



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 02.IX.1966 (P 116 326)

Pierwszeństwo: 03.IX.1965 dla zastrz. 1 i 2
22.VIII.1966 dla zastrz. 3 i 4
Wielka Brytania

Opublikowano: 1.VI.1970

Kl. 22-a, ^{62/08}

MKP C 09 b ^{62/08}

UKD

Właściciel patentu: Imperial Chemical Industries Limited, Londyn
(Wielka Brytania)

Sposób wytwarzania rozpuszczalnych w wodzie reaktywnych barwników azowych

1

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania rozpuszczalnych w wodzie reaktywnych barwników azowych.

Do barwienia włókien zawierających grupy hydroksylowe, a zwłaszcza materiałów celulozowych, takich jak bawełna i jedwab wiskozowy, stosuje się powszechnie barwniki zawierające grupy reagujące z grupami hydroksylowymi cząsteczki celulozy w obecności czynników kwasowiązujących, szczególnie w podwyższonej temperaturze. Barwniki stosuje się w postaci wodnych roztworów lub wodnych past drukarskich, przy czym na skutek reakcji ubocznych grup reaktywnych z wodą zamiast z cząsteczką celulozy, znaczna część barwnika nie bierze udziału w barwieniu włókna. W związku z tym trzeba stosować nadmiar barwnika, a barwione lub drukowane materiały muszą być dokładnie płukane wrzącymi roztworami mydła w celu usunięcia nieprzereagowanego barwnika. Powoduje to straty barwnika i konieczność dodatkowej obróbki, zwłaszcza jeżeli pożądane jest uzyskanie głębokich odcieni.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania rozpuszczalnych w wodzie reaktywnych barwników o dużym stopniu utrwalania na włóknie, przy stosowaniu których proces płukania ulega znacznej redukcji. Stwierdzono, że właściwości takie wykazują pewne barwniki azowe o pierścieniu benzenowym lub naftalenowym z dwiema grupami s-triazynyloaminowymi, z których każda

2

jest z kolei związana z atomem chloru reagującym z grupami hydroksylowymi celulozy, przy czym każda cząsteczka zawiera co najmniej 3 takie podstawione grupy aminowe.

Barwniki wytwarzane sposobem według wynalazku mają budowę o wzorze 1, w którym A oznacza rodnik aromatyczny, B oznacza rodnik benzenowy lub naftalenowy ewentualnie podstawione, X, Y i Z są takie same lub różne i oznaczają grupy 2,4-dwuchloro-s-triazynyłową, 2-chloro-4-metoksy-s-triazynyłową, 2-chloro-4-sulfoanilino-s-triazynyłową, 2-chloro-4-sulfotoluidyno-s-triazynyłową, 2-chloro-4-karboksylosulfoanilino-s-triazynyłową lub 2-chloro-4-dwusulfoanilino-s-triazynyłową, symbole m, n i p oznaczają wartości liczbowe całkowite 1—6, a symbol q oznacza wartość liczbową 1 lub 2, oraz barwniki te zawierają co najmniej 2 grupy sulfonowe w cząsteczce.

Jako przykłady rodników aromatycznych oznaczonych symbolem A można wymienić na przykład rodnik benzenowy i naftalenowy oraz rodniki aromatyczne zawierające więcej niż jeden pierścień benzenowy lub naftalenowy, na przykład dwufenylu tlenku dwufenyloвого, dwufenyloaminy, stylobenu, azobenzenu i fenyloazonaftalenu, a także rodniki aromatyczne zawierające pierścień heterocykliczny, na przykład benzotiazolowy lub natriazolowy.

Rodniki aromatyczne mogą być podstawione na przykład atomami chloru lub bromu, grupą

hydroksylową, aminową, metylową, alkoksylową, nitrową, acyloaminową, alkilo- i arylokarbonylową, estru karboksylowego, karbamylową, kwasu karboksylowego, alkilo- i arylosulfonylową, sulfamylową i sulfonową.

Pierścień benzenowy lub naftalenowy oznaczony symbolem B może być również podstawiony wyżej wymienionymi podstawnikami. Atomy azotu są korzystnie przyłączone do pozycji 1, 2 i 4 pierścienia benzenowego lub naftalenowego.

