



Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12 q, 1/02

Zgłoszono: 30.I.1967 (P 118 758)

Pierwszeństwo: _____

MKP C 07 c, 87/54

Opublikowano: 30.VIII.1969

UKD

Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Eugeniusz Klimek, mgr inż. Stanisław Januszkiewicz, mgr inż. Marian Ignatowicz, inż. Zofia Zielińska

Właściciel patentu: Zakłady Przemysłu Barwników „Boruta”, Zgierz (Polska)

Sposób wytwarzania soli kwasu dwufenyloamino-p-amino-N-alkilosulfonowego i jego pochodnych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania soli kwasu dwufenyloamino-p-amino-N-alkilosulfonowego i jego pochodnych o wzorze ogólnym 3, w którym R_1 i R_2 oznaczają wodór, alkil, aryl, chlorowec, grupę hydroksylową lub grupę alkoksylową, zaś R_3 wodór, alkil lub grupę nitrozową, M metal ziem alkalicznych, a n liczbę od 1—5.

Znane są metody wytwarzania kwasów ω -alkilosulfonowych innych amin aromatycznych przez działanie kwasów ω -alkilosulfonowych na takie aminy aromatyczne jak np. anilinę lub jej pochodne.

Dotychczas jednak nie prowadzono kondensacji kwasów ω -alkilosulfonowych z pochodnymi p-amino-dwufenyloaminami.

Stwierdzono, że sole kwasu dwufenylo-amino-p-amino-N-alkilosulfonowego i jego pochodnych o wzorze ogólnym 3, w którym podstawniki mają wyżej podane znaczenie można wytworzyć przez kondensację paraaminodwufenyloamin lub jej pochodnych o wzorze ogólnym 1, w którym wszystkie podstawniki mają wyżej podane znaczenie z solą kwasu ω -hydroksyalkilosulfonowego o wzorze ogólnym 2, w którym M ma znaczenie uprzednio określone, zaś n oznacza liczbę od 1—5, przy czym reakcję kondensacji prowadzi się w środowisku wodnym lub rozpuszczalników organicznych w temperaturze od 50°C do temperatury wrzenia użytego rozpuszczalnika, po czym otrzy-

2

many produkt syntezy standaryzuje się środkami powierzchniowo-czynnymi o charakterze anionowocznym lub jonowonieczynnym. Proces standaryzacji związków w postaci pasty suchej przedstawionych wzorem 3 prowadzi się w młynach kulowych lub w urządzeniach o podobnym działaniu względnie mieszalnikach zetowych typu Werner-Phleiderera, stosując środki standaryzacyjne. Jako środki standaryzacyjne najczęściej się stosuje produkty kondensacji formaliny z kwasem 2-naftalenosulfonowym lub sole sodowe kwasów ligninosulfonowych z dodatkiem środków jonowonieczynnych, będących produktami kondensacji tlenu etylenu z wyższymi alkoholami tłuszczowymi lub alkilofenolami. Otrzymane produkty standaryzacji jeśli są w postaci pasty suszy się ogólnie znanymi sposobami, np. w suszarni rozpyłowej.

Sole kwasu dwufenyloamino-p-amino-N-alkilosulfonowego i jego pochodne wytworzone sposobem według wynalazku są dobrze rozpuszczalne w wodzie i wykazują powinowactwo do włókien naturalnych i syntetycznych. Sole te mogą być używane jako zasady do barwników utlenianych na włóknach naturalnych i syntetycznych. W wyniku reakcji utleniania za pomocą znanych środków utleniających otrzymuje się szarzenie lub czernie, odznaczające się wybitnymi trwałościami na światło, sublimację, tarcie oraz inne czynniki mokre. Używając środków dyspergujących i zwil-

zających uzyskuje się sole kwasu dwufenyloamino-p-amino-N-alkilosulfonowego o doskonałej formie przydatnej do barwienia włókien syntetycznych.

Wynalazek wyjaśniają następujące przykłady.

