



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

225 528

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita

(22) Přihlášeno 27 08 82

(21) PV 6249 - 82

(51) Int. Cl.³ C 09 B 29/03

(40) Zveřejněno 24 06 83

(45) Vydáno 01 12 84

(75)

Autor vynálezu

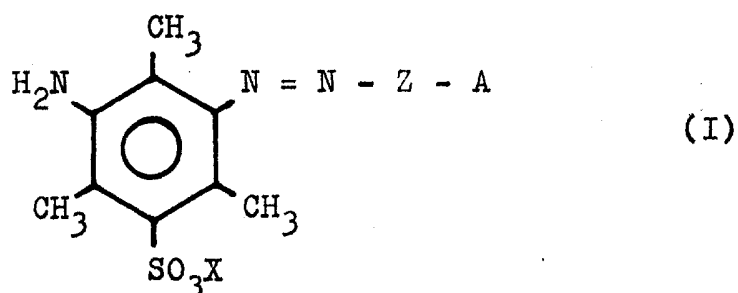
KOHOUTEK VÁCLAV ing., PARDUBICE,
HORYNA JAROSLAV ing., JENÍKOVICE

(54)

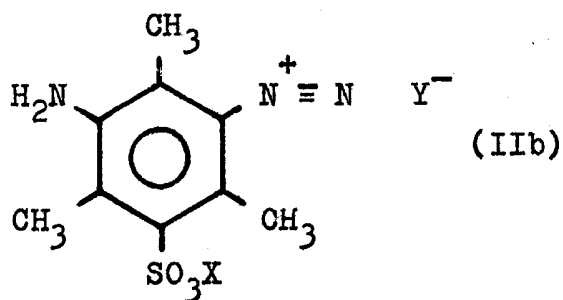
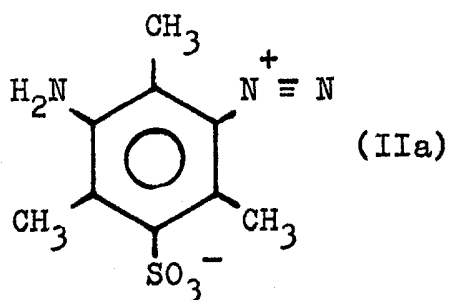
Monoazobarvivo na bázi 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonové kyseliny a
způsob jeho přípravy

Vynález se týká nových monoazobarviv na bázi 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonové kyseliny a způsobu jejich přípravy kopulací diazoniových solí diaminomesitylensulfokyseliny s pasivními azokomponentami.

Předmětem tohoto vynálezu jsou monoazobarviva na bázi 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonové kyseliny obecného vzorce I



kde X značí vodík nebo kationt, Z je zbytek pasivní azokomponenty alifatických, aromatických nebo heterocyklických derivátů, A značí aktivující auxochromní skupinu např. OH, NH₂, OR, NHR, NR₂, NHAr, NH-SO₃H, NH-SO₂Ar, NH-NO₂, kde R značí alkyl s jedním nebo dvěma uhlíky a Ar aryl s 6 až 10 atomy uhlíku a způsob jejich přípravy spočívající v tom, že se vzájemně působí diazoniovými solemi 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonové kyseliny, charakterizovanými obecnými vzorci IIa resp. IIb



kde Y⁻ značí aniont silné kyseliny, X má výše uvedený význam, a pasivními azokomponentami obecného vzorce H-Z-A, kde Z a A mají

výše uvedený význam, při teplotě 0 až 40 °C v prostředí, kde je pH 3 až 13.

Z pasivních azokomponent jsou vhodné sloučeniny alifatické např. s acetoacetylovým zbytkem v molekule, sloučeniny heterocyklické např. 1-aryl-5-pyrazolony, hydroxychinoliny a komponenty aromatického charakteru např. fenoly, aminofenoly, aminy, naftoly, aminonaftoly a podobně.