Zgodnie z wynalazkiem, nowe barwniki azowe o ogólnym wzorze 1, w którym rodniki X, Y i Z są takie same, wytwarza się przez poddanie reakcji związku azowego o ogólnym wzorze 2, w którym A, B, m, n, p i q mają wyżej podane znaczenie, z s-triazyną o wzorze X—Cl, w stosunku molowym 1 : (q + 2).

W przypadku wytwarzania barwników o wzorze ogólnym 1, w którym wszystkie symbole mają wyżej podane znaczenie, a grupy X, Y i Z są takie same lub różne związek azowy, o ogólnym wzorze 3, w którym A, B, Z, m, n, i, q mają wyżej podane znaczenie, poddaje się reakcji z s-triazyną o wzorze X—Cl, w stosunku molowym 1 : 2.

W przypadku wytwarzania barwników o ogólnym wzorze 1, w którym wszystkie symbole mają wyżej podane znaczenie a grupy Z, X i Y są takie same lub różne, można również związek azowy o ogólnym wzorze 4, w którym A, B, Y, Z, m i q mają wyżej podane znaczenie, poddać reakcji w stosunku równomolowym z s-triazyną o wzorze X—Cl.

Reakcję związku azowego z s-triazyną prowadzi się korzystnie przez zmieszanie wodnego roztworu związku azowego z wodną zawiesiną lub roztworem s-triazyny, przy czym reakcja może przebiegać w granicach temperatur 0—100°C i powinna być tak dobrana, w zależności od reagentów, aby do minimum zredukować uboczną reakcję s-triazyny z wodą, hydrolizującą atomy chloru.

Jako przykłady związków s-triazynowych, które można użyć do reakcji wymienia się chlorek cyjanurowy i produkty kondensacji pierwotnej chlorku cyjanurowego z kwasem 2,5-2,4- lub 3,5-anilinodwusulfonowym, z kwasem ortanilowym, metanilowym, sulfanilowym oraz 4-sulfo-2-amino-toluenowym.

Związki azowe w ogólnym wzorze 2, stosowane do wytwarzania barwników sposobem według wynalazku wytwarza się na przykład przez zdwuazowanie dwunitroaniliny, sprzężenie uzyskanego związku ze składnikiem biernym, zawierającym co najmniej jedną grupę aminową i następnie zredukowanie grupy nitrowej do grupy aminowej. Korzystnie jednak stosuje się związki azowe otrzymane przez sprzężenie aromatycznych związków dwuazoniowych, zawierających grupę acetyloaminową ze składnikiem biernym o pierścieniu benzenowym lub naftalenowym podstawionym dwiema grupami aminowymi, szczególnie ze składnikiem o wzorze 5 lub 6, w których pierścień benzenowy lub naftalenowy jest ewentualnie podstawiony dodatkowymi podstawnikami, a następnie zhydrolizowanie wytworzonego związku.

Inne odpowiednie związki azowe wytwarza się przez sprzężenie czteroazowanych dwuamin aromatycznych z dwoma molami takiego składnika biernego.

Jako przykłady składników biernych o wzorze 5 lub 6 można wymienić 1,3-dwuaminobenzen, 3-metyloaminoanilinę, 2-metylo- i 2-metoksy-1,3-dwuaminobenzen i 1,3, 1,5- i 1,7-naftylenodwuaminy. Poza tym można również stosować monoacylową pochodną składnika o wzorze 5 lub 6, przy czym uzyskany związek azowy hydrolizuje się w celu usunięcia grupy acylowej.

Przykładami amin aromatycznych lub ich monoacylowych pochodnych stosowanych do wytwarzania związków azowych o wzorze 2 są kwas 4,4'-dwuaminostybeno-2,2'-dwusulfonowy, kwas 4,4'-dwuaminodwufenylo-2,2'-dwusulfonowy, kwas 4-acetyloamino-4'-aminostybeno-2,2'-dwusulfonowy, kwasy 6-N-acetyloamino-2-aminonaftaleno-4,8-dwusulfonowe i kwasy 4-N-acetyloamino-1-aminonaftaleno-6 i -7-sulfonowe, oraz aminowe związki azowe wytwarzane przez sprzężenie dwuazoniowej soli takiej aminy aromatycznej ze składnikiem biernym zawierającym nadającą się do dwuazowania grupę aminową, takim jak 2-metoksy-5-metyloanilina, 2,5-dwumetoksyanilina, 2-metoksyanilina, 2-karboksyanilina, 2-metyloanilina, 3-metyloanilina, 3-ureidoanilina, 3-acetyloaminoanilina i kwasy 1-naftyloamino-6- i -7-sulfonowe.