Przykład I. 0,575 mola kwasu ω-hydroksymetanosulfonowego rozpuszcza się w 200 ml wody, ogrzewa się w kolbie sulfonacyjnej do temperatury 75°C i dodaje 0,5 mola p-aminodwufenyloaminy. Zawartość kolby sulfonacyjnej ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną około 4 godzin w temperaturze 80–85°C. Następnie rozcieńcza się 1300 ml wody, ogrzewa do temperatury 95°C, dodaje około 5 g węgla aktywnego i miesza do czasu rozpuszczenia osadu. Potem przesącza się na gorąco, dodaje 90 g soli, chłodzi do temperatury pokojowej i odsącza osad. Po wysuszeniu w suszarce próżniowej w temperaturze około 50°C uzyskuje się 125 g soli sodowej kwasu dwufenyloamino-p-amino-N-metanosulfonowego. Otrzymany produkt miesza się w młynie kulowym z 125 g dyspergatora anionocznego, np. z suchym produktem kondensacji formaliny z kwasem 2-nafalenosulfonowym.

Przykład II. Sposób przeprowadzenia syntezy soli kwasu dwufenyloamino-p-amino-N-metanosulfonowego powtarza się jak w przykładzie I. 285 g odsączonego produktu soli sodowej kwasu dwufenyloamino-p-amino-N-metanosulfonowego o zawartości 125 g suchego 100% produktu miesza się w mieszalniku z 125 g ligninosulfonianem sodowym i po otrzymaniu jednolitej pasty suszy się znanym sposobem w suszarce rozpyłowej.

Przykład III. Sposób przeprowadzenia syntezy soli kwasu dwufenyloamino-p-amino-N-metanosulfonowego powtarza się jak w przykładzie I. 285 g odsączonego produktu soli sodowej kwasu dwufenyloamino-p-amino-N-metanosulfonowego o zawartości 125 g suchego produktu miesza się z 115 g ligninosulfonianu sodowego i 10 g produktu kondensacji wyższego alkoholu tłuszczowego z tlenkiem etylenu w mieszalniku z szybkoobrotowym mieszadłem. Zhomogenizowaną pastę

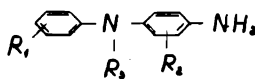
suszy się znanym sposobem w suszarce rozpyłowej.

W poniższej tabeli podaje się dalsze przykłady objaśniające sposoby wytwarzania pochodnych soli kwasu dwufenyloamino-p-amino-N-alkilosulfonowego, przedstawionych wzorem 3, których proces syntezy prowadzi się podobnie jak w przykładzie I.

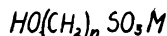
Przykład	R ₁		R ₂		R ₃	n	M
	znaczenie	położenie	znaczenie	położenie			
IV	OCH ₃	4'	H	—	H	1	Na
V	H	—	H	—	CH ₃	1	K
VI	H	—	H	—	H	3	Na
VII	H	—	OH	2	H	2	K

Zastrzeżenia patentowe

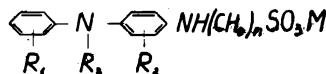
1. Sposób wytwarzania soli kwasu dwufenyloamino-p-amino-N-alkilosulfonowego i jego pochodnych o wzorze ogólnym 3, w którym R₁ i R₂ oznaczają wodór, alkil, aryl, chlorowec lub grupę hydroksylową lub grupę alkoksylową, zaś R₃ wodór, alkil lub grupę nitrozową, a M — metal ziem alkalicznych i n liczbę od 1–5, **znamienny tym**, że p-aminodwufenyloaminę lub jej pochodne o wzorze ogólnym 1, którym R₁, R₂ i R₃ mają wyżej podane znaczenie kondensuje się z solą kwasu ω-hydroksyal-kilosulfonowego o wzorze ogólnym 2, w którym wszystkie symbole mają uprzednio podane znaczenie, przy czym reakcję kondensacji prowadzi się w temperaturze od 50°C do temperatury wrzenia użytego rozpuszczalnika, a produkt syntezy standaryzuje się środkami powierzchniowo czynnymi.
2. Sposób wytwarzania według zastrz. 1, **znamienny tym**, że produkty syntezy standaryzuje się środkami powierzchniowo-czynnymi typu anionocznego i jonowonieczynnego lub ich mieszaninami.



Wzór 1



Wzór 2



Wzór 3