

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

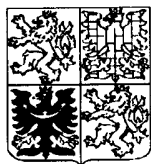
zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

1077-98

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **09. 04. 98**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **27.05.97**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **97/863873**

(33) Země priority: **US**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **16. 12. 97**
(Věstník č. 12/97)

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.⁶:

C 09 B 43/00

(71) Přihlášovatel:

EVERLINGT USA, INC., Pineville, NC, US;

(72) Původce:

Yei Min-Mey, Taoyuan, TW;

(74) Zástupce:

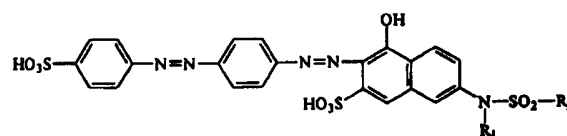
Reichel Pavel, Lopatecká 14, Praha 4, 14700;

(54) Název přihlášky vynálezu:

Červené barvivo

(57) Anotace:

Barvivo obecného vzorce I, ve kterém R₁ znamená atom vodíku nebo alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, R₂ představuje fenylovou skupinu nebo naftylovou skupinu, která je nesubstituovaná nebo substituovaná -Cl, -BR, -I, -C₂H₅, C₃H₇, -C₄H₉, -OH, OCH₃, -OC₂H₅, -NO₂, -NHCOCH₃ nebo -COOH. Toto barvivo podle předmětného vynálezu je vhodné pro barvení a pro tisk na materiály obsahující hydroxylovou skupinu nebo amidovou skupinu, zejména na živočišný vláknitý materiál, syntetický polyamidový vláknitý materiál a na polyurethanový vláknitý materiál.



(1)

CZ 1077-98 A3



Červené barvivo

Oblast techniky

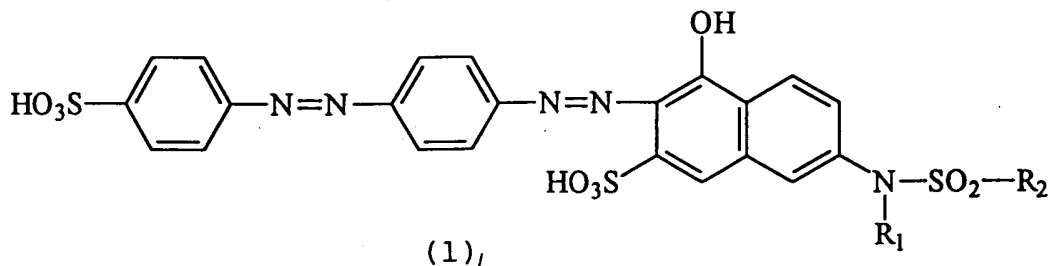
Vynález se týká nového červeného organického barviva.

Dosavadní stav techniky

Červená nebo žlutavě červená barviva jsou již známa z patentů Spojených států amerických č. 5 075 428, 5 359 042 a 5 354 849.

Podstata vynálezu

Vynález se týká nových červených barviv obecného vzorce (1):



ve kterém :

R_1 znamená atom vodíku nebo alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku,

R_2 znamená fenylovou skupinu nebo naftylovou skupinu, která je nesubstituovaná nebo substituovaná -Cl, -Br, -I, -CH₃, -C₂H₅, -C₃H₇, -C₄H₉, -OH, -OCH₃, -OC₂H₅, -NO₂, -NHCOCH₃ nebo -COOH.

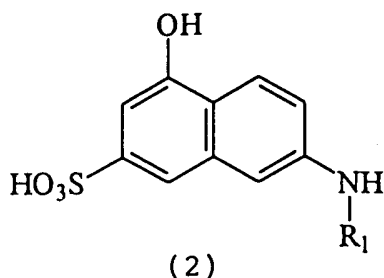
Toto barvivo obecného vzorce (1) podle předmětného



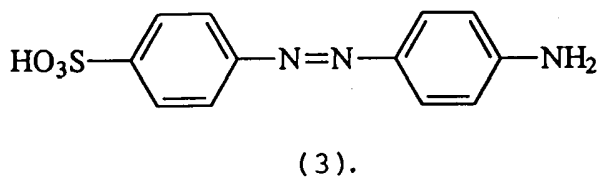
vynálezu je vhodné pro barvení a pro tisk na materiály obsahující hydroxylovou skupinu nebo amidovou skupinu, zejména na živočišný vláknitý materiál, syntetický polyamidový vláknitý materiál a na polyurethanový vláknitý materiál.