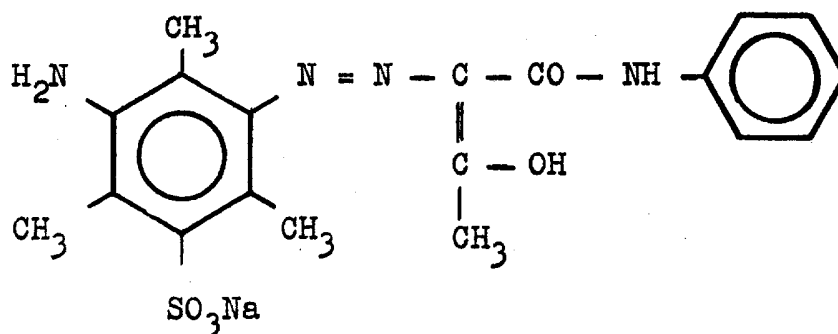
Diazoniové soli obecného vzorce IIa resp. IIb lze připravit z 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonové kyseliny a jejích solí podle A.O. 225037.

Kopulaci diazoniových solí se zvolenými pasivními azokomponentami lze provést některým ze známých způsobů běžných v azochemii. V technické praxi je výhodný postup, kdy se reakční směs po diazotaci 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonové kyseliny směšuje s roztokem pasivní azokomponenty a pH reakční směsi se - podle požadavku upraví přidávkou alkálie nebo kyseliny. Tak lze kopulovat fenoly a naftoly v alkalickém prostředí, kopulace s aminy provádět v neutrálním nebo slabě kyselém prostředí. Vysoké výtěžky azobarviv se dosáhnou při práci za snížených teplot, při intenzivním míchání, případně s mírným nadbytkem pasivních azokomponent.

Příklad 1

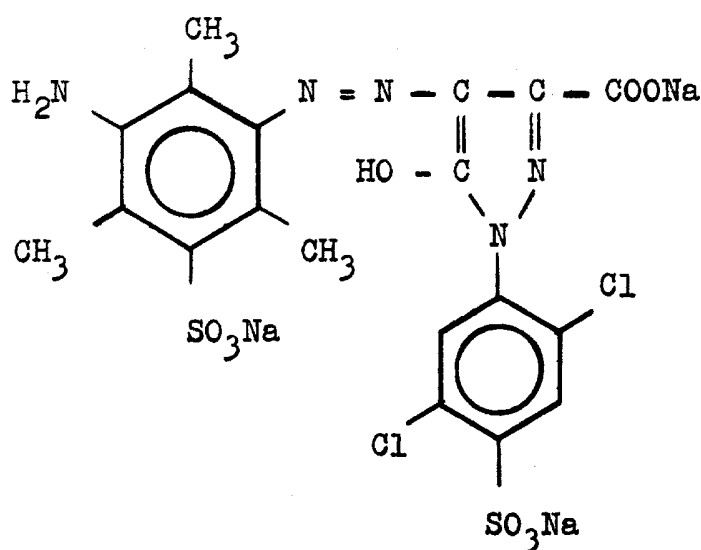
Do 100 ml vody se přidá 1,2 g hydroxidu sodného a 0,03 mol 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonové kyseliny a k získanému roztoku se přilije 18 ml kyseliny chlorovodíkové o koncentraci c (HCl) = 5 mol/l (0,09 mol). Vzniklá suspenze se ochladí na teplotu 5 °C vhozením 72 g ledu, načež se během 30 minut přikape 12 ml vodného roztoku dusitanu sodného o koncentraci c (NaNO_2) = 2,5 mol/l (0,03 mol) při teplotě 5 °C za intenzivního míchání. Získaná reakční směs se přidá k roztoku připravenému z 80 ml vody, 5,42 g 100% acetoceanilidu (0,0306 mol) a 17 ml roztoku hydroxidu sodného o koncentraci c (NaOH) = 2,5 mol/l, ochlazenému na 10 °C. Vzniklá žlutá suspenze se zalkalizuje přidávkou 10 ml hydroxidu sodného o koncentraci c (NaOH) = 2,5 mol/l a míchá se po dobu 30 minut. Potom se reakční směs zahřeje na 80 °C a z roztoku se barvivo vysolí přidávkou 29 g NaCl. Suspenze se za míchání ochladí na 20 °C, pevný podíl se odfiltruje a filtrační koláč usuší

při 105 °C do konstantní hmotnosti. Získá se 92 % teorie žlutého barviva konstituce