Związki azowe o ogólnym wzorze 3 wytwarza się przez skondensowanie poliaminy aromatycznej o wzorze $(\text{NH}_2)_q\text{—A—NH}_2$ z q molami związku o wzorze X—Cl zdwuazowanie otrzymanej monoaminy aromatycznej i sprzężenie otrzymanego związku dwuazoniowego ze składnikiem biernym o wzorze 5 lub o wzorze 6.

Związki azowe o wzorze 4 wytwarza się przez skondensowanie poliaminy aromatycznej o wzorze $(\text{NH}_2)_q\text{—A—NH}_2$ z q molami związku o wzorze X—Cl, zdwuazowanie otrzymanej monoaminy aromatycznej i sprzężenie otrzymanego związku dwuazoniowego ze składnikiem biernym o wzorze 7.

Przykładami poliamin o wzorze $(\text{NH}_2)_q\text{—A—NH}_2$ są kwas 2-dwuaminonaftaleno-4,8-dwusulfonowy, m-fenylonodwuamina, kwas 1,3-fenylonodwuamino-4-sulfonowy, a także związki aminoazowe wytwarzane przez dwuazowanie monoacylowej pochodnej dwuaminy aromatycznej, której przykłady podano wyżej, sprzężenie produktu reakcji ze składnikiem biernym, zawierającym nadającą się do dwuazowania grupę aminową, której przykład podano wyżej, a następnie zhydrolizowanie otrzymanego produktu.

Składniki bierne o wzorze 7 wytwarza się przez poddanie reakcji dwuaminy o wzorze 8, np. m-fenylonodwuaminy, 3-metyloaminoaniliny, 2-metylo- i 2-metoksy-1,3-dwuaminobenzenów i 1,3-, 1,5-, i 1,7-naftylenodwuamin, z jednym molem s-triazyny o wzorze X—Cl.

Odmiana sposobu według wynalazku polega na tym, że barwniki o wzorze 1, w którym A, B, m, n, p i q mają wyżej podane znaczenie, a X, Y i Z oznaczają grupy 2-chloro-s-triazynylo-6, w których pierścień triazynowy jest podstawiony w pozycji 4 grupą sulfoanilinową, sulfotoluidynową, sul-

fokarboksyanilinową lub dwusulfoanilinową, wytwarza się przez poddanie reakcji związku azowego o wzorze 1, w którym A, B, m, n, p, i q mają wyżej podane znaczenie, a symbole X, Y i Z, każdy oddzielnie stanowią atom wodoru, z równomolową ilością chlorku cyjanurowego w stosunku do każdej grupy aminowej w cząsteczce i następnie poddanie reakcji otrzymanego produktu z 1 molem kwasu anilino-mono- lub -dwusulfonowego, aminobenzenosulfonowego, lub sulfotoluidyny na każdy 1 mol wprowadzonej grupy 2,4-dwuchloro-s-triazynyłowej-6.

Nowe barwniki azowe wydrebnia się w znany sposób, stosowany dla barwników rozpuszczalnych w wodzie, na przykład metodą suszenia rozpryskowego lub metodą strącania barwnika w postaci jego soli sodowej przez dodanie do mieszaniny reakcyjnej chlorku sodowego i odsączenie oraz wysuszenie powstałego osadu.

Barwniki azowe wytwarzane sposobem według wynalazku mają zastosowanie do farbowania celulozowych materiałów tekstylnych, takich jak bawełna, len i jedwab wiskozowy. Barwniki te stosuje się do barwienia lub drukowania, korzystnie w połączeniu z działaniem czynnikiem kwasowiążącym, takim jak węglan lub kwaśny węglan sodowy, bądź też substancją taką jak trójchlorooctan sodowy, który podczas ogrzewania wydziela czynnik kwasowiążący, przy czym działanie to można prowadzić przed, podczas lub po procesie barwienia. Stosowane do celulozowych materiałów tekstylnych nowe barwniki azowe dają odcienie o doskonałej odporności na pranie i wyróżniają się wysoką wydajnością reagowania z cząsteczkami celulozy.