Uvedené barvivo obecného vzorce (1) podle předmětného vynálezu může být synteticky připraveno následujícími metodami:

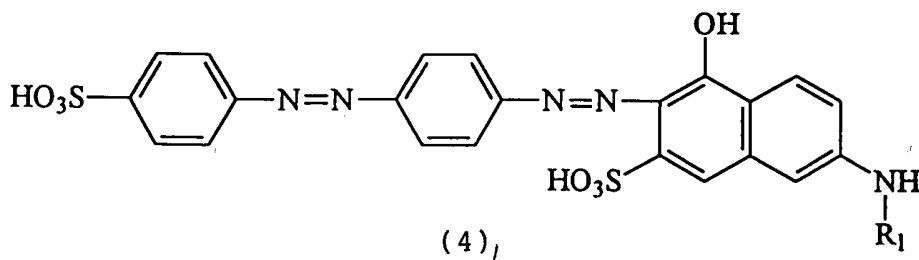
1. Aminohydroxynaftalensulfonová kyselina obecného vzorce (2) :

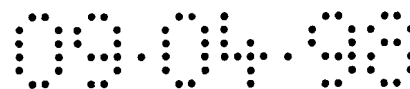


ve kterém R_1 má stejný význam, jako bylo uvedeno shora, se nejdříve aduje na diazotovanou aminovou sloučeninu obecného vzorce (3) :

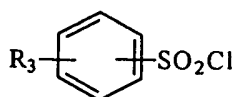


Takto získaná adovaná látka obecného vzorce (4) :

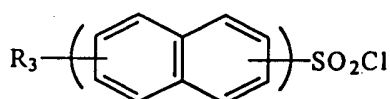




ve kterém R_1 má stejný význam, jako bylo uvedeno shora, se potom uvede do reakce s benzenovou sloučeninou obecného vzorce (5) nebo naftalenovou sloučeninou obecného vzorce (6) :



(5)



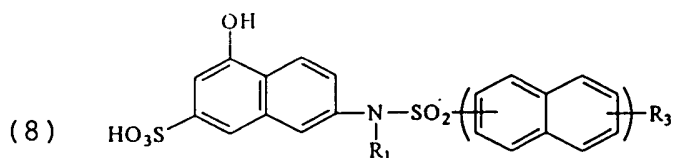
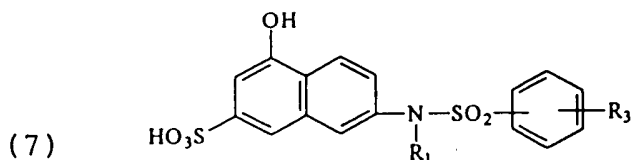
(6)

ve kterých :

R_3 je vybrán ze skupiny zahrnující $-\text{Cl}$, $-\text{Br}$, $-\text{I}$, $-\text{CH}_3$, $-\text{C}_2\text{H}_5$, $-\text{C}_3\text{H}_7$, $-\text{C}_4\text{H}_9$, $-\text{OH}$, $-\text{OCH}_3$, $-\text{OC}_2\text{H}_5$, $-\text{NO}_2$, $-\text{NHCOCH}_3$ a $-\text{COOH}$,

přičemž se získá požadované barvivo obecného vzorce (1).

2. Aminohydroxynaftalensulfonová kyselina obecného vzorce (2) se nejdříve kondenzuje s benzenovou sloučeninou obecného vzorce (5) nebo naftalenovou sloučeninou obecného vzorce (6) a takto získaná zkondenzovaná sloučenina obecného vzorce (7) nebo (8):



ve kterých R_1 a R_3 mají stejný význam, jako bylo uvedeno shora, se potom uvede do reakce s diazotovaným aminem



obecného vzorce (3) za vzniku barviva obecného vzorce (1).

Adiční reakce sloučeniny obecného vzorce (2) se sloučeninou obecného vzorce (3) se provádí ve vodném roztoku nebo v suspenzi při teplotě v rozmezí od 5 °C do 20 °C a při slabě kyselé nebo neutrální až slabě alkalické hodnotě pH. Takto vzniklá kyselina (HX) se eliminuje neutralizací přidavkem vodného hydroxidu alkalického kovu, uhličitanu alkalického kovu nebo hydrogenuhličitanu alkalického kovu, ve výhodném provedení se obvykle tato složka zachytí alkalickou sodnou látkou, jako je například uhličitan sodný.