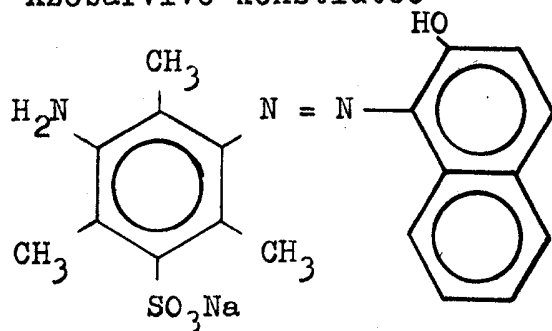
Příklad 2

Postupem popsaným u př. 1 se připraví suspenze diazoniové soli z 0,03 mol 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonové kyseliny; tato suspenze se vlije do zneutralisovaného vodného roztoku připraveného z 11,74 g 92% 1-(2',5'-dichlor-4'-sulfofenyl)-3-karboxy-5-pyrazolanu (0,0306 mol), 100 ml vody a 10% NaOH, načež se reakční směs zalkalizuje 20 ml vodného roztoku hydroxidu sodného o koncentraci $c(\text{NaOH}) = 2,5 \text{ mol/l}$. Oranžově žlutý roztok se zahřeje na 70 °C a při této teplotě se barvivo vysolí přidavkem 75 g NaCl. Vzniklá suspenze se 30 minut míchá, načež se pevný podíl odfiltruje a koláč usuší. Získá se 89 % teorie oranžově žlutého barviva konstituce



Příklad 3

Azobarvivo konstituce

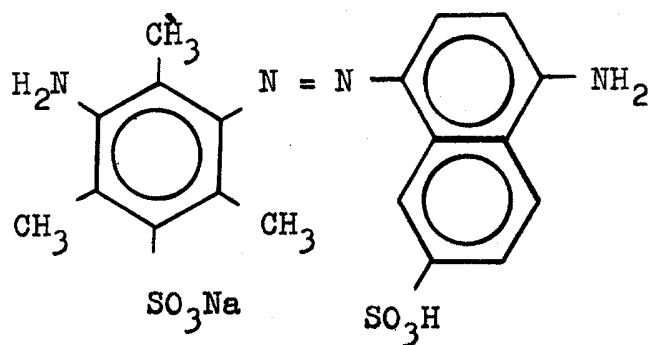


225 528

se připraví z 0,03 mol 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonové kyseliny a 0,0306 mol 2-naftolu analogickým způsobem jako u příkladu 1 a 2 ve výtěžku 93,5 % teorie.

Příklad 4

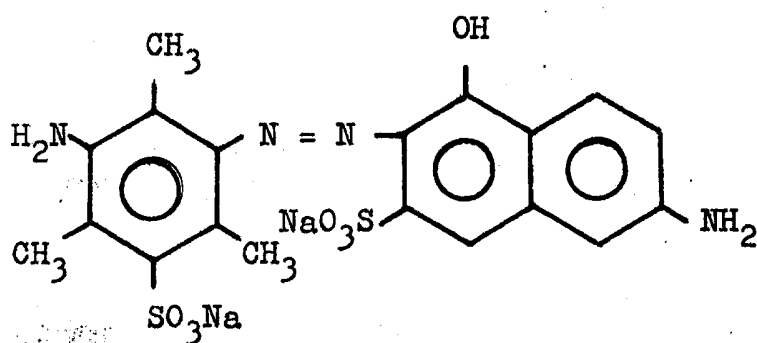
Do 90 ml vody se přidá 7,69 g 88,8% 1-naftylamin-6-sulfonové kyseliny (0,0306 mol) a 4,5 ml roztoku hydroxidu sodného o koncentraci $c(\text{NaOH}) = 2,5 \text{ mol/l}$. K vzniklému roztoku se při teplotě 8°C přidá 180 ml suspenze diazoniové soli 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonové kyseliny (0,03 mol) připravené dle příkladu 1. Kyselost reakční směsi se otupí 20 ml roztoku hydroxidu sodného o koncentraci $c(\text{NaOH}) = 2,5 \text{ mol/l}$ (pH 5 až 6) a míchá se 30 minut. Potom se při teplotě 70°C přidá 75 g chloridu sodného, reakční směs se okyselí koncentrovanou kyselinou chlorovodíkovou na pH 3 a vzniklá suspenze se míchá 1 hodinu při 20°C , načež se pevný podíl odfiltruje a koláč usuší. Získá se 90,5 % teorie tmavě hnědého barviva konstituce.