Poniższe przykłady, w których części podano wagowo, objaśniają wynalazek, nie ograniczając jego zakresu.

Przykład I. W 200 częściach wody rozpuszcza się 16 części soli dwusodowej związku trójaminoazowego wytworzonego przez sprzęgnięcie dwuazowanego kwasu 6-acetyloamino-2-aminonafaleno-4,8-dwusulfonowego z m-aminoacetoanilidem w środowisku kwasowym, a następnie zhydrolizowanie w celu rozszczepienia grup acetyloaminowych, po czym roztwór ten wprowadza się do roztworu 36 części soli sodowej 2,4-dwuchloro-6-(3'-sulfofeniloamino)-s-triazyny w 200 częściach wody i 135 częściach acetonu. Mieszaninę tę ogrzewa się w ciągu 5 godzin w temperaturze 45—50°C, utrzymując wartość pH = 7 przez dodawanie 10% wodnego roztworu węglanu sodowego, a następnie wprowadza się 10% chlorek potasowy, osad odsącza i suszy.

Otrzymana mieszanina zawiera 3 atomy chloru w cząsteczce dającego się zhydrolizować. Barwnik zastosowany do barwienia celulozowych materiałów włókienniczych w obecności czynnika wiążącego kwasy, wykazuje doskonałą zdolność wiązania z materiałem barwionym i daje czerwono-żółte odcienie o bardzo dobrej odporności na pranie i działanie światła. Na przykład farbuje w ciągu 30 minut jedwab wiskozowy z zastosowaniem 30 objętości roztworu na 1 objętość materiału, w temperaturze 80°C, w obecności

30—45 g/l soli, a następnie dodając 10 g/l węglanu sodowego i kontynuując farbowanie w ciągu dalszych 2 godzin, uzyskuje się około 95% związanie się barwnika.

Przykład II. Roztwór 18,78 części soli dwusodowej związku dwuazowego wytworzonej przez sprzęgnięcie czteroazowanego kwasu benzydino-2,2'-dwusulfonowego z 1,3-fenilenodwuaminy w środowisku kwasowym w stosunku molowym 1:2, w 250 częściach wody, wprowadza się do roztworu 41,16 części sodowej soli 2,4-dwuchloro-6-(3'-sulfofeniloamino)-s-triazyny w mieszaninie 150 części wody i 170 części acetonu. Mieszaninę miesza się w ciągu 3 godzin w temperaturze 45—50°C utrzymując wartość pH = 7 przez dodawanie 10% wodnego roztworu węglanu sodowego, po czym dodaje się 80 części chlorku sodowego, odsącza osad i suszy.

Otrzymany barwnik zawiera 3,6 atomów chloru w cząsteczce, dającego się zhydrolizować. Barwnik zastosowany do farbowania celulozowych materiałów włókienniczych w obecności czynnika wiążącego kwasy wykazuje doskonałą zdolność wiązania z włóknem i daje czerwono-żółte odcienie o bardzo dużej odporności na pranie i działanie światła.

Przykład III. Kwas 6-acetyloamino-2-naftylloamino-4,8-dwusulfonowy sprzęga się z 1 równoważnikiem molowym m-fenilenodwuaminy w środowisku kwasowym i przetwarza się grupę acetyloaminową w grupę aminową przez hydrolizę z kwasem solnym. Roztwór 12 części wytworzonej w ten sposób soli dwusodowej trójaminowego związku azowego w 200 częściach wody, wprowadza się stopniowo w temperaturze 0—5°C do zawiesiny 14 części chlorku cyjanurowego w 120 częściach acetonu, 50 częściach wody i 50 częściach lodu, po czym miesza się w ciągu 3 godzin w temperaturze 0—5°C, a następnie zobojętnia do wartości pH = 7 przez dodanie 30 części 10% wodnego roztworu węglanu sodowego. Do mieszaniny tej dodaje się roztwór 16,8 części soli sodowej 2-metylo-5-sulfoaniliny w 100 częściach wody i miesza w temperaturze 45—50°C w ciągu 3 godzin, utrzymując wartość pH = 7 przez dodawanie 10% wodnego roztworu węglanu sodowego.