Reakce sloučeniny obecného vzorce (4) s reakčními složkami obecného vzorce (5) nebo (6) se ve výhodném provedení podle vynálezu provede ve vodném roztoku nebo suspenzi při teplotě v rozmezí od 60 °C do 90 °C a při slabě kyselé až slabě alkalické hodnotě pH.

Toto nové organické barvivo obecného vzorce (1) podle předmětného vynálezu je vhodné pro barvení a tištění materiálu obsahující hydroxylové skupiny nebo amidové skupiny, zejména živočišného vláknitého materiálu, syntetického polyamidového a polyurethanového vláknitého materiálu.

Postup barvení a tištění je všeobecně dobře znám z dosavadního stavu techniky pro běžné odborníky pracující v daném oboru.

Ve vodě rozpustné barvivo, které je uváděno v popisu a v příkladech, má formu volné kyseliny. Tato barviva se obvykle oddělují a používají ve formě jejich alkalických solí, zejména ve formě sodných solí, draselných solí nebo lithných solí.

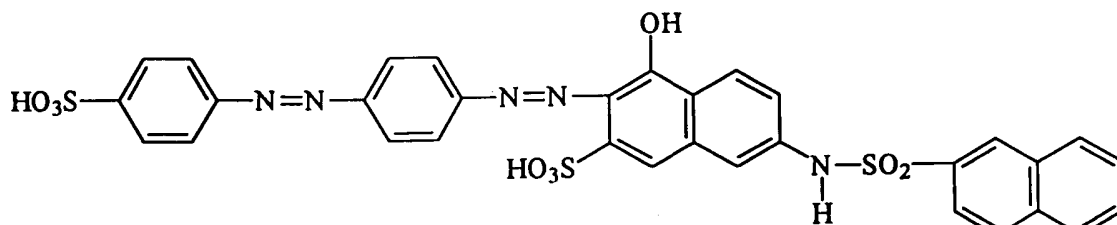


Příklady provedení vynálezu

Vynález bude v dalším blíže popsán s pomocí konkrétních příkladů, které jsou ovšem pouze ilustrativní a nijak neomezují rozsah tohoto vynálezu.

P ř í k l a d 1

Podle tohoto postupu byla 1-hydroxy-6-aminonaftalen-3-sulfonová kyselina (v množství 0,1 molu) rozpuštěna ve 300 mililitrech vody. Takto získaný roztok byl zahřát na teplotu v rozmezí od 60 °C do 90 °C, načež byl přidán 2-naftalensulfonylchlorid (v množství 45,3 gramu), přičemž během tohoto přidávání se uvolnila kyselina chlorovodíková, která byla neutralizována roztokem uhličitanu sodného. Takto připravená kondenzovaná sloučenina byla adována na diazosloučeninu, 4-aminoazobenzen-4'-sulfonovou kyselinu (použito 0,1 molu), což bylo provedeno při teplotě v rozmezí od 5 °C do 20 °C a při hodnotě pH v rozmezí od 7,0 do 8,0. Po dokončení této adiční reakce bylo vysráženo barvivo vysolením za použití chloridu sodného o koncentraci 20 % objemových. Sraženina byla zfiltrována, usušena a rozemleta, čímž bylo získáno červené barvivo ve formě prášku, který byl snadno rozpustný ve vodě; UV $\lambda_{\text{max}} = 515 \text{ nm}$. Strukturu tohoto barviva ve formě volné kyseliny je možno znázornit vzorcem (9) :



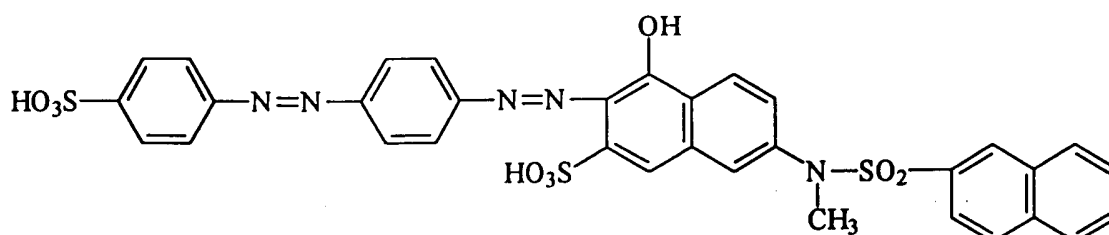
(9)



Toto barvivo vzorce (9) bylo rozpuštěno ve vodě, čímž byl získán žlutavě-červeně zbarvený roztok. Toto barvivo vzorce (9) bylo použito k barvení nylonu, přičemž bylo použito obvyklého procesu. Takto zbarvený nylonový produkt měl čirý žlutavě červený odstín a dobrou odolnost při zvlhčení a rovněž dobrou odolnost proti působení světla.

