

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 43236

Kl. 22 ~~1, 3~~

a, 62/08

Zakłady Przemysłu Barwników „Boruta”*)

Zgierz, Polska

Sposób wytwarzania barwnika monoazowego zawierającego pierścień trójazynowy

Patent trwa od dnia 14 grudnia 1957 r.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania barwnika monoazowego zawierającego pierścień trójazynowy.

Znane są np. z brytyjskich opisów patentowych n-ry 209723, 774925, 785120 i 785222 barwniki monoazowe zawierające pierścień trójazynowy połączony z ugrupowaniem p-aminobenzenoazonaftalenowym lub aminonaftalenoazofenylowym.

Barwniki te łączą się chemicznie z włóknami celulozowymi już w temperaturze pokojowej,

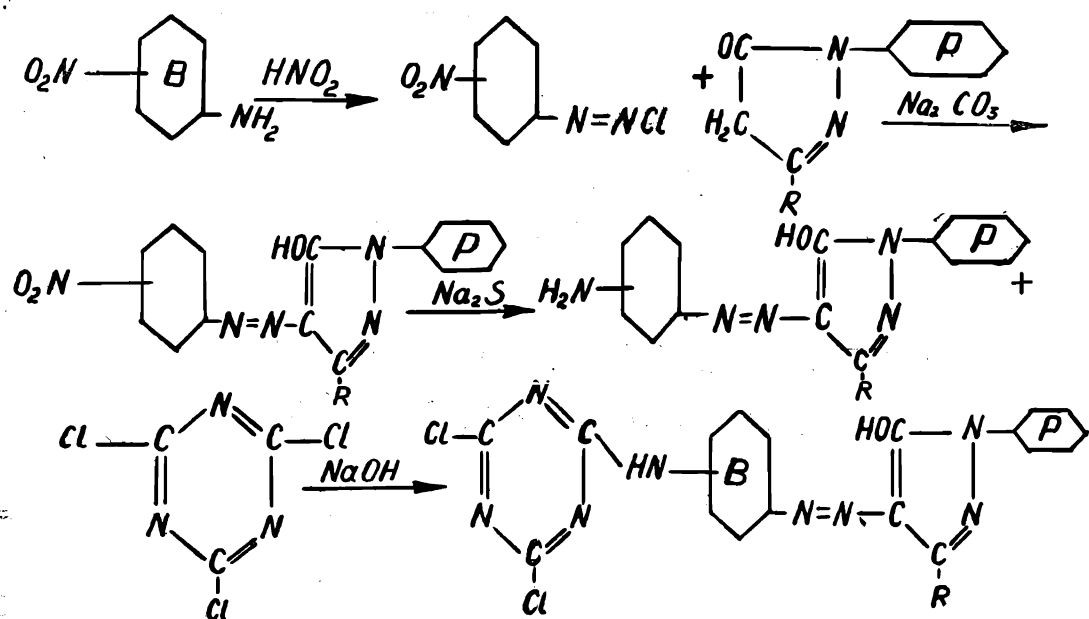
*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są mgr inż. Wacław Anders i mgr inż. Tadeusz Cisło.

dając trwałe wybarwienie odporne na działanie światła, na pranie i tarcie.

Stwierdzono, że również barwniki zawierające pierścień trójazynowy połączony z ugrupowaniem pirazolonoazobenzenoaminowym posiadają wyżej wymienione właściwości.