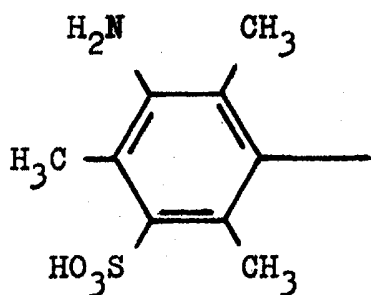
Příklad 5

225 528

180 ml suspenze diazoniové soli teploty 5 °C, připravené z 0,03 mol 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonové kyseliny postupem popsáním v příkladu 1, se za intenzivního míchání vlije do neutrálního roztoku objemu 100 ml, teploty 8 °C, obsahujícího 0,030 6 mol 1-naftol-3-amino-6-sulfonové kyseliny. Reakční směs se alkalizuje na pH 8,5, načež se míchá 1 hodinu, potom vyhřeje na 80 °C a z roztoku se barvivo vysolí analogicky jako v příkladu 2. Získá se 88 % teorie barviva následující konstituce



Další příklady monoazobarviv na bázi 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonové kyseliny s pasivními azokomponentami z benzenové řady obsahuje Tabulka I (příklad 6 až 20) a s pasivními komponentami z naftalenové řady Tabulka II (příklad 20 až 30). V uvedených vzorcích je označen pro jednoduchost



jako Ar -

Tabulka I

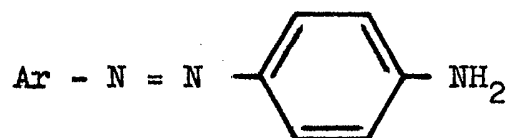
225 528

Monoazobarviva na bázi 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonové kyseliny s pasivními azokomponentami z benzenové řady.

Příklad	Pasivní komponenta	Struktura barviva
---------	--------------------	-------------------