P ř í k l a d 2

Podle tohoto postupu byla 1-hydroxy-6-methylamino-naftalen-3-sulfonová kyselina (v množství 0,1 molu) rozpuštěna ve 300 mililitrech vody. Takto získaný roztok byl zahřát na teplotu v rozmezí od 60 °C do 90 °C, načež byl přidán 2-naftalensulfonylchlorid (v množství 45,3 gramu), přičemž během tohoto přidávání se uvolnila kyselina chlorovodíková, která byla neutralizována roztokem uhličitanu sodného. Takto připravená kondenzovaná sloučenina byla adována na diazosloučeninu, 4-aminoazobenzen-4'-sulfonovou kyselinu (použito 0,1 molu), což bylo provedeno při teplotě v rozmezí od 5 °C do 20 °C a při hodnotě pH v rozmezí od 7,0 do 8,0. Po dokončení této adiční reakce bylo vysráženo barvivo vysolením za použití chloridu sodného o koncentraci 20 % objemových. Sraženina byla zfiltrována, usušena a rozemleta, čímž bylo získáno červené barvivo ve formě prášku, který byl snadno rozpustný ve vodě; UV λ_{max} = 516 nm. Strukturu tohoto barviva ve formě volné kyseliny je možno znázornit vzorcem (10) :



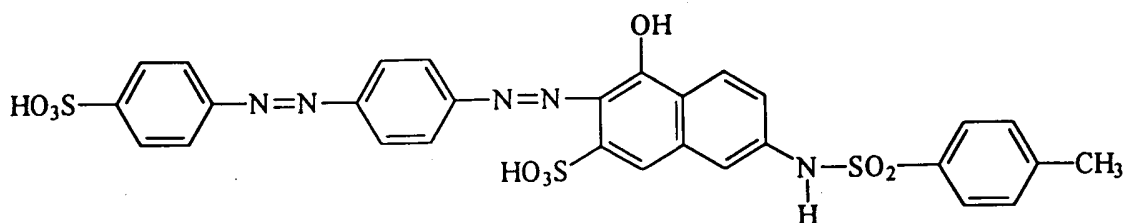
(10)



Toto barvivo vzorce (10) bylo rozpuštěno ve vodě, čímž byl získán žlutavě-červeně zbarvený roztok. Toto barvivo vzorce (10) bylo použito k barvení nylonu, přičemž bylo použito obvyklého procesu. Takto zbarvený nylonový produkt měl čirý žlutavě červený odstín a dobrou odolnost při zvlhčení a rovněž dobrou odolnost proti působení světla.

P ř í k l a d 3

Podle tohoto postupu byla 1-hydroxy-6-aminonaftalen-3-sulfonová kyselina (v množství 0,1 molu) rozpuštěna ve 300 mililitrech vody. Takto získaný roztok byl zahřát na teplotu v rozmezí od 60 °C do 90 °C, načež byl přidán p-toluensulfonylchlorid (v množství 38,1 gramu), přičemž během tohoto přidávání se uvolnila kyselina chlorovodíková, která byla neutralizována roztokem uhličitanu sodného. Takto připravená kondenzovaná sloučenina byla adována na diazosloučeninu, 4-aminoazobenzen-4'-sulfonovou kyselinu (použito 0,1 molu), což bylo provedeno při teplotě v rozmezí od 5 °C do 20 °C a při hodnotě pH v rozmezí od 7,0 do 8,0. Po dokončení této adiční reakce bylo vysráženo barvivo vysolením za použití chloridu sodného o koncentraci 20 % objemových. Sraženina byla zfiltrována, usušena a rozemleta, čímž bylo získáno červené barvivo ve formě prášku, který byl snadno rozpustný ve vodě; UV $\lambda_{\text{max}} = 511 \text{ nm}$. Strukturu tohoto barviva ve formě volné kyseliny je možno znázornit vzorcem (11) :