Wytworzony barwnik zawiera w cząsteczce 2,87 atomów chloru dających się zhydrolizować. Barwnik zastosowany do farbowania celulozowych materiałów włókienniczych w obecności czynnika wiążącego kwasy, wykazuje doskonałą zdolność wiązania z włóknem i daje czerwono-żółte odcienie o bardzo dużej odporności na pranie i działanie światła.

Przykład IV. Roztwór 3,9 części soli sodowej kwasu metanilinowego w 50 częściach wody wkrapla się w temperaturze poniżej 5°C do zawiesiny 3,7 części chlorku cyjanurowego w 40 częściach acetonu i 40 częściach wody. Mieszaninę miesza się w ciągu 1 godziny w temperaturze poniżej 5°C, utrzymując wartość pH = 7 przez stopniowe dodawanie 10% wodnego roztworu węglanu sodowego, po czym wkrapla się roztwór 2,2 części m-fenilenodwuaminy w 150 częściach wody i ogrzewa w temperaturze 30°C w ciągu

0,5 godziny utrzymując wartość pH = 7 przez dodawanie 10% wodnego roztworu węglanu sodowego.

Roztwór 4,2- części sodowej soli kwasu 1,3-fenylenodwuamino-4-sulfonowego w 50 częściach wody wkrapla się do zawiesiny 3,7 części chlorku cyjanurowego w 40 częściach acetonu i 40 częściach wody. Mieszaninę tę miesza się w ciągu 1 godziny w temperaturze poniżej 5°C utrzymując wartość pH = 7 przez stopniowe dodawanie 10% wodnego roztworu węglanu sodowego, po czym wprowadza się 10 części 2N wodnego roztworu azotynu sodowego, a następnie 6 części stężonego kwasu solnego. Uzyskaną mieszaninę miesza się w temperaturze 0—5°C w ciągu 30 minut, po czym, po usunięciu nadmiaru kwasu azotawego przez dodanie kwasu amidosulfonowego, wprowadza się w temperaturze 5°C, energicznie mieszając do roztworu 1-(4'-chloro-6'-metanilino-1', 3', 5'-triazynylo-2'-amino(-3-aminobenzenu, doprowadza wartość pH do 6 przez stopniowe dodawanie 10% wodnego roztworu węglanu sodowego i miesza w ciągu 2 dalszych godzin do całkowitego sprężgnięcia.

Roztwór 6 części soli dwusodowej kwasu anilino-3,5-dwusulfonowego w 60 częściach wody dodaje się w temperaturze poniżej 5°C do zawiesiny

3,7 części chlorku cyjanurowego w 40 częściach acetonu i 40 częściach wody i miesza w ciągu 1 godziny w temperaturze poniżej 5°C utrzymując wartość pH = 7 przez stopniowe dodawanie 10% wodnego roztworu węglanu sodowego, a następnie wprowadza się zawiesinę monoazową. Mieszaninę reakcyjną ogrzewa się w ciągu 2 godzin w temperaturze 40°C utrzymując wartość pH = 7 przez stopniowe dodawanie 10% wodnego roztworu węglanu sodowego i wytrąca barwnik przez dodanie 90 części chlorku sodowego. Po odsączeniu osad płucze się 50 częściami acetonu i suszy.

Barwnik zawiera w cząsteczce 3,6 atomów chloru, dającego się hydrolizować. Barwnik zastosowany do farbowania celulozowych materiałów włókienniczych w obecności czynnika wiążącego kwasy daje odcienie pomarańczowe o dużej odporności na pranie i działanie światła.

W poniższej tablicy podaje się odcienie innych barwników wytworzonych w sposób jak podano w przykładach I i II przez skondensowanie związku poliaminoazowego z pierwszej kolumny ze związkiem heterocyklicznym B z drugiej kolumny, z zastosowaniem związku heterocyklicznego w ilości równomolowej w stosunku do każdej grupy aminowej znajdującej się w cząsteczce związku poliaminoazowego.