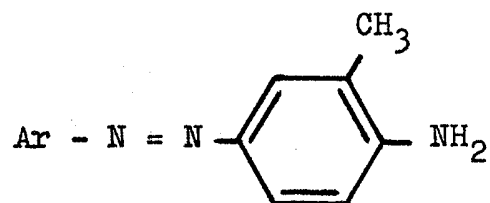
6

anilin



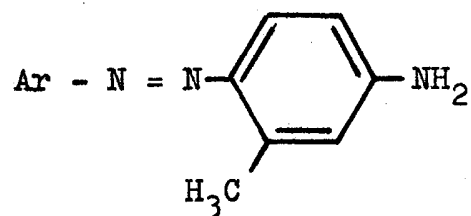
7

o-toluidin



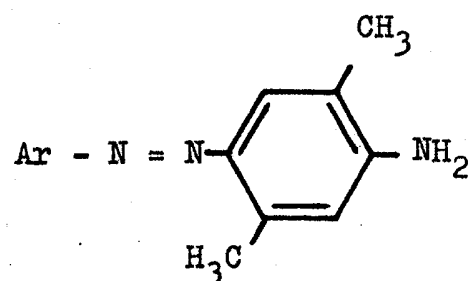
8

m-toluidin



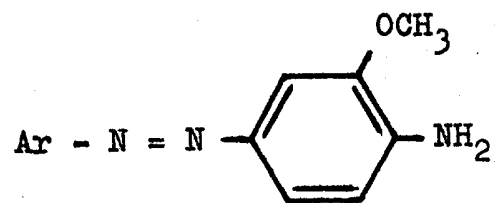
9

p-xyloidin

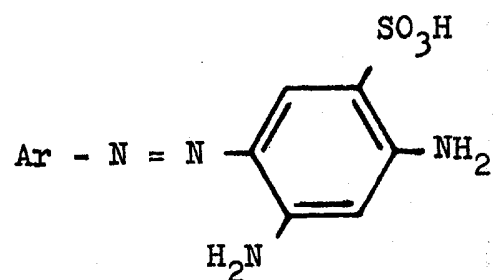


225 528

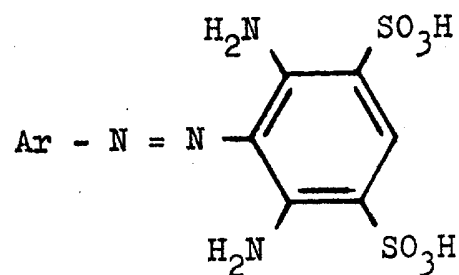
10 o-anisidin



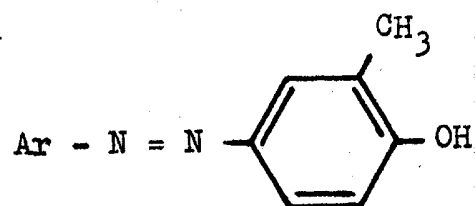
11 1,3-fenylendiamin-
-4-sulfokyselina



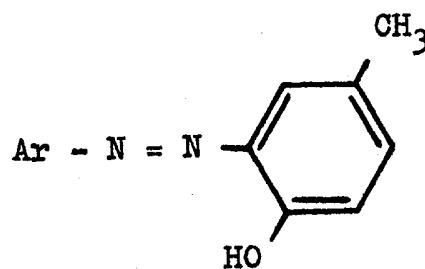
12 1,3-fenylendiamin-
-4,6-disulfokyselina



