

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

66620

Patent dodatkowy
do patentu _____

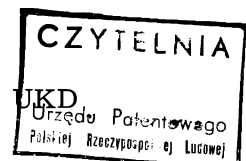
Zgłoszono: 26.VII.1969 (P 135 062)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 28.II.1973

Kl. 22a,47/02

MKP C09b 47/02



Współtwórcy wynalazku: Andrzej Kujawski, Witold Hahn

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa
(Polska)

Sposób wytwarzania polisiarczku tetraazaporfiny

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania polisiarczku tetraazaporfiny o wzorze 1, posiadającego własności pigmentu o barwie szarozielonej, który po zredukowaniu nadaje się do barwienia i drukowania materiałów celulozowych.

Spośród związków tego typu znane były dotychczas i stosowane do barwienia i drukowania włókien roślinnych polisiarczek ftalocyjaniny miedzi oraz produkty dalszego siarkowania tego połączenia. Polisiarczek tetraazaporfiny, otrzymywany z 1,4-dwutia-2,3-dwucyjano-5-fenylocykloheksenu-1, nie był dotychczas znany.

Sposobem według wynalazku poddaje się czterosulfochlorek tetraazaporfiny o wzorze 2 w znany sposób reakcji redukcji w środowisku stężonego kwasu solnego za pomocą żelaza lub chlorku cynawego. Otrzymuje się czteromerkaptan tetraazaporfiny o wzorze 3, który ogrzewa się następnie w środowisku wodnym do temperatury wrzenia i przepuszcza w tych warunkach przez masę reakcyjną powietrze, przy czym następuje utlenienie czteromerkaptanu tetraazaporfiny o wzorze 3 do polisiarczku tetraazaporfiny o wzorze 1. Produkt reakcji wyodrębnia się następnie i oczyszcza znany sposobem.

Otrzymany sposobem według wynalazku polisiarczek tetraazaporfiny stanowi pigment o barwie szarozielonej, bardzo odporny na działanie rozpuszczalników organicznych i temperatury. W postaci

2

pigmentu może być stosowany do barwienia tworzyw sztucznych.

Omawiany związek może być także stosowany do barwienia i drukowania materiałów celulozowych przez przeprowadzenie go znany sposobem w rozpuszczalną postać zredukowaną, naniesienie go w tej postaci na materiał i następne utlenienie. Procesy barwienia i drukowania prowadzi się znanymi sposobami, stosowanymi w przypadkach barwienia i drukowania barwnikami siarkowymi. W przypadku drukowania można także wytwarzać postać zredukowaną na tkaninie podczas procesu parowania przez dodanie do pasty drukarskiej, zawierającej polisiarczek tetraazaporfiny, środków redukujących, po czym utlenia się otrzymaną na tkaninie postać zredukowaną znany sposobem.

Wynalazek ilustruje następujący przykład, w którym stopnie temperatury podane są w stopniach Celsjusza:

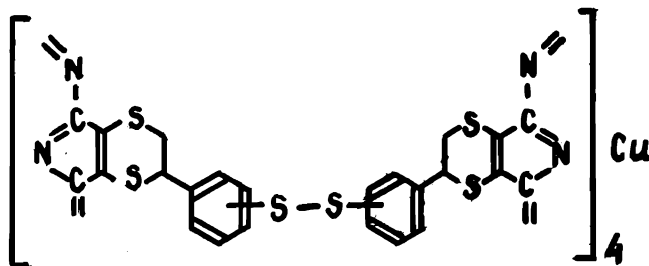
Przykład. 0,12 gramocząsteczki chlorku cynawego rozpuszcza się w 50 ml stężonego kwasu solnego. Do tego roztworu dodaje się porcjami 0,01 gramocząsteczki czterosulfochlorku tetraazaporfiny o wzorze 2 w postaci pasty. Temperatura masy reakcyjnej podnosi się w czasie dodawania pasty sulfochlorku samorzutnie do 35–40°. Całość ogrzewa się następnie do temperatury 50° i utrzymuje w tych warunkach w ciągu 1 godziny. W miarę przebiegu reakcji następuje zmiana zabarwienia środowiska z niebieskiego na brązowe.

Masę reakcyjną rozcieńcza się 200 ml wody, ogrzewa do wrzenia i sączy. Otrzymaną postę czteromerkaptanu tetraazaporfiny o wzorze 3 umieszcza się ponownie w 200 ml wody, ogrzewa całość do temperatury wrzenia i przepuszcza przez masę reakcyjną powietrze w ciągu 2 godzin. Osad odsąca się i suszy w temperaturze 100°. Suchy produkt rozpuszcza się w 30-krotnej ilości kwasu siarkowego w temperaturze 60°, wylewa do wody, sączy i przemyma wodą do zaniku reakcji kwaśnej na papierek kongo. Wyodrębniony produkt suszy się następnie w temperaturze 100° i ekstrahuje dwukrotnie dwiema porcjami po 100 ml wrzącego metanolu, sączy i suszy w temperaturze 100°. Otrzymuje się z wydajnością 79—82% polisiarczek tetraazaporfiny o wzorze 1, nie topiący się do temperatury 350°.

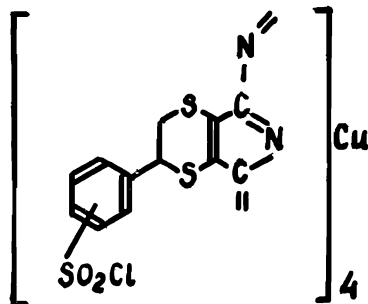
Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania polisiarczku tetraazaporfiny o wzorze 1, posiadającego własności pigmentu o barwie szarozielonej, który po zredukowaniu nadaje się do barwienia i drukowania materiałów celulozowych, **znamienny tym**, że czterosulfochlorek tetraazaporfiny o wzorze 2 poddaje się reakcji redukcji, po czym utlenia się otrzymaną pochodną czteromerkaptanową o wzorze 3 do związku o wzorze 1.

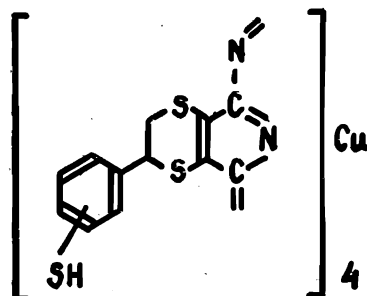
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że reakcję utleniania związku o wzorze 3 prowadzi się w środowisku wodnym, przepuszczając powietrze w temperaturze wrzenia.



Wzór 1



Wzór 2



Wzór 3