



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Kl. 46156

62/08
Kl. 22 a, ***Zakłady Przemysłu Barwników „Boruta“*)**

Zgierz, Polska

**Sposób wytwarzania barwników monoazowych
zawierających pierścień triazynowy**

Patent trwa od dnia 24 grudnia 1960 r.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania barwników monoazowych zawierających pierścień triazynowy.

Znane są barwniki monoazowe zawierające pierścień triazynowy z ugrupowaniem 4,8-dwu-sulfonaftaleno-2,4' -azobenzeno-1' -aminowym, np. według brytyjskiego opisu patentowego nr 774925.

Znane są również barwniki azowe zawierające pierścień triazynowy z ugrupowaniem 1-amino-8-naftolo-7,1'-azofenylowym.

Barwniki te wyróżniają się właściwością chemicznego łączenia się z włóknami celulozowymi już w temperaturze pokojowej, tworząc trwałe wybarwienie odporne na działanie światła, na tarcie i czynniki mokre.

Stwierdzono, że otrzymuje się również barwniki o wyżej wymienionych właściwościach, je-

żeli m-lub p-nitroanilinę lub jej pochodną zdwuazuje się i sprzęgnie w środowisku kwaśnym z kwasem 2-amino-8-naftolo-6-sulfonowym (kwas Gamma) lub z kwasem 2-amino-5-naftolo -7-sulfonowym (kwas J), po czym w wytworzonym związku grupę nitrową zredukuje się do grupy aminowej, a następnie skondensuje się go z 1,3,5 - tróchlorotriazyną. W efekcie otrzymuje się barwnik, w którym pierścień triazynowy jest połączony z ugrupowaniem aminobenzenoazonafityloaminowym.

Reakcja przebiega według wzoru (1).
We wzorze tym X oznacza H, CH₃, OCH₃, Cl, Br, OC₂H₅, CF₃, NHCOCH₃, CN, NHCOC₆H₅, SO₂NH₂, —NHC₆H₅, —NHC₆H₄OCH₃, —SO₂NHC₆H₅ lub inne podstawniki za wyjątkiem grup —OH lub NH₂, Y oznacza H lub SO₃H, Z₁ — OH, a Z₂ — SO₃H, przy czym jeżeli jedno Z₁ oznacza OH, to drugie Z₁ oznacza H, jak również jeżeli jedno Z₂ oznacza SO₃H, to drugie Z₂ oznacza H.

Jako pochodne m- lub p-nitroaniliny stosu-

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

je się według wynalazku np. kwas p-nitroanilino 2 sulfonowy, m -nitroanilino-4 sulfonowy lub 4 nitro-2-anizydynę.

Do sprzęgania z kwasem J lub Gamma zamiast m- lub p-nitroaniliny lub ich pochodnych można stosować według wynalazku również m- lub p-fenilenodwuaminę, w której jeden wodór jednej z dwóch grup aminowych jest podstawiony grupą acylową, np. COCH_3 lub COCOOH , a drugi wodór w tejże grupie aminowej może być podstawiony grupą alkilową o 1—5 atomach węgla. Po sprzęgnięciu zdwuazowanej acylowej pochodnej fenilenodwuaminy z kwasem J lub Gamma grupę acylową zmydla się znanymi metodami, a następnie kondensuje się z 1, 3, 5 — tróchlorotriazyną.

Reakcja przebiega według wzoru (2).

We wzorze tym R oznacza H lub grupę alkilową o 1—5 atomach węgla, a R_1 — grupę acylową, X, Y, Z_1 i Z_2 mają te same podstawniki jak we wzorze 1.

Jako acylowane m- lub p-fenilenodwuaminy stosuje się np. kwas 3-acetyloaminoanilino-6-sulfonowy, kwas 4-acetyloaminoanilino-2-sulfonowy, 4-oksalyloaminoanilino-3-sulfonowy, lub 3-oksalyloaminoanilino-2-metylo-5-sulfonowy.

Wytwarzane sposobem według wynalazku barwniki odznaczają się dużą rozpuszczalnością w wodzie, zdolnością barwienia bawełny, włókna sztucznego, wełny, jedwabiu naturalnego oraz włókna syntetycznego. Włókna pochodzenia roślinnego barwią się w temperaturze pokojowej, a inne rodzaje włókien w temperaturze podwyższonej.