13 o-kresol



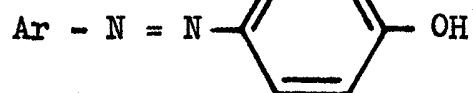
14 p-kresol



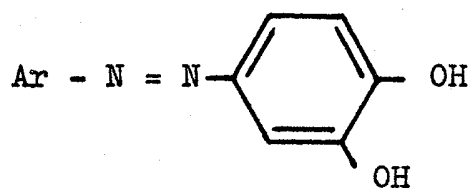
225 528

COOH

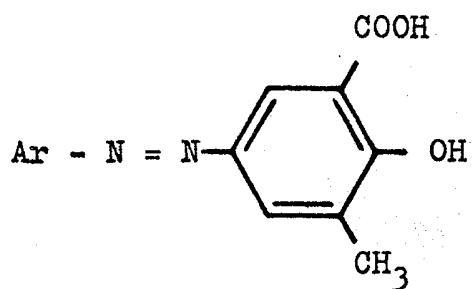
15 kyselina salicylová



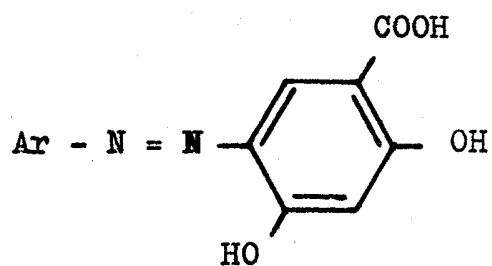
16 pyrokatechin



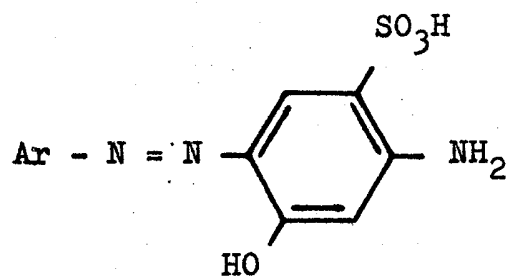
17 kyselina kresotinová

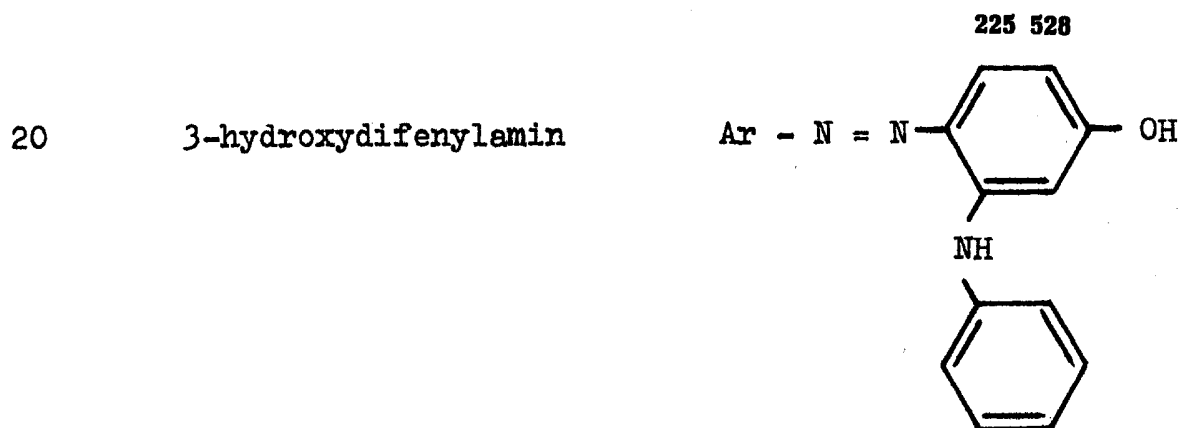


18 kyselina resorcylová



19 3-aminofenol-4-
-sulfokyselina

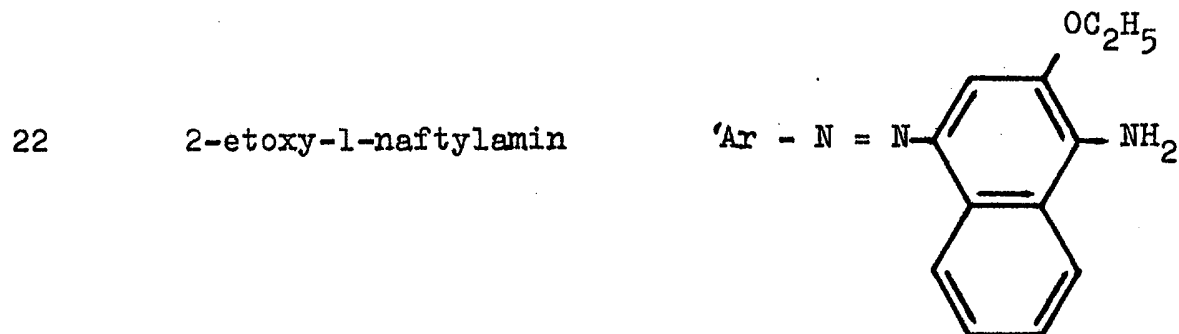




Tabulka II

Monoazobarviva na bázi 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonové kyseliny s pasivními azokomponentami z naftalenové řady.