Tablica

Przykład	Związek poliaminoazowy	Związek heterocykliczny (B)	Odcień
V	kwas 4,4'-dwu(2'',4''-dwuaminofenyl-1''- azo)-dwufenylo-2,2'-dwusulfonowy	2,4-dwuchloro - 6 - (3'-sulfofenyl- amino)-s-triazyna (4 mole)	czerwonawo- -żółty
VI	kwas 6-amino-2(2,4'-dwuaminofenylazo)-naftaleno-4,8-dwusulfonowy	2,4-dwuchloro - 6 - (4'-sulfofenyl- amino)-s-triazyna	„
VII	„ „	2,4-dwuchloro - 6 - (2' - metylo - 5' -sulfofenylamino)-s-triazyna	„
VIII	„ „	2,4-dwuchloro - 6 - (2' - metylo - 4' -sulfofenylamino)-s-triazyna	„
IX	kwas 6-amino-2(2',4'-dwuaminofenylazo)- naftaleno -4,8- dwusulfonowy	2,4-dwuchloro - 6 - (2'-karboksy-4'-sulfofenylamino)-s-triazyna	„
X	„ „	2,4-dwuchloro - 6 - (3',5'-dwusulfofenylamino)-s-triazyna	„
XI	2', 3, 4'-trójamino-6-sulfo-1,1'-azobenzen	2,4-dwuchloro - 6 - (3'-sulfofenyl- amino)-s-triazyna	„
XII	„ „	2,4-dwuchloro - 6 - (4'-sulfofenyl- amino)-s-triazyna	„
XIII	„ „	2,4-dwuchloro - 6 - (3'-5'-dwusulfofenylamino)-s-triazyna	„
XIV	2', 4, 4'-trójamino-6-sulfo-1,1'-azobenzen	2,4-dwuchloro - 6 - (3'-sulfofenyl- amino)-s-triazyna	„
XV	„ „	2,4-dwuchloro - 6 - (2' - metylo - 5' -sulfofenylamino)-s-triazyna	„
XVI	kwas 6-amino-2-(2',4'-dwuaminofenylazo) -naftaleno -4,8-dwusulfonowy	2,4-dwubromo - 6 - (3'-sulfofenyl- amino)-s-triazyna	„
XVII	kwas 4-amino-4'-(2'',4''- dwuamino- fenylazo) - stylbeno - 2,2'-dwusulfonowy	2,4-dwuchloro - 6 - (3'-sulfofenyl- amino)-s-triazyna	„
XVIII	kwas 4-amino-4'-(2'',4''- dwuamino- fenylazo) - stylbeno - 2,2'-dwusulfonowy	2,4-dwuchloro - 6- (3',5'-dwusulfofenylamino)-s-triazyna	„
XIX	„ „	2,4-dwuchloro - 6 - (2' - metylo - 5' -sulfofenylamino)-s-triazyna	„

Przykład	Związek poliaminoazowy	Związek heterocykliczny (B)	Odcień
XX	kw. 6-amino-2-(2'-4'-dwuamino-3'-metylofenylazo) - naftaleno - 4,8 - dwusulfonowy	2,4-dwuchloro - 6 - (3'-sulfofenyloamino)-s-triazyna	czerwonawo- żółty
XXI	kw. 6-amino-2-(2'-amino-4'-N-metyloaminofenylazo) - naftaleno - 4,8 - dwusulfonowy	" "	"
XXII	kw. 1-amino-4-(2',4'-dwuaminofenylazo)-naftaleno-7-sulfonowy	2,4-dwuchloro - 6 - (3'-sulfofenyloamino)-s-triazyna	pomarańczowy
XXIII	kw. 2 - [-2',5'-dwumetylo-4'-(2'',4'')-dwuaminofenylazo] - fenylazo] - 6 - aminonaftaleno-4,8-dwusulfonowy	2,4-dwuchloro - 6 - (3',5'-dwusulfofenyloamino)-s-triazyna	"
XXIV	kw. 2, - [4'-(2'',4'')-dwuaminofenylazo] - 2' - aminofenylazo] - 6 - aminonaftaleno-4,8-dwusulfonowy	2,4-dwuchloro - 6 - (3'-sulfofenyloamino)-s-triazyna	brunatny
XXV	kw. 2-[-4'-(2'',4'')-dwuaminofenylazo] - 2'-aminofenylazo]-6-aminonaftaleno-4,8-dwusulfonowy	2,4-dwuchloro - 6 - (2' - metylo - 5' - sulfofenyloamino)-s-triazyna	"

