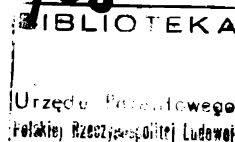


Opublikowano dnia 7 grudnia 1962 r

0096 62/08



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 46357

62/08

Kl. 22 a, 4

Kl. internat. C 09 a

Zakłady Przemysłu Barwników „Boruta“*)

Zgierz, Polska

Sposób wytwarzania barwników monoazowych zawierających pierścień triazynowy

Patent trwa od dnia 19 listopada 1960 r.

Wynalazek dotyczy wytwarzania barwników monoazowych zawierających pierścień triazynowy.

Znane są barwniki monoazowe zawierające pierścień triazynowy z ugrupowaniem 1-amino-8-naftoloazofenylowym, np. z brytyjskiego opisu patentowego nr 785222.

Znane są również z austriackiego opisu patentowego nr 203113 barwniki azowe zawierające pierścień triazynowy połączony z ugrupowaniem 2-aminonaftoloazofenylowym. Według tego patentu stosuje się, jako komponenty bierne, różne pochodne sulfonowe i hydroksylowe 2-aminonaftalenu. Kwasy te są sprzęgane z komponentami czynnymi, otrzymując

związki monoazowe o ugrupowaniu 2-aminonaftoloazofenylowym, które kondensuje się z 1, 3, 5-trójklorotriazyną, a produkt kondensacji zawierający dwa atomy chloru czynnego kondensuje się następnie z aminami aromatycznymi, w wyniku czego otrzymuje się barwniki zawierające tylko jeden atom chloru czynnego. Barwniki te nadają się do barwienia włókna tylko w temperaturze podwyższonej powyżej 90°C.

Znane są również barwniki azowe zawierające pierścień triazynowy połączony z ugrupowaniem pirazolonoazobenzenoaminowym, np. z opisu patentowego nr 43236.

Barwniki te wyróżniają się właściwością chemicznego łączenia się z włóknami celulozowymi już w temperaturze pokojowej, tworząc trwałe wybarwienie odporne na działanie światła, na pranie i tarcie.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są mgr inż. Tadeusz Cisło i mgr inż. Wacław Anders.

Stwierdzono, że otrzymuje się barwniki o właściwościach tych ostatnich barwników, jeżeli kwas m-lub p-aminobenzenosulfonowy albo jego pochodne dwuazuje się i sprzęga w środowisku zasadowym z kwasem 1-amino-8-naftolo-3,6-dwusulfonowym, 1-amino-8-naftolo-4,6-dwusulfonowym lub 1-amino-8-naftolo-6-sulfonowym, albo z jego alkilową pochodną, po czym wytworzony związek kondensuje się z 1, 3, 5-trójklorotriazyną. W efekcie otrzymuje się barwnik, w którym pierścień triazynowy jest połączony z ugrupowaniem 1-amino-8-naftoloazofenylowym.

Reakcja przebiega według wzoru I.

We wzorze tym X oznacza H lub SO_3H w położeniu m-lub p- względem grupy aminowej, Z oznacza $-Cl$, $-Br$, $-CH_3$, $-OCH_3$, $-NO_2$, $-COOH$, $NHCOCH_3$, $NHCOCOOH$, $-NHC_6H_5$, $-NHC_6H_4OCH_3$, $-SO_2NH_2$, $SO_2NHC_6H_5$, $-NHCONH_2$ lub inne podstawniki z wyjątkiem grup $-OH$ lub $-NH_2$, przy czym może być jeden lub kilka jednakowych albo różnych z tych podstawników, Y_1 , Y_2 lub Y_3 oznacza H lub SO_3H , przy czym co najmniej jeden z Y musi być podstawiony grupą sulfonową, a R oznacza $-H$ lub alkil zawierający 1—4 atomy węgla.

Do sprzęgania z kwasem m-lub p-aminobenzenosulfonowym zamiast kwasu 1-amino-8-naftolosulfonowego lub jego pochodnej alkilowej można stosować według wynalazku również jego podstawioną w grupie aminowej, pochodną acetylową lub oksalilową, przy czym przed kondensacją z 1, 3, 5-trójklorotriazyną grupę acetylową lub oksalilową zmydla się w środowisku kwaśnym lub zasadowym, w celu ich odszczepienia.

Reakcja przebiega wtedy według wzoru II.

We wzorze tym X, Z, R, Y_1 , Y_2 i Y_3 oznaczają te same podstawniki, jak we wzorze I.

Wytwarzane sposobem według wynalazku barwniki odznaczają się dużą rozpuszczalnością w wodzie, zdolnością barwienia bawełny, włókna sztucznego, wełny, jedwabiu naturalnego oraz włókna syntetycznego. Włókna pochodzenia roślinnego barwią się w temperaturze pokojowej, a inne rodzaje włókien w temperaturze podwyższonej.

Przy pomocy tych barwników otrzymuje się wybarwienia bardzo żywe, oraz bardzo trwałe na czynniki mokre i światło.

