

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

67 634

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 22a, 53/02

Zgłoszono: 31.XII.1969 (P 137 893)

Pierwszeństwo:

MKP C09b 53/02

Opublikowano: 15.III.1973



Twórca wynalazku: Jerzy Lenartowicz

Właściciel patentu: Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników, Zgierz (Polska)

Sposób wytwarzania nowych trudno rozpuszczalnych barwników pochodnych 4,7-dwutiaczterohydroizoindoleniny

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nowych trudno rozpuszczalnych barwników pochodnych 4,7-dwutiaczterohydroizoindoleniny.

Sposób ten polega na kondensowaniu 1,3,3-trójkloro-4,7-dwutiaczterohydroizoindoleniny lub 1,3,3-trójkloro-4,7-dwutiaczterohydro-5-fenylizoindoleniny z dwuaminą aromatyczną lub heterocykliczną. Reakcję kondensacji prowadzi się w środowisku rozpuszczalników organicznych takich, jak np. chlorobenzen, o-dwuchlorobenzen, toluen, nitrobenzen itp. w temperaturze bliskiej wrzenia lub wrzenia itp.

Otrzymane sposobem według wynalazku barwniki są trudno rozpuszczalne w wodzie i rozpuszczalnikach organicznych i dają wybarwienia brunatne o odcieniach żółtawych lub czerwonych.

Wynalazek ilustrują następujące przykłady, w których stopnie temperatury podane są w stopniach Celsjusza:

Przykład I. Do roztworu 2,5 g 1,3,3-trójkloro-4,7-dwutiaczterohydroizoindoleniny w 90 ml chlorobenzenu dodaje się roztwór 1,4 g o-dwuaminydiny w 70 ml chlorobenzenu, miesza w ciągu 40 minut, ogrzewa do temperatury 110° i utrzymuje w tej temperaturze w ciągu 30 minut. Następnie chłodzi się masę reakcyjną do temperatury 70° i dodaje do niej 70 ml dioksanu, po czym miesza się w ciągu 15 minut, dodaje 20 ml metanolu i ogrzewa do temperatury wrzenia. Otrzymany osad odsącza się, przemywa chlorobenze-

2

nem, etanolem i wodą. Po wysuszeniu otrzymuje się żółtawobrunatny barwnik o temperaturze topnienia powyżej 300° i dobrych trwałościach ogólnych.

5 Przykład II. Do roztworu 2,5 g 1,3,3-trójkloro-4,7-dwutiaczterohydroizoindoleniny w 90 ml chlorobenzenu dodaje się roztwór 0,92 g benzydiny w 60 ml chlorobenzenu, miesza w ciągu 30 minut, dodaje 15 ml formamidu i ogrzewa powoli do temperatury wrzenia. Otrzymuje się brunatny barwnik o dobrych trwałościach ogólnych.

10 Przykład III. Do roztworu 3,3 g 1,3,3-trójkloro-4,7 - dwutiaczterohydro-5-fenylizoindoleniny w 100 ml chlorobenzenu dodaje się roztwór 0,92 g benzydiny, miesza w ciągu 1 godziny, ogrzewa w ciągu 20 minut w temperaturze 100° i sącza. Otrzymuje się czerwobrunatny barwnik o dobrych trwałościach ogólnych.

15 Przykład IV. Do roztworu 2,5 g 1,3,3-trójkloro-4,7-dwutiaczterohydroizoindoleniny w 80 ml o-dwuchlorobenzenu dodaje się 1,2 g 2,7 dwuaminofluorenu i miesza, ogrzewając, w temperaturze 130° w ciągu 1 godziny. Następnie chłodzi się masę reakcyjną do temperatury 60°, dodaje 10 ml alkoholu izopropylowego i ogrzewa w temperaturze 100° w ciągu 40 minut, po czym odsącza się. Osad przemywa się chlorobenzenem, następnie etanolem i na końcu wodą. Otrzymuje się czerwobrunatny barwnik o temperaturze topnienia powyżej 300°.

Przykład V. Do roztworu 2,5 g 1,3,3-trójkloro-4,7-dwutiaczterohydroizoindoleniny w 90 ml chlorobenzenu dodaje się 1 g 2,6-dwuaminopirydyny, ogrzewa w temperaturze 110° w ciągu 20 minut i odsącza wytrącony barwnik. Osad przemmywa się chlorobenzenem, a następnie etanolem i wodą. Otrzymuje się brunatny barwnik o dobrej odporności na działanie rozpuszczalników.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania nowych trudno rozpuszczalnych barwników pochodnych 4,7-dwutiaczterohydroizoindoleniny, **znamienny tym**, że 1,3,3-trójkloro-4,7-dwutiaczterohydroizoindoleninę lub 1,3,3-trójkloro-4,7-dwutiaczterohydro-5-fenylizoindoleninę poddaje się reakcji kondensacji z dwuaminą aromatyczną lub heterocykliczną.