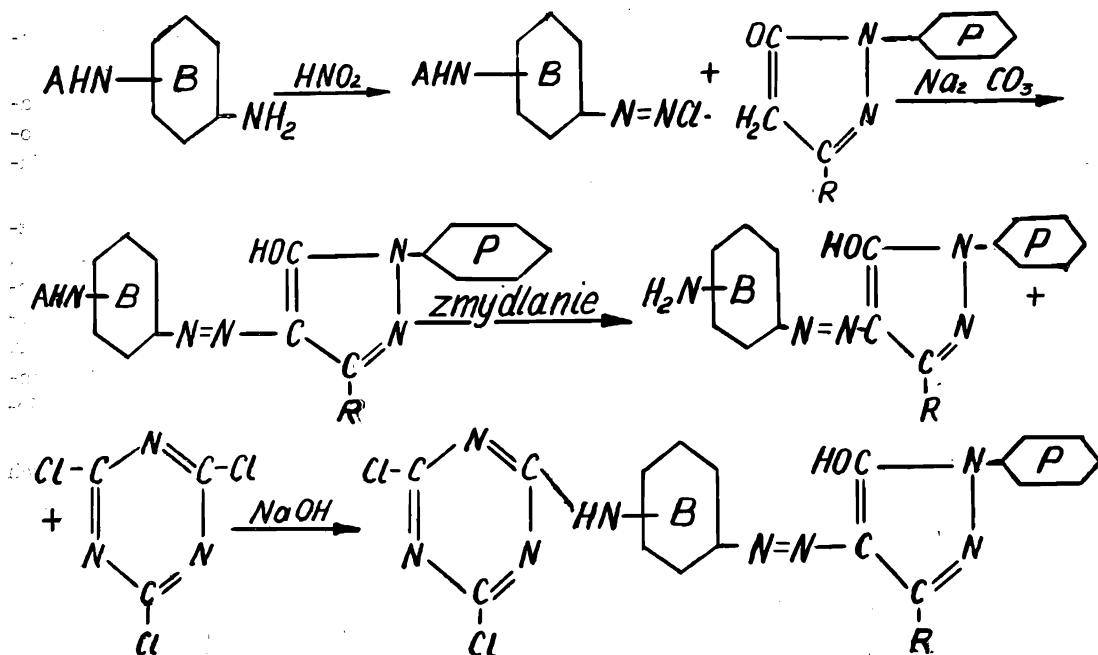
Otrzymuje się je sposobem według wynalazku przez dwuazowanie m- lub p-nitroaniliny, zawierającej również grupę sulfonową, następnie przez sprzęganie dwuazozwiązku w środowisku zasadowym z pochodną fenyloptrazolonu, redukcję grupy nitro do grupy aminowej i kondensację wytworzonej aminy z 1, 3, 5-trójklorotrójazyną.

Reakcja przebiega według następujących wzorów:



w których R oznacza grupę CH_3 lub COOH , B i P oznaczają pierścienie benzenowe zawierające oprócz grup SO_3H inne podstawniki za wyjątkiem NH_2 i OH .

Zamiast nitropochodnych aniliny stosuje się również według wynalazku pochodne acetylowe lub oksalilowe m- lub p-fenylenodwuamin, przy czym reakcja przebiega według następujących wzorów:



w których A oznacza grupę COCOCH_3 lub COCOCH_3 , R oznacza grupę CH_3 lub COOH , B i P

pierścienie benzenowe zawierające oprócz grup SO_3H inne podstawniki za wyjątkiem NH_2 i OH .

Barwniki wytwarzane sposobem według wynalazku odznaczają się dużą rozpuszczalnością w wodzie, zdolnością barwienia włókna celulozowego już w temperaturze pokojowej, dając wybarwienie bardzo żywe w odcieniu.

Jako aminy pierwszorzędowe stosuje się według wynalazku na przykład 3-nitro-4-sulfoanilinę, 4-nitro-2-sulfoanilinę, 3-sulfo-4-aminoacetanilid, 2-sulfo-4-aminooksaliloanilid, 4-sulfo-3-aminooacetanilid lub 2-sulfo-5-aminooksaliloanilid.

Jako fenylopirazolony stosuje się na przykład 3-metylo-1-(m-sulfofenylo)-5-pirazolon, 3-metylo-1-(o-sulfofenylo)-5-pirazolon, 3-metylo-1-(p-sulfofenylo)-5-pirazolon, 3-karboksy-1-(m-sulfofenylo)-5-pirazolon, 3-karboksy-1-(o-sulfofenylo)-5-pirazolon, 3-karboksy-1-(p-sulfofenylo)-5-pirazolon, 1-(2-chloro-5-sulfofenylo)-3-metylo-5-pirazolon, 1-(2-chloro-4-sulfofenylo)-3-metylo-5-pirazolon, 1-(4-chloro-2-sulfofenylo)-3-metylo-5-pirazolon, 1-(2,5-dwuchloro-4-sulfofenylo)-3-metylo-5-pirazolon, 1-(2,3,6-trójkloro-5-sulfofenylo)-3-metylo-5-pirazolon, 1-(6-chloro-4-sulfo-o-tolilo)-3-metylo-5-pirazolon lub 3-karboksy-1-2,5-dwusulfofenylo-5-pirazolon.

Stosując różne zestawienia wymienionych wyżej nitroamin i oksalilo — lub acetylodwuamin z fenylopirazolonami otrzymuje się barwniki w kolorach od zielonkawo-żółtego do pomarańczowego.