Jako kwasy aminobenzenosulfonowe stosuje się według wynalazku kwas 2-metyloanilino-4/5/-sulfonowy, kwas sulfanilowy, kwas metanilowy, kwas 4-amino-1,1'-dwufeniloamino-

-2-sulfonowy, kwas 2,5-dwuchloroanilino-4-sulfonowy, kwas 2-metoksyanilino-4/5/-sulfonowy lub kwas 4-acetyloaminoanilino-3-sulfonowy.

Jako kwas 1-amino-8-naftolosulfonowy stosuje się według wynalazku np. kwas 1-amino-8-naftolo-3,6-dwusulfonowy, 1-aminoacetylo-8-naftolo-4,6-dwusulfonowy lub 1-aminometylo-8-naftolo-3,6-dwusulfonowy.

Dwuazowanie wyżej wymienionych amin prowadzi się znanymi metodami i utworzony dwuazozwiązek sprzęga się w wodnym zasadowym środowisku z kwasem 1-amino-8-naftolosulfonowym lub wymienioną wyżej jego pochodną alkilową lub acylową, a następnie kondensuje się z 1, 3, 5-trójklorotriazyną, w stosunku molowym 1:1, przy czym w przypadku sprzęgania z pochodną acylową kwasu 1-amino-8-naftolosulfonowego należy produkt sprzęgania przed kondensacją z 1, 3, 5-trójklorotriazyną zmydląć znanymi metodami. Wydzielający się podczas kondensacji chlorowódzobojętnia się bardzo ostrożnie roztworem 2-n węglanu sodowego utrzymując wartość pH w granicach około 7.

Przykład I. 0,1 mola produktu otrzymanego przez sprzęganie zdwuazowanego kwasu o-toluidyno-5-sulfonowego z kwasem 1-amino-8-naftolo-4,6-dwusulfonowym, rozpuszcza się w 600 ml wody, a następnie po oziębieniu do temperatury pokojowej otrzymany roztwór wkrapla się do zawiesiny 20,5 g 1, 3, 5-trójklorotriazyny w 100 ml wody i 200 g lodu. Po wklepieniu całej ilości monoazowego produktu sprzęgania, masę reakcyjną miesza się w ciągu pół godziny, po czym wkrapla się w ciągu 1,5 godziny 0,05 mola 2-n wodnego roztworu węglanu sodowego utrzymując wartość pH środowiska równą 7. Masę reakcyjną miesza się w dalszym ciągu około 2 godzin w temperaturze poniżej 20°C, sączy, a następnie przesącz wysala 100 g soli kuchennej, przy czym wydziela się wytworzony barwnik, który odsącza się i suszy w temperaturze poniżej 50°C.

Synteza barwnika przebiega według wzoru III. Wytworzony barwnik jest łatwo rozpuszczalny w wodzie i barwi na kolor niebiesko-czerwony włókna pochodzenia roślinnego w środowisku słabo zasadowym, natomiast włókna pochodzenia zwierzęcego i syntetyczne w środowisku słabo kwaśnym.

Przykład II. 0,1 mola produktu, otrzymanego przez sprzęganie zdwuazowanego kwasu sulfanilowego z kwasem 1-aminometylo-8-

-naftolo-3,6-dwusulfonowym, rozpuszcza się w 500 ml wody, a następnie po oziębieniu do temperatury pokojowej otrzymany roztwór wkrapla się do zawiesiny 20,5 g 1, 3, 5-tróchlorotriazyny w 100 ml wody i 200 g lodu. Po wkropleniu całej ilości monoazowego produktu sprzęgania, masę reakcyjną miesza się w ciągu pół godziny, po czym wkrapla się w ciągu 1,5 godziny 0,05 mola 2-n wodnego roztworu węglanu sodowego utrzymując wartość pH środowiska równą 7. Masę reakcyjną miesza się w dalszym ciągu około 2 godzin w temperaturze poniżej 15°C, sączy, a następnie przesącz wysala 120 g soli kuchennej, przy czym wydzielą się wytworzony barwnik, który odsadza się i suszy w temperaturze poniżej 40°C.

Synteza barwnika przebiega według wzoru IV. Wytworzony barwnik posiada te same właściwości jak barwnik według przykładu I i zabarwia włókno na kolor niebieskawo-czerwony.

Przykład III. 0,1 mola produktu, otrzymanego przez sprzęganie zdwuazowanego kwasu 2,5-dwuchlorosulfanilowego z kwasem 1-aminooksalilo-8-naftolo-4, 6-dwusulfonowym, rozpuszcza się w 500 ml wody i zmydla grupę acylową przez dodanie 0,8 mola kwasu siarkowego, ogrzewając mieszaninę w temperaturze 85°C. Roztwór otrzymanego produktu monoazowego zobojętnia się sodą do pH=8 i wysala solą kuchenną. Po odsączeniu wydzieloną pastę rozpuszcza się w 500 ml wody i kondensuje z 1, 3, 5-tróchlorotriazyną według przykładu I.