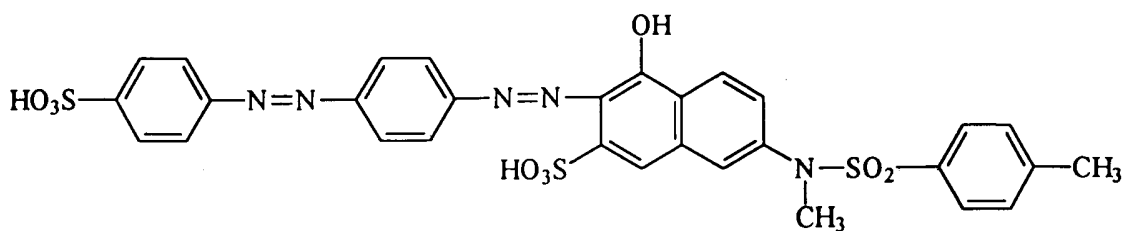
(11)



Toto barvivo vzorce (11) bylo rozpuštěno ve vodě, čímž byl získán žlutavě-červeně zbarvený roztok. Toto barvivo vzorce (11) bylo použito k barvení nylonu, přičemž bylo použito obvyklého procesu. Takto zbarvený nylonový produkt měl čirý žlutavě červený odstín a dobrou odolnost při zvlhčení a rovněž dobrou odolnost proti působení světla.

P ř í k l a d 4

Podle tohoto postupu byla 1-hydroxy-6-methylamino-naftalen-3-sulfonová kyselina (v množství 0,1 molu) rozpuštěna ve 300 mililitrech vody. Takto získaný roztok byl zahřát na teplotu v rozmezí od 60 °C do 90 °C, načež byl přidán p-toluensulfonylchlorid (v množství 38,1 gramu), přičemž během tohoto přidávání se uvolnila kyselina chlorovodíková, která byla neutralizována roztokem uhličitanu sodného. Takto připravená kondenzovaná sloučenina byla adována na diazosloučeninu, 4-aminoazobenzen-4'-sulfonovou kyselinu (použito 0,1 molu), což bylo provedeno při teplotě v rozmezí od 5 °C do 20 °C a při hodnotě pH v rozmezí od 7,0 do 8,0. Po dokončení této adiční reakce bylo vysráženo barvivo vysolením za použití chloridu sodného o koncentraci 20 % objemových. Sraženina byla zfiltrována, usušena a rozemleta, čímž bylo získáno červené barvivo ve formě prášku, který byl snadno rozpustný ve vodě; UV $\lambda_{\text{max}} = 511,5 \text{ nm}$. Strukturu tohoto barviva ve formě volné kyseliny je možno znázornit vzorcem (12) :



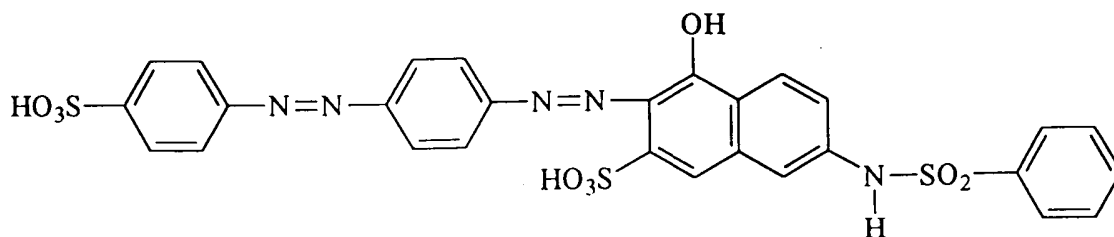
(12)



Toto barvivo vzorce (12) bylo rozpuštěno ve vodě, čímž byl získán žlutavě-červeně zbarvený roztok. Toto barvivo vzorce (12) bylo použito k barvení nylonu, přičemž bylo použito obvyklého procesu. Takto zbarvený nylonový produkt měl čirý žlutavě červený odstín a dobrou odolnost při zvlhčení a rovněž dobrou odolnost proti působení světla.