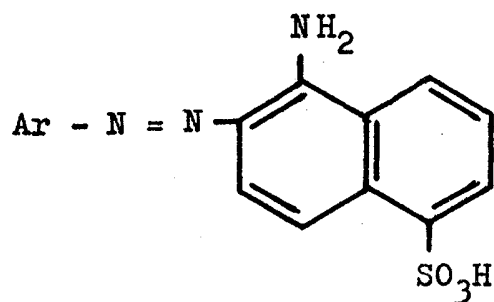
Příklad	Pasivní azokomponenta	Struktura barviva



225 528

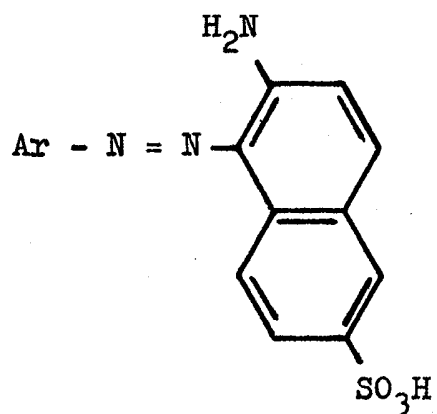
23

1-naftylamin-5-
-sulfokyselina



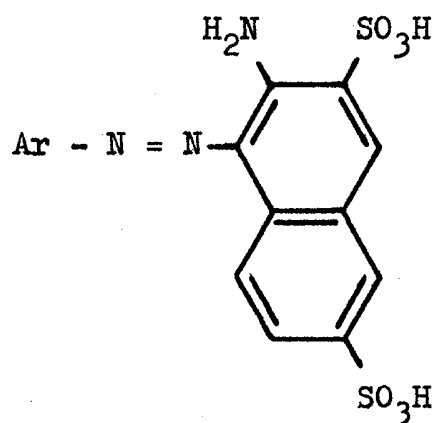
24

2-naftylamin-6-
-sulfokyselina



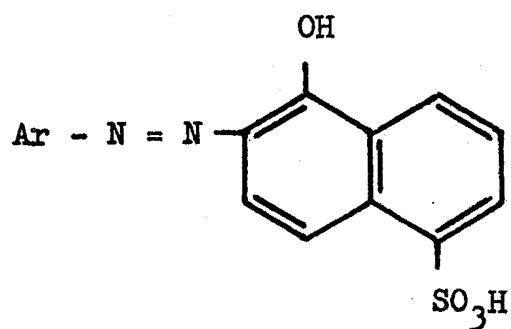
25

2-naftylamin-3,6-
-disulfokyselina



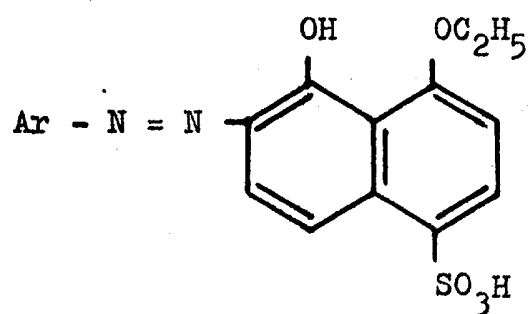
26

1-naftol-5-
-sulfokyselina

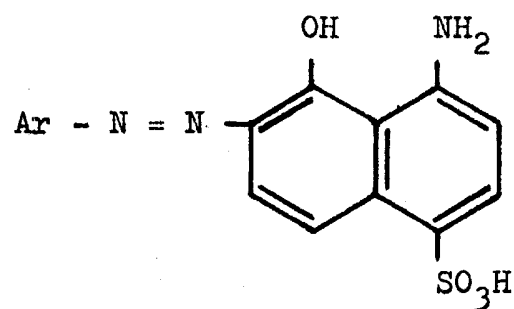


225 528

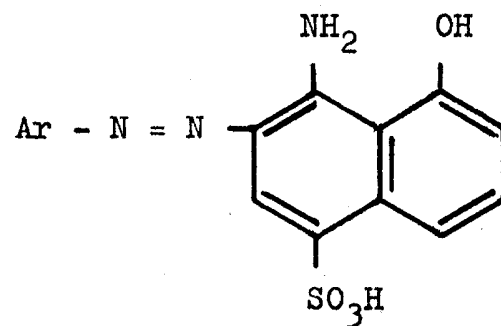
27 1-hydroxy-8-etoxy-
naftalen-5-sulfo-
kyselina