9

Przykład XXVI. Kw. 6-amino-2-(4'-chloro-6'-metoksy-s-triazynylo-2'-amino) - naftaleno - 4,8 - dwusulfonowy dwuazuje się i sprzęga z równomolową ilością m-fenilenodwuaminy, w środowisku kwasowym.

Roztwór 6,25 części otrzymanej soli dwusodowej związku dwuazowego w 100 częściach wody wprowadza się mieszając, do zawiesiny 8,0 części 2-(3',5'-dwusulfofenyloamino) - 4,6-dwuchloro-s-triazyny w 40 częściach octanu i 80 częściach wody. Mieszanie podgrzewa się do temperatury 40°C, w ciągu 3 godzin, utrzymując wartość pH = 7 przez dodawanie 10% roztworu wodnego węgla sodu. Po dodaniu 20 części chlorku sodu, wytrącony osad odsadza się i suszy.

Otrzymany barwnik zawiera w cząsteczce 3,3 atomy chloru, dającego się hydrolizować.

Barwnik zastosowany do farbowania celulozowych materiałów włókienniczych w obecności czynnika wiążącego kwasy, wykazuje doskonałą zdolność wiązania z włóknem i daje czerwono-żółte odcienie o bardzo dużej odporności na pranie i działanie światła.

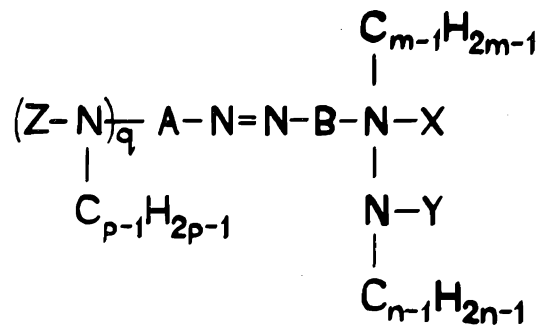
Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania rozpuszczalnych w wodzie reaktywnych barwników azowych o ogólnym wzorze 1, w którym A oznacza rodnik aromatyczny, B oznacza rodnik benzenowy lub naftalenowy, ewentualnie podstawione, X, Y i Z są takie same lub różne i oznaczają grupy 2,4-dwuchloro-s-triazynyłową, 2-chloro-4-metoksy-s-triazynyłową, 2-chloro-4-sulfoanilino-s-triazynyłową, 2-chloro-4-sulfotoluidyno-s-triazynyłową, 2-chloro-4-karboksylosulfoanilino-s-triazynyłową lub 2-chloro-4-dwusulfoanilino-s-triazynyłową, symbole m, n i p oznaczają wartości liczbowe całkowite

