

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 43852

Kl. 8 i, 2

VEB Farbenfabrik Wolfen*)

Wolfen, Niemiecka Republika Demokratyczna

Sposób otrzymywania optycznych środków rozjaśniających

Patent trwa od dnia 9 października 1959 r.

Pierwszeństwo: 30 lipca 1959 r. (Niemiecka Republika Demokratyczna).

Proponowano już otrzymywanie optycznych środków rozjaśniających z alkoksylowanej 4,6-dwuchlorotiazyny, kwasu 4,4'-dwuaminostylbeno-2,2'-dwusulfonowego i pierwszorzędowej i drugorzędowej aminy w ten sposób, że alkoksylowaną dwuchlorotiazynę otrzymaną w reakcji wymiany chlorku cyjanurowego z pierwszorzędowym alkoholem w obecności środka wiążącego kwas, poddaje się bez uprzedniego wydzielania, bezpośrednio w wodnoalkoholowej zawieszinie kondensacji z kwasem 4,4'-dwuaminostylbeno-2,2'-dwusulfonowym w temperaturze od 5–20°C, a powstałą przy tym trójazynylo-pochodną kwasu dwuaminostylbenodwusulfonowego poddaje się reakcji wymiany z pierwszorzędową lub drugorzędową aminą w temperaturze 80–90°C. Otrzymane przy tym pro-

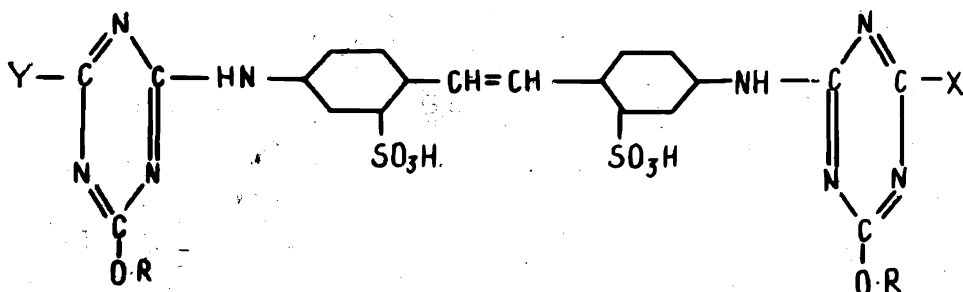
dukty wykazują zielonkawo-niebieską fluorescencję w świetle ultrafioletowym oraz dobre powinowactwo do włókien celulozowych i poliamidowych. Ponadto nadają się one do zwiększania zawartości barwnika białego w bezbarwnych materiałach tekstylnych.

Obecnie stwierdzono, że dalsze optyczne środki rozjaśniające można otrzymać, gdy 1 mol otrzymanej w znany sposób soli dwusodowej kwasu 4,4'-bis-[2-metoksy-4-chloro-1.3.5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2,2'-dwusulfonowego podda się reakcji z 1 molem pierwszorzędowej aminy aromatycznej i z 1 molem pierwszorzędowej lub drugorzędowej aminy alifatycznej, bądź 1 mol soli dwusodowej kwasu 4,4'-bis-[2-metoksy-4-chloro-1.3.5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2,2'-dwusulfonowego z 2 moli pierwszorzędowej lub drugorzędowej alifatycznej lub aromatycznej aminy, albo też z 1 molem dwóch zestawionych razem pierw-

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest dr Schwalenberg.

szořádowych amin aromatycznych.

Otrzymane produkty mają następującą budowę:



przy czym R oznacza niżej cząsteczkową resztę alkilową, X resztę jednoetanoloaminy-, dwuetanoloaminy-, aniliny-, o-toluidyny lub p-to-

luidyny i Y oznacza resztę aniliny-, o-toluidyny-, p-toluidyny-, o-anizydyny-, p-anizydyny-, p-ksylidyny-, jednoetanoloaminy- i dwuetanoloaminy.