P ř í k l a d 5

Podle tohoto postupu byla 1-hydroxy-6-aminonaftalen-3-sulfonová kyselina (v množství 0,1 molu) rozpuštěna ve 300 mililitrech vody. Takto získaný roztok byl zahřát na teplotu v rozmezí od 60 °C do 90 °C, načež byl přidán p-benzensulfonylchlorid (v množství 35,3 gramu), přičemž během tohoto přidávání se uvolnila kyselina chlorovodíková, která byla neutralizována roztokem uhličitanu sodného. Takto připravená kondenzovaná sloučenina byla adována na diazosloučeninu, 4-aminoazobenzen-4'-sulfonovou kyselinu (použito 0,1 molu), což bylo provedeno při teplotě v rozmezí od 5 °C do 20 °C a při hodnotě pH v rozmezí od 7,0 do 8,0. Po dokončení této adiční reakce bylo vysráženo barvivo vysolením za použití chloridu sodného o koncentraci 20 % objemových. Sraženina byla zfiltrována, usušena a rozemleta, čímž bylo získáno červené barvivo ve formě prášku, který byl snadno rozpustný ve vodě; UV $\lambda_{\text{max}} = 511 \text{ nm}$. Strukturu tohoto barviva ve formě volné kyseliny je možno znázornit vzorcem (13) :



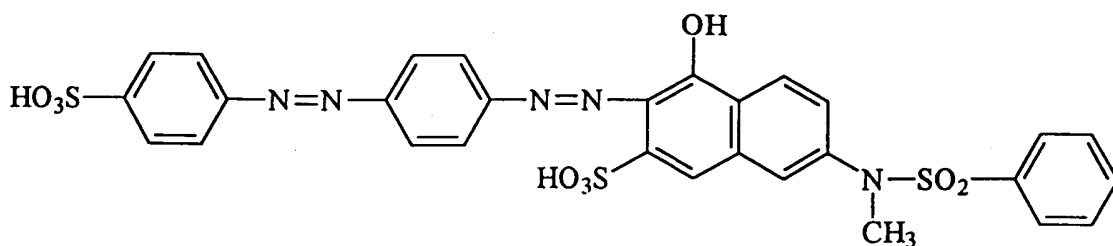
(1 3)



Toto barvivo vzorce (13) bylo rozpuštěno ve vodě, čímž byl získán žlutavě-červeně zbarvený roztok. Toto barvivo vzorce (13) bylo použito k barvení nylonu, přičemž bylo použito obvyklého procesu. Takto zbarvený nylonový produkt měl čirý žlutavě červený odstín a dobrou odolnost při zvlhčení a rovněž dobrou odolnost proti působení světla.

P ř í k l a d 6

Podle tohoto postupu byla 1-hydroxy-6-methylamino-naftalen-3-sulfonová kyselina (v množství 0,1 molu) rozpuštěna ve 300 mililitrech vody. Takto získaný roztok byl zahřát na teplotu v rozmezí od 60 °C do 90 °C, načež byl přidán p-benzensulfonylchlorid (v množství 38,1 gramu), přičemž během tohoto přidávání se uvolnila kyselina chlorovodíková, která byla neutralizována roztokem uhličitanu sodného. Takto připravená kondenzovaná sloučenina byla adována na diazosloučeninu, 4-aminoazobenzen-4'-sulfonovou kyselinu (použito 0,1 molu), což bylo provedeno při teplotě v rozmezí od 5 °C do 20 °C a při hodnotě pH v rozmezí od 7,0 do 8,0. Po dokončení této adiční reakce bylo vysráženo barvivo vysolením za použití chloridu sodného o koncentraci 20 % objemových. Sraženina byla zfiltrována, usušena a rozemleta, čímž bylo získáno červené barvivo ve formě prášku, který byl snadno rozpustný ve vodě; UV $\lambda_{\text{max}} = 511,5 \text{ nm}$. Strukturu tohoto barviva ve formě volné kyseliny je možno znázornit vzorcem (14) :



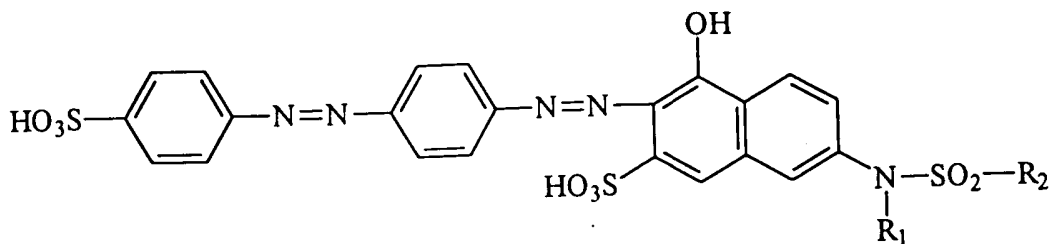
(14)



Toto barvivo vzorce (14) bylo rozpuštěno ve vodě, čímž byl získán žlutavě-červeně zbarvený roztok. Toto barvivo vzorce (14) bylo použito k barvení nylonu, přičemž bylo použito obvyklého procesu. Takto zbarvený nylonový produkt měl čirý žlutavě červený odstín a dobrou odolnost při zvlhčení a rovněž dobrou odolnost proti působení světla.