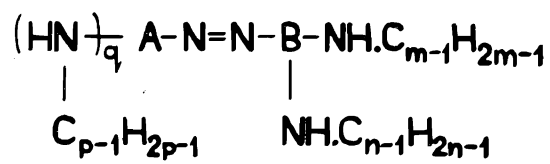
10

1-6, a symbol q oznacza wartość liczbowa 1 lub 2 i zawierających co najmniej 2 grupy sulfonowe w cząsteczce, **znamienny tym**, że w przypadku wytwarzania barwników o ogólnym wzorze 1, w którym wszystkie symbole mają wyżej podane znaczenie, a grupy Z, X i Y są takie same, związek azowy o ogólnym wzorze 2, w którym A, B, m, n, p i q mają wyżej podane znaczenie, poddaje się reakcji ze związkiem s-triazynowym o ogólnym wzorze X-C1, w którym X ma wyżej podane znaczenie, w stosunku molowym 1:(q+2) albo w przypadku wytwarzania barwników o ogólnym wzorze 1, w którym wszystkie symbole mają znaczenie podane w zastrz. 1, a grupy Z i X są takie same lub różne, związek azowy o ogólnym wzorze 3, w którym Z, A, B, m, n i q mają znaczenie jak w zastrz. 1, poddaje się reakcji ze związkiem s-triazynowym o ogólnym wzorze X-C1, w którym X ma wyżej podane znaczenie, w stosunku molowym 1:2 albo w przypadku wytwarzania barwników o ogólnym wzorze 1, w którym wszystkie symbole mają znaczenie podane w zastrz. 1 a Z, X i Y są takie same lub różne, związek azowy o ogólnym wzorze 4, w którym Z, A, B, X, Y, m i q mają znaczenie jak w zastrz. 1, poddaje się reakcji ze związkiem o ogólnym wzorze X-C1, w którym X ma wyżej podane znaczenie, w stosunku równomolowym.

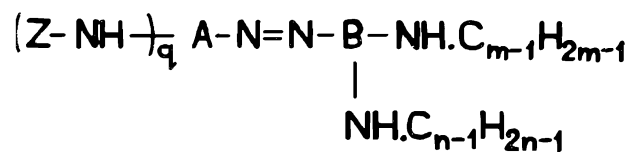
2. Odmiana sposobu według zastrz. 1, **znamienna tym**, że związek azowy o ogólnym wzorze 1, w którym A, B, m, n, p i q mają znaczenie podane w zastrz. 1, a X, Y i Z, każdy oddzielnie, stanowią atom wodoru, poddaje się reakcji z chlorkiem cyjanurowym, po czym otrzymany produkt poddaje się reakcji z kwasem anilino-monosulfonowym lub anilindwusulfonowym, sulfoaminobenzoowym lub sulfotoluidyną, w obu reakcjach w stosunku molowym 1:(q+2).



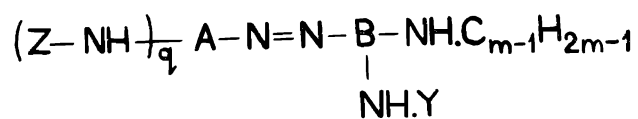
WZÓR 1



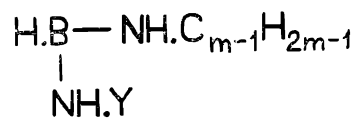
WZÓR 2



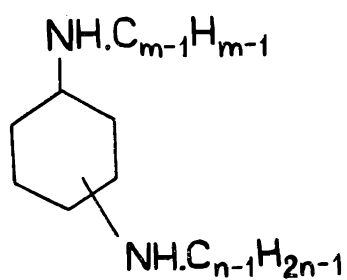
WZÓR 3



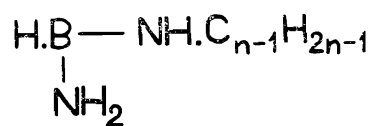
WZÓR 4



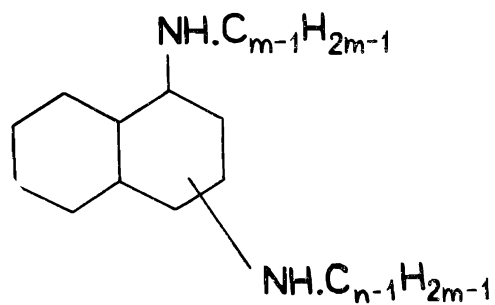
WZÓR 7



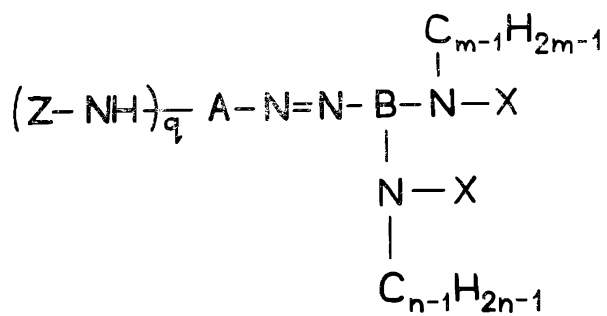
WZÓR 5



WZÓR 8



WZÓR 6



WZÓR 9