Sposobem według wynalazku można otrzymać na przykład następujące optyczne środki rozjaśniające: sól dwusodowa kwasu 4-[2-metoksy-4-jednoetanoloamino-1. 3. 5-trójazynylo-(6)-amino]-4'-[2-metoksy-4-anilino-1. 3. 5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2. 2'-sulfonowego, sól dwusodowa kwasu 4-[2-metoksy-4-jednoetanoloamino-1. 3. 5-trójazynylo-(6)-amino]-4'-[2-metoksy-4-o-toluidyno-1. 3. 5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2.2'-sulfonowego, sól dwusodowa kwasu 4-[2-metoksy-4-dwuetanoloamino-1. 3. 5-trójazynylo-(6)-amino]-4'-[2-metoksy-4-o-toluidyno-1. 3. 5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2.2'-sulfonowego, sól dwusodowa kwasu 4-[2-metoksy-4-jednoetanoloamino-1. 3. 5-trójazynylo-(6)-amino]-4'-[2-metoksy-4-p-toluidyno-1. 3. 5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2.2'-sulfonowego, sól dwusodowa kwasu 4-[2-metoksy-4-dwuetanoloamino-1. 3. 5-trójazynylo-(6)-amino]-4'-[2-metoksy-4-o-toluidyno-1. 3. 5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2.2'-sulfonowego, sól dwusodowa kwasu 4-[2-metoksy-4-dwuetanoloamino-1. 3. 5-trójazynylo-(6)-amino]-4'-[2-metoksy-4-p-toluidyno-1. 3. 5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2.2'-sulfonowego, sól dwusodowa kwasu 4-[2-metoksy-4-jednoetanoloamino-1. 3. 5-trójazynylo-(6)-amino]-4'-[2-metoksy-4-o-anizydyno-1. 3. 5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2.2'-sulfonowego, sól dwusodowa kwasu 4-[2-metoksy-4-dwuetanoloamino-1. 3. 5-trójazynylo-(6)-amino]-4'-[2-metoksy-4-o-anizydyno-1. 3. 5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2.2'-sulfonowego, sól dwusodowa kwasu 4.4'-bis-[2-metoksy-4-jednoetanoloamino-1.3.5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2.2'-sulfonowego, sól dwusodowa kwasu 4.4'-bis-[2-metoksy-4-dwuetanoloamino-1.3.5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2.2'-sulfonowego, sól dwusodowa kwasu 4.4'-bis-[2-metoksy-4-o-toluidyno-1.3.5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2.2'-sulfonowego,

sól dwusodowa kwasu 4-[2-metoksy-4-dwuetanoloamino-1. 3. 5-trójazynylo-(6)-amino]-4'-[2-metoksy-4-p-anizydyno-1. 3. 5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2.2'-sulfonowego, sól dwusodowa kwasu 4-[2-metoksy-4-jednoetanoloamino-1. 3. 5-trójazynylo-(6)-amino]-4'-[2-metoksy-4-(2,5-dwumetyloanilino)-1. 3. 5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2.2'-sulfonowego, sól dwusodowa kwasu 4-[2-metoksy-4-dwuetanoloamino-1. 3. 5-trójazynylo-(6)-amino]-4'-[2-metoksy-4-dwuetanoloamino-1.3.5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2.2'-sulfonowego, sól dwusodowa kwasu 4-[2-metoksy-4-anilino-1. 3. 5-trójazynylo-(6)-amino]-4'-[2-metoksy-4-o-toluidyno-1.3.5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2.2'-sulfonowego, sól dwusodowa kwasu 4-[2-metoksy-4-anilino-1. 3. 5-trójazynylo-(6)-amino]-4'-[2-metoksy-4-p-toluidyno-1.3.5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2.2'-sulfonowego, sól dwusodowa kwasu 4-[2-metoksy-4-o-toluidyno-1. 3. 5-trójazynylo-(6)-amino]-4'-[2-metoksy-4-o-anizydyno-1.3.5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2.2'-sulfonowego, sól dwusodowa kwasu 4-[2-metoksy-4-p-toluidyno-1. 3. 5-trójazynylo-(6)-amino]-4'-[2-metoksy-4-p-anizydyno-1.3.5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2.2'-sulfonowego, sól dwusodowa kwasu 4.4'-bis-[2-metoksy-4-jednoetanoloamino-1.3.5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2.2'-sulfonowego, sól dwusodowa kwasu 4.4'-bis-[2-metoksy-4-dwuetanoloamino-1.3.5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2.2'-sulfonowego, sól dwusodowa kwasu 4.4'-bis-[2-metoksy-4-o-toluidyno-1.3.5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2.2'-sulfonowego,

sól dwusodowa kwasu 4,4'-bis-[2-metoksy-4-p-toluidyno-1,3,5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2,2'-sulfonowego,
sól dwusodowa kwasu 4,4'-bis-[2-metoksy-4-(2,5-dwumetyloanilino)-1,3,5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2,2'-sulfonowego.