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Barvivo obecného vzorce (1):



(1),

ve kterém :

R₁ znamená atom vodíku nebo alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku,

R₂ představuje fenylovou skupinu nebo naftylovou skupinu, která je nesubstituovaná nebo substituovaná -Cl, -Br, -I, -CH₃, -C₂H₅, -C₃H₇, -C₄H₉, -OH, -OCH₃, -OC₂H₅, -NO₂, -NHCOCH₃ nebo -COOH.

2. Barvivo podle nároku 1, ve kterém R₁ znamená atom vodíku nebo skupinu CH₃.

3. Barvivo podle nároku 1, ve kterém R₂ znamená fenylovou skupinu nebo fenylovou skupinu, která je substituovaná -Cl, -Br, -I, -CH₃, -C₂H₅, -C₃H₇, -C₄H₉, -OH, -OCH₃, -OC₂H₅, -NO₂, -NHCOCH₃ nebo -COOH.

4. Barvivo podle nároku 1, ve kterém R₂ znamená naftylovou skupinu nebo naftylovou skupinu, která je substituovaná -Cl, -Br, -I, -CH₃, -C₂H₅, -C₃H₇, -C₄H₉, -OH, -OCH₃, -OC₂H₅, -NO₂, -NHCOCH₃ nebo -COOH.



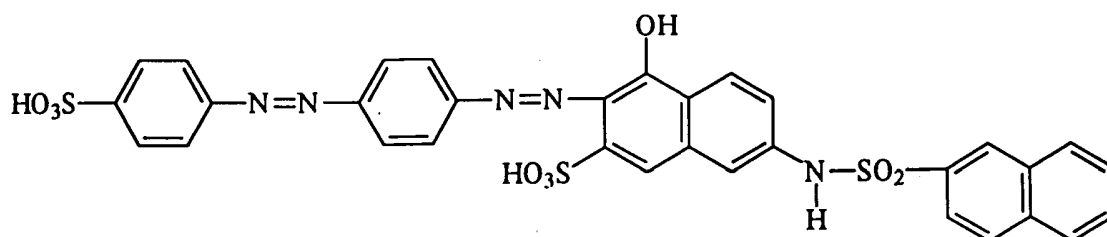
5. Barvivo podle nároku 2, ve kterém R_2 znamená fenylovou skupinu nebo fenylovou skupinu, která je substituovaná -Cl, -Br, -I, -CH₃, -C₂H₅, -C₃H₇, -C₄H₉, -OH, -OCH₃, -OC₂H₅, -NO₂, -NHCOCH₃ nebo -COOH.

6. Barvivo podle nároku 2, ve kterém R_2 znamená naftylovou skupinu nebo naftylovou skupinu, která je substituovaná -Cl, -Br, -I, -CH₃, -C₂H₅, -C₃H₇, -C₄H₉, -OH, -OCH₃, -OC₂H₅, -NO₂, -NHCOCH₃ nebo -COOH.

7. Barvivo podle nároku 1, ve kterém R_1 znamená atom vodíku nebo skupinu CH₃, R_2 znamená fenylovou skupinu nebo fenylovou skupinu substituovanou -CH₃.

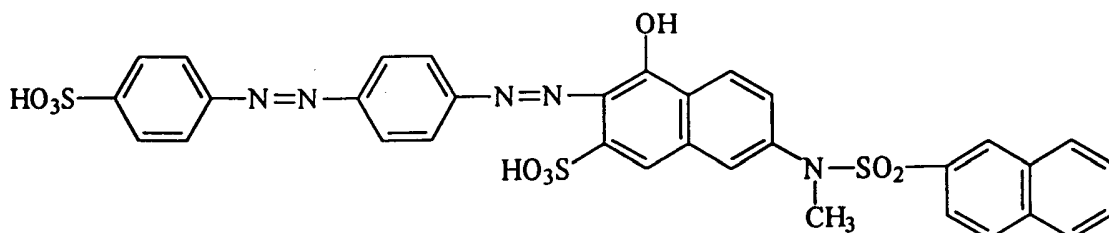
8. Barvivo podle nároku 1, ve kterém R_1 znamená atom vodíku nebo skupinu CH₃, R_2 znamená naftylovou skupinu nebo naftylovou skupinu substituovanou -CH₃.