Wybarwienie otrzymywane przy zastosowaniu tych barwników jest bardzo żywe oraz trwałe na czynniki mokre i światło.

Dwuazowanie wyżej wymienionych m- lub p-nitroanilin lub ich pochodnych prowadzi się znanymi metodami i wytworzony dwuazowiazek sprzęga się w wodnym kwaśnym środowisku z kwasem J lub Gamma w stosunku molowym 1:1, po czym grupę nitrową redukuje się na grupę aminową i kondensuje następnie z 1, 3, 5-tróchlorotriazyną. Wydzielający się podczas kondensacji chlorowodor zobojętnia się bardzo ostrożnie 2-n roztworem węgla lub dwuwęgla sodowego utrzymując wartość pH w granicach bliskich 7.

W przypadku stosowania acylowych pochodnych komponentów czynnych zamiast nitroanilin w wytworzonym związku monoazowym

grupę acylową zmydla się znanymi metodami, a następnie kondensuje z 1, 3, 5-tróchlorotriazyną w warunkach podanych wyżej.

Przykład I. 0,1 mola zdwuazowanej 4-nitro-2-sulfoaniliny sprzęga się w środowisku kwaśnym z 0,1 mola kwasu Gamma, a grupę nitrową w wytworzonym związku monoazowym redukuje się do aminy przy pomocy wodnego roztworu 0,21 mola siarczku sodowego w temperaturze 50—55°C. Otrzymany aminoazowiazek wysala się solą kuchenną i odsąca. Wydzieloną pastę aminoazowiażku rozpuszcza się w 800 ml wody, oziębia do temperatury 0°C, a otrzymany roztwór wkrapla się do zawiesiny 0,11 mola 1,3,5-tróchlorotriazyny w 100 ml wody i 200 g lodu. Po wkropleniu całej ilości aminoazowiażku, masę reakcyjną miesza się w ciągu 30 minut po czym wkrapla się do niej w ciągu 90 minut 2n wodny roztwór 0,053 mola węgla sodowego, utrzymując wartość pH środowiska = 7, a temperaturę 0°C. Po skończonej kondensacji masę reakcyjną sący się, a następnie przesącza wysala solą kuchenną w ilości 180 g, przy czym wydziela się wytworzony barwnik, który odsąca się i wysusza w temperaturze poniżej 50°C. Reakcja przebiega według wzoru 3.

Wytworzony barwnik jest łatwo rozpuszczalny w wodzie i barwi na kolor niebiesko-czerwony włókna pochodzenia roślinnego w środowisku słabo zasadowym, a włókna pochodzenia zwierzęcego i włókna syntetyczne w środowisku słabo kwaśnym.

Przykład II. 0,1 mola zdwuazowanego kwasu 3-acetyloaminoanilino - 6 - sulfonowego sprzęga się w środowisku kwaśnym z 0,1 mola kwasu Gamma, a grupę acetylową w wytworzonym monoazowiażku zmydla się przy pomocy 0,8 mola kwasu siarkowego w temperaturze 80—85°C. Otrzymany aminoazowiazek wysala się solą kuchenną i odsąca. Oddzieloną pastę rozpuszcza się w wodzie i za pomocą węgla sodowego przeprowadza się w sól sodową, po czym ponownie wysala i odsąca. Ponownie oddzieloną pastę rozpuszcza się w 700 ml wody, oziębia do temperatury 0°C i kondensuje z 1,3,5-tróchlorotriazyną, postępując dalej według przykładu I. Reakcja przebiega według wzoru 4.

Wytworzony barwnik jest łatwo rozpuszczalny w wodzie i barwi na kolor żółto-czerwony

włókna pochodzenia roślinnego w środowisku zasadowym, a włókna pochodzenia zwierzęcego i włókna syntetyczne w środowisku słabo kwaśnym.

