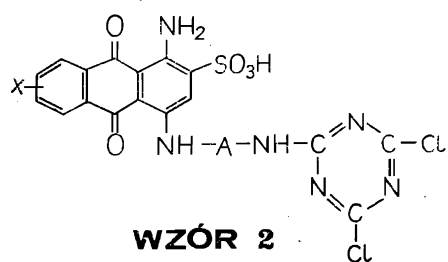
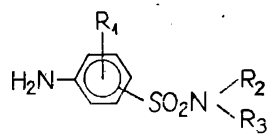
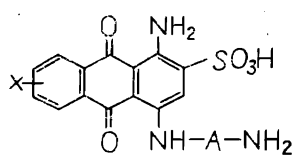
Przykład	Związek aminoantrachinonowy	Moderator	Kolor
1	2	3	4
II	Kwas 1-amino-4-(4'-aminofenyloamino)-antrachinono-2,3'-dwusulfonowy	N,N-dwuetanolosulfoamido-o-anilina	błękitna o odcieniu zielonkawym
III	Kwas 1-amino-4-(4'-aminofenyloamino)-antrachinono-2,3',6'-trójsulfonowy	N-etanolosulfoamido-m-anilina	błękitna o odcieniu zielonkawym
IV	Kwas 1-amino-4-(3'-aminofenyloamino)-antrachinono-2,4'-dwusulfonowy	N,N-dwuetanolosulfoamido-m-anilina	czerwono-błękitna
V	Kwas 1-amino-4-(3'-aminofenyloamino)-antrachinono-2,4',6'-trójsulfonowy	N-etanolosulfoamido-m-anilina	czerwono-błękitna
VI	Kwas 1-amino-4-(3'-amino-2',4',6'-trójmetylofenyloamino)antrachinono-2,4'-dwusulfonowy	N,N-dwuetanolosulfoamido-m-anilina	czerwono-błękitna
VII	Kwas 1-amino-4-(ω-aminosześciometylenoamino)antrachinono-2-sulfonowy	N,N-dwuetanolosulfoamido-m-anilina	czerwono-błękitna
VIII	Kwas 1-amino-4-(4'-amino-2'-karboksyfenyloamino)antrachinono-2,6'-dwusulfonowy	N-etanolosulfoamido-m-anilina	błękitna o odcieniu zielonkawym
XI	Kwas 1-amino-4-(4''-aminostilbenoamino)antrachinono-2,2',2''-trójsulfonowy	N,N-dwuetanolosulfoamido-m-anilina	zielona

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

1. Sposób wytwarzania rozpuszczalnych w wodzie nowych reaktywnych barwników antrachinonowych o ogólnym wzorze 1, w którym X oznacza wodór lub grupę sulfonową, A oznacza dwupodstawną resztę fenylenową, stilbenową, dwufenylową zawierającą co najmniej jedną grupę sulfonową lub alkilową o 1—4 atomach węgla, R₁ oznacza wodór, chlor, grupę metylową

lub alkoksylową, a R₂ i R₃ oznaczają jednocześnie wodór lub resztę alifatycznych alkoholi, **znamienny tym**, że związki o ogólnym wzorze 2, w którym X i A mają wyżej podane znaczenie poddaje się reakcji kondensacji z aminami aromatycznymi o ogólnym wzorze 3, w którym R₁, R₂ i R₃ mają wyżej podane znaczenie, w obecności związków wiążących kwasy.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że reakcję kondensacji prowadzi się przy pH=7,5—8,5.

**WZÓR 1****WZÓR 2****WZÓR 3****WZÓR 4**