9. Barvivo podle nároku 1, přičemž tímto barvivem vzorce (1) je sloučenina (9):



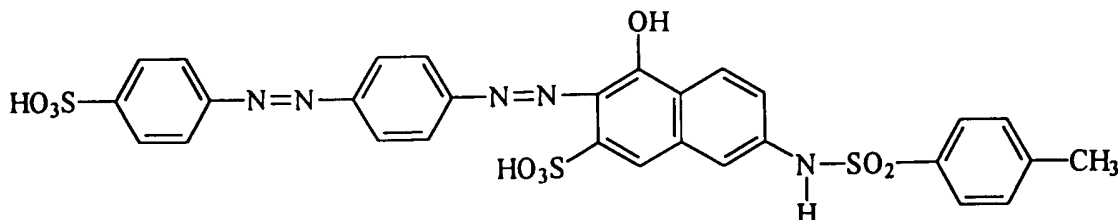
(9)

10. Barvivo podle nároku 1, přičemž tímto barvivem vzorce (1) je sloučenina (10):



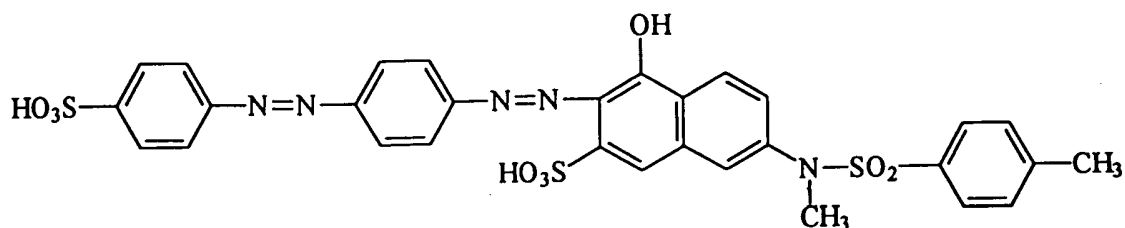
(10)

11. Barvivo podle nároku 1, přičemž tímto barvivem vzorce (1) je sloučenina (11):



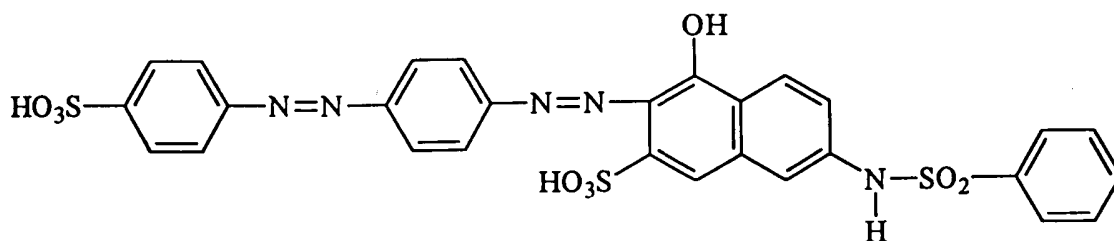
(11)

12. Barvivo podle nároku 1, přičemž tímto barvivem vzorce (1) je sloučenina (12):



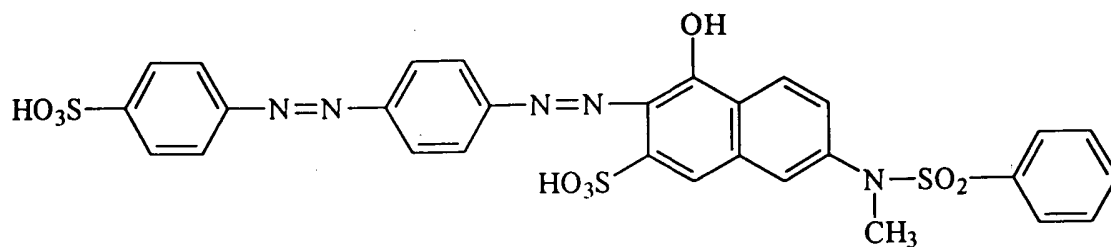
(12)

13. Barvivo podle nároku 1, přičemž tímto barvivem vzorce (1) je sloučenina (13):



(13)

14. Barvivo podle nároku 1, přičemž tímto barvivem vzorce (1) je sloučenina (14):



(14)

Zastupuje :