Zastrzeżenia patentowe

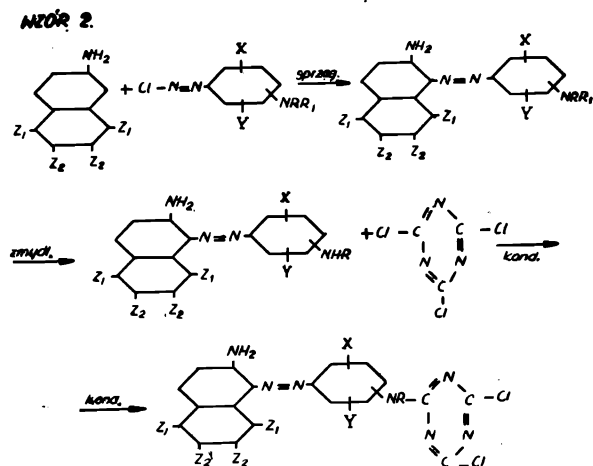
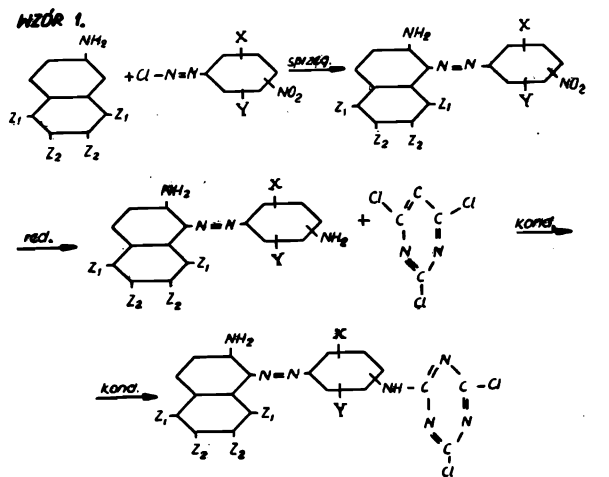
1. Sposób wytwarzania barwników monoazowych zawierających pierścień triazynowy, znamienny tym, że m-lub p-nitroanilinę, ewentualnie zawierającą podstawniki X i Y według wzoru (1), dwuazuje się i sprzęga w środowisku kwaśnym z kwasem 2-amino-8-naftolo-6-sulfonowym lub z kwasem 2-amino-5-naftolo-7sulfonowym, po czym w wytworzonym monoazozwiązku grupę nitrową redukuje się do grupy aminowej, a otrzymywany barwnik azowy kondensuje się z 1,3,5-trójklorotriazyną, przy czym reakcja przebiega według wzoru (1).
2. Odmiana sposobu według zastrz. 1, znamienna tym, że zamiast m-lub p-nitroaniliny, do sprzęgania stosuje się pochodną m-lub

p-fenylenodwuaminy, w której jeden wodór jednej z dwóch grup aminowych jest podstawiony grupą acylową, a drugi wodór w tejże acylowanej grupie aminowej jest ewentualnie podstawiony grupą alkilową o 1—5 atomach węgla, po czym w wytworzonym monoazozwiązku grupę acylową zmydla się, a otrzymany związek aminowy lub ewentualnie iminowy kondensuje się z 1,3,5-trójkchlorotriazyną, przy czym reakcja przebiega według wzoru (2).

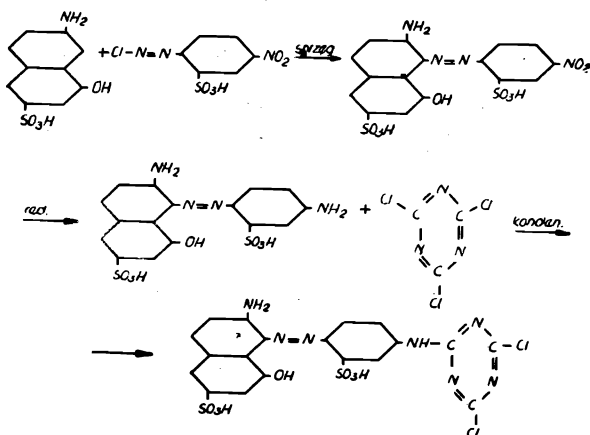
3. Sposób według zastrz. 2, znamienny tym, że jako pochodną m-lub p-fenylenodwuaminy stosuje się m-lub p-monoacylofenylenodwuaminę, która ewentualnie zawiera podstawniki X lub Y według wzoru (2).

Zakłady Przemysłu Barwników
„Boruta“

Zastępca: mgr inż. Aleksander Samujłło
rzecznik patentowy



NZÓR 3.



NZÓR 4.