Synteza barwnika przebiega według wzoru V. Wytworzony barwnik posiada te same

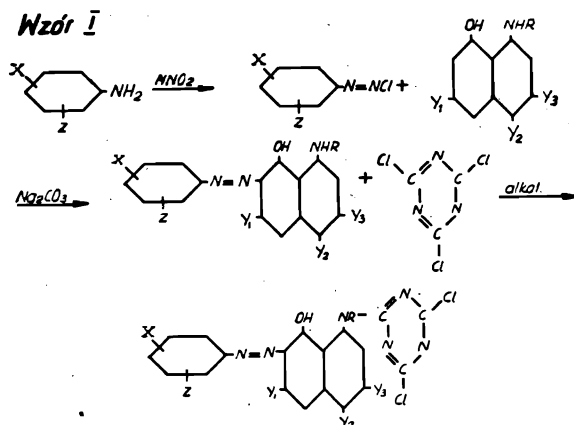
właściwości jak barwniki według przykładów I i II i zabarwia włókna na kolor niebiesko-czerwony.

Zastrzeżenia patentowe

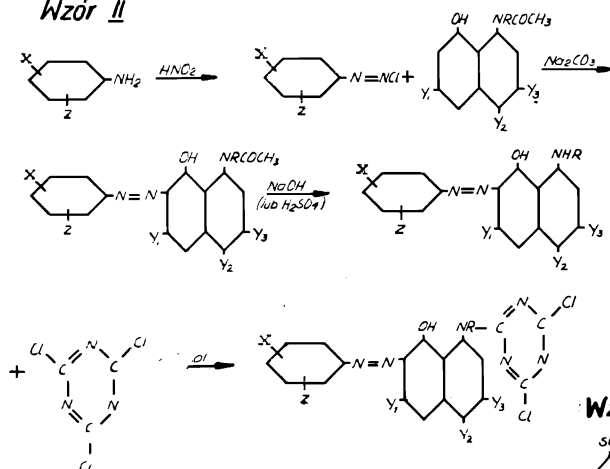
1. Sposób wytwarzania barwników monoazowych zawierających pierścień triazynowy, znamienny tym, że kwas m- lub p-aminobenzenosulfonowy albo jego pochodne dwuazuje się i sprzęga w środowisku zasadowym z kwasem 1-amino-8-naftolo-3,6-dwusulfonowym z kwasem 1-amino-8-naftolo-4,6-dwusulfonowym lub z kwasem 1-amino-8-naftolo-6-sulfonowym, po czym wytworzony związek kondensuje się z 1, 3, 5-tróchlorotriazyną, przy czym reakcja przebiega według wzoru I.
2. Odmiana sposobu według zastrz. 1, znamienna tym, że do sprzęgania z kwasem m-lub p-aminobenzenosulfonowym lub jego pochodną, zamiast kwasu 1-amino-8-naftolosulfonowego albo jego alkilowej pochodnej, stosuje się jego pochodną acetylową lub oksalilową podstawioną w grupie aminowej, przy czym wytworzony monoazowy związek przed kondensacją z 1, 3, 5-tróchlorotriazyną zmydla się w środowisku kwaśnym lub zasadowym w celu odszczerpienia grupy acetylowej lub oksalilowej, przy czym reakcja przebiega według wzoru II.

Zakłady Przemysłu Barwników
„Boruta”

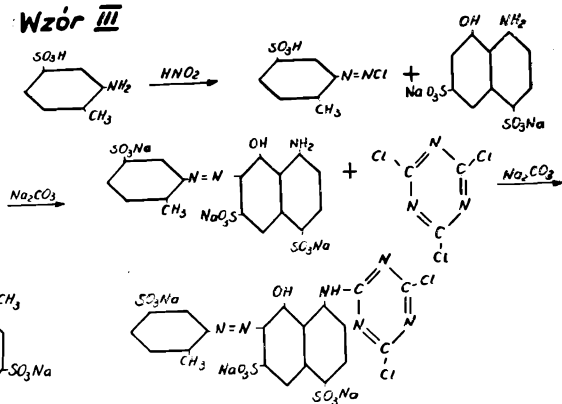
Zastępca: mgr inż. Aleksander Samujłło
rzecznik patentowy



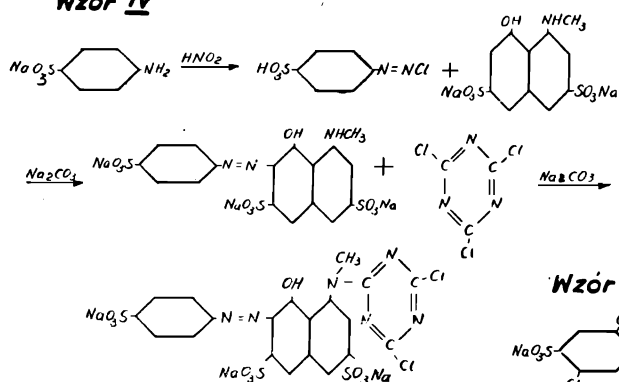
Wzór II



Wzór III



Wzór IV



Wzór V