Dwuazowanie wyżej wymienionych amin przeprowadza się znanymi metodami i utworzony dwuazozwiązek sprzęga się w wodnym zasadowym środowisku z wymienionymi pirazolonami. Po otrzymaniu aminoazozwiązków grupę nitrową (przy użyciu składnika zawierającego grupę nitrową) poddaje się redukcji siarczkiem sodu, natomiast grupę acetyloamidową lub oksalilamidową (przy użyciu składnika zawierającego jedną z grup aminowych zacetylowaną lub zoksalilowaną) poddaje się zmydleniu. W ten sposób otrzymany aminoazozwiązek kondensuje się z 1, 3, 5-trójklorotriazyną w stosunku molowym 1:1, w środowisku wodnym i w temperaturze do 8°C. Wydzielający się podczas kondensacji chlorowódzobojętnia się bardzo ostrożnie roztworem 2-n ługu sodowego utrzymując wartość pH środowiska w granicach około 7. Po zakończeniu procesu kondensacji utworzony barwnik wysala się z roztworu solą kuchenną, a następnie odsącza i suszy.

Barwniki otrzymane sposobem według wynalazku barwią włókno celulozowe w środowisku

slabo zasadowym, w temperaturze do 50°C, natomiast włókno pochodzenia zwierzęcego w środowisku slabo kwaśnym.

P r z y k ł a d I. 0,1 mola barwnika otrzymanego przez sprzęganie zdwuazowanej 4-nitro-2-sulfoaniliny z 3-metylo-1-(m-sulfofenylo)-5-pirazolonem, w którym zredukowano grupę nitrową, rozpuszcza się w 700 ml wody oziębionej do temperatury 0°C, a następnie wprowadza się w przeciągu 0,5 godziny roztwór 18,5 g 1, 3, 5-trójklorotriazyny w 150 ml acetonu. Po 0,5 godzinnym mieszanii wkrapla się w ciągu 1,5 godziny 0,1 mola 2-n ługu sodowego utrzymując wartość pH roztworu = 7. Masę reakcyjną miesza się jeszcze w ciągu 3 godzin w temperaturze 20°C, po czym wysypuje się do niej 150 g soli kuchennej. Wytrącony barwnik odsącza się i suszy w temperaturze poniżej 50°C.

Wytworzony barwnik jest łatwo rozpuszczalny w wodzie i barwi na kolor żółty włókno pochodzenia roślinnego w środowisku slabo zasadowym, natomiast włókno pochodzenia zwierzęcego w środowisku slabo kwaśnym.

P r z y k ł a d II. 0,1 mola barwnika otrzymanego przez sprzęganie zdwuazowanego 2-sulfo-4-amino-oksaliloanilidu z 1-(4-chloro-2-sulfofenylo)-3-metylo-5-pirazolonem, w którym odszczepiono grupę oksalilową przez zmydlenie, rozpuszcza się w 850 ml wody oziębionej do temperatury 0°C, a następnie wprowadza się w przeciągu 30 minut roztwór 0,1 mola 1, 3, 5-trójklorotriazyny w 150 ml acetonu. Po 30 minutowym mieszanii wkrapla się w ciągu 90 minut 0,1 mola 10%-owego ługu sodowego utrzymując wartość pH roztworu = 7. Masę reakcyjną miesza się jeszcze w ciągu 3 godzin w temperaturze 20°C i wysypuje się do niej 140 g soli kuchennej. Wytrącony barwnik odsącza się i suszy w temperaturze poniżej 50°C. Wytworzony barwnik jest łatwo rozpuszczalny w wodzie i barwi na kolor żółty włókno pochodzenia roślinnego w środowisku slabo zasadowym, natomiast włókno pochodzenia zwierzęcego w środowisku slabo kwaśnym.

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

1. Sposób wytwarzania barwnika monoazowego zawierającego pierścień triazynowy znamienny tym, że m- lub p-nitroanilinę, zawierającą grupę sulfonową, dwuazuje się, otrzymany dwuazozwiązek sprzęga się z pochodną fenylopirazolonu, w środowisku za-

sadowym, redukuje grupę nitrową do grupy aminowej i otrzymany związek aminowy kondensuje z 1, 3, 5-trójklorotrójazyną.

2. Odmiana sposobu według zastrz. 1, znamienna tym, że m- lub p-aminooksalilo- lub aminoacetyloanilid, zawierający grupę sulfonową dwuazuje się, następnie sprzęga z pochodną fenylopirazolonu w środowisku za-

sadowym, zmydla grupę oksalilową lub acetylową i otrzymany związek kondensuje z 1, 3, 5-trójklorotrójazyną.

Zakłady Przemysłu
Barwników „Boruta“

Zastępca: mgr inż. Aleksander Samujło
rzecznik patentowy