Przykład 1. a) 2,65 węglanu sodowego (100%-owego) wprowadza się mieszając do roztworu zawierającego 38,-g metanolu i 4,-g wody. Mieszaninę ochładza się do temperatury 10—15°C i wprowadza się w dawkach jednocześnie mieszając, w ciągu 15 minut 9,25 g chlorku cyjanurowego (99%-owego). Następnie mieszaninę reakcyjną miesza się dalej przez 1 godzinę. Mieszaninę reakcyjną rozcieńcza się 80,-g wody i dodaje się kolejno 3,05 g jednoetanolaminy i 2,65 g węglanu sodowego. Mieszaninę miesza się dalej przez 3 godziny w temperaturze 35—40°C.

b) 2,65 g węglanu sodowego (100%-owego) wprowadza się mieszając do roztworu 38,-g metanolu i 4,-g wody. Mieszaninę ochładza się do temperatury 10—15°C i dodaje się w dawkach jednocześnie mieszając, w ciągu 15 minut, 9,25 g chlorku cyjanurowego (99%-owego). Następnie mieszaninę reakcyjną miesza się powtórnie przez 1 godzinę. Mieszaninę reakcyjną rozcieńcza się 80,-g wody i następnie dodaje się kolejno 4,65 g aniliny i 2,65 g węglanu sodowego i mieszaninę ponownie miesza się przez 3 godziny w temperaturze 34—40°C.

c) Do połączonych mieszanin reakcyjnych a) i b) wlewa się roztwór 18,5 g kwasu 4,4'-dwuaminostylbeno-2,2'-dwusulfonowego (90%-owego) = 16,65 g (100%-owego) i 10,6 g węglanu sodowego w 200,-g wody i miesza się całość przez 3 godziny w temperaturze 80—85°C. Po upływie tego czasu mieszaninę reakcyjną przesącza się na gorąco, ochładza się do około 20°C i zadaje się solą kuchenną. Wytrącony produkt przemywa się wielokrotnie 5%-owym roztworem chlorku sodowego i suszy w temperaturze 70°C. Otrzymuje się sól dwusodową kwasu 4-[2-metoksy-4-jednoetanolamino-1,3,5-trójazynylo-(6)-amino]-4'-[2-metoksy-4-anilino-1,3,5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2,2'-sulfonowego, jako optyczny środek rozjaśniający dla włókien celulozowych i poliamidowych.

Przykład 2. 55,91 g węglanu sodowego (94,8%-owego) = 53,0 g (100%-owego) wprowadza się do roztworu 935,-g metanolu i 100,-g

wody, mieszając. Mieszaninę ochładza się do temperatury 10—15°C i mieszając dodaje się w dawkach w ciągu 30 minut 185,-g chlorku cyjanurowego (99%-owego). Następnie mieszaninę reakcyjną miesza się powtórnie przez 1 godzinę. W końcu dolewa się w ciągu 15—30 minut w temperaturze 10—15°C ochłodzony, przesączony roztwór 185,-g kwasu 4,4'-dwuaminostylbeno-2,2'-dwusulfonowego (90%-owego) = 166,5 g (100%-owego) i 55,91 g węglanu sodowego (94,8%-owego) w 1750 g wody, do tego dodaje się jeszcze roztwór 55,91 g węglanu sodowego (94,8%-owego) w 500-g wody, mieszaninę ogrzewa się do temperatury 35—40°C i miesza się przez 3 godziny w tej temperaturze. Następnie dodaje się kolejno, mieszaninę 46,5 g aniliny i 30,5 g jednoetanolaminy w temperaturze 35—40°C i w końcu jeszcze 55,91 g węglanu potasowego (94,8%-owego). Następnie całość miesza się powtórnie przez 3 godziny w temperaturze 80—85°C. Mieszaninę reakcyjną ochładza się do temperatury 20°C, wytrącony produkt odsącza się a placek filtracyjny przemywa się wielokrotnie za pomocą 100 g 5%-owego roztworu NaCl. Otrzymuje się zasadniczo taki sam środek optyczny rozjaśniający jak w przykładzie 1.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania optycznych środków rozjaśniających na podstawie pochodnych kwasu 4,4'-dwuaminostylbeno-2,2'-dwusulfonowego, znamienny tym, że 1 mol otrzymanej w znany sposób soli dwusodowej kwasu 4,4'-bis-[2-metoksy-4-chloro-1,3,5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2,2'-dwusulfonowego, poddaje się reakcji wymiany z 1 molem pierwszorzędowej aromatycznej i 1 molem pierwszorzędowej lub drugorzędowej alifatycznej aminy, bądź też 1 mol soli dwusodowej kwasu 4,4'-bis-[2-metoksy-4-chloro-1,3,5-trójazynylo-(6)-amino]-stylbeno-2,2'-dwusulfonowego z 2 molami pierwszorzędowej lub drugorzędowej alifatycznej lub aromatycznej aminy lub też z 1 molem dwóch różnych razem użytych amin aromatycznych.

VEB Farbenfabrik Wolfen

Zastępca: dr Andrzej Au
rzecznik patentowy