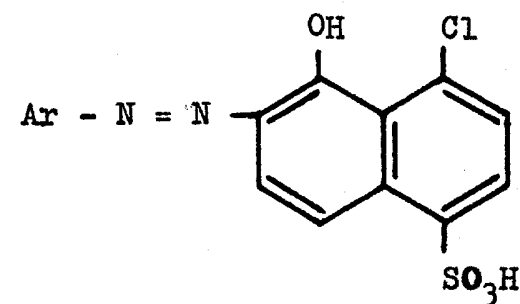
28 1-amino-8-naftol-
-4-sulfokyselina
(kopulace v alkalickém
prostředí)



29 1-amino-8-naftol-
-4-sulfokyselina
(kopulace v kyselém
prostředí)



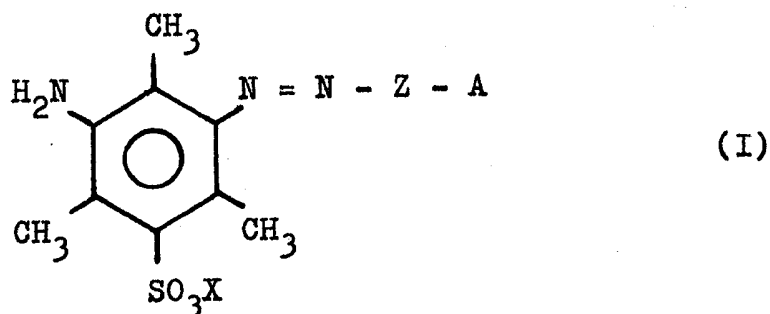
30 8-chlor-1-naftol-
-5-sulfokyselina



P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

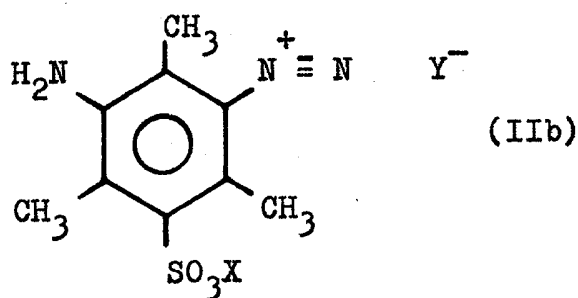
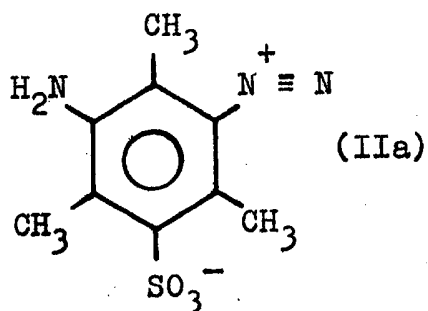
225 528

1. Monoazobarvivo na bázi 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonové kyseliny obecného vzorce I



kde X značí vodík nebo kationt, Z je zbytek pasivní azokomponenty alifatických, aromatických nebo heterocyklických derivátů, A značí aktivující auxochromní skupinu např. OH, NH₂, OR, NHR, NR₂, NHAr, NH-SO₃H, NH-SO₂Ar, NH-NO₂, kde R značí alkyl s jedním nebo dvěma uhlíky a Ar aryl s 6 až 10 atomy uhlíku.

2. Způsob přípravy monoazobarviva obecného vzorce I, kde X, Z a A má v bodu 1 uvedený význam, vyznačený tím, že se nechává reagovat diazoniová sůl 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonové kyseliny obecného vzorce IIa nebo IIb



kde Y⁻ značí aniont silné kyseliny, X má výše uvedený význam, s pasivní azokomponentou obecného vzorce H-Z-A, kde Z a A mají výše uvedený význam, při teplotě 0 až 40 °C v prostředí, kde je pH 3 až 13.