



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 24.V.1963 (P 101 678)

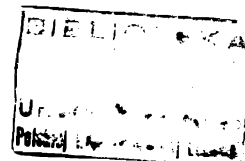
Pierwszeństwo:

Opublikowano: 15.XII.1965

Kl. 22 a, # 62/24

MKP C 09 b 62/24

UKD



Współtwórcy wynalazku: Bolesław Bielawski, Eliza Hrehorowicz, Marian Russocki

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania zawieszinowych żółtych barwników reaktywnych

1

Znane dotychczas żółte zawieszinowe barwniki reaktywne otrzymuje się przez kondensację barwnika aminoazotowego z tróchlorodwuazyną dwuchlorometylo-nitrodwuazyną lub tróchloro-1,3,5-trójazyną. Znane są także analogiczne barwniki z reaktywnym łańcuchem tłuszczowym w miejsce pierścienia heterocyklicznego. Natomiast do syntezy zawieszinowych barwników reaktywnych nie stosowano dotychczas cyjanopochodnych dwuazyny. Reaktywne barwniki rozpuszczalne w wodzie zawierające w swej cząsteczce resztę cyjanodwuazyny wymienione zostały w opisie patentowym nr 47072.

Według wynalazku wytwarza się nowe zawieszinowe żółte barwniki reaktywne, zawierające pierścień chlorowcodwuazyny z grupą cyjanową w położeniu 5. Grupa ta uaktywnia atomy chloru, a poza tym dzięki słabo jonizującym własnościom, nadaje barwnikowi zdolności peptyzacji w kąpeli barwiącej i ułatwia przenikanie do włókna. Strukturę tych barwników przedstawia wzór 1 lub 2, w którym R oznacza wodór lub niższy alkil, X i Y oznaczają H, OH lub niższy alkil, przy czym X i Y nie mogą być jednakowe i jedno z nich musi być grupą wodorotlenową. Pierścienie A i B mogą poza tym zawierać inne podstawniki nie solotwórcze, np. Cl, CH₃. Barwnik jest wolny od grup sulfonowych i karboksylowych.

Sposób według wynalazku polega na tym, że pigment o wzorze 3, w którym X oznacza H; OH lub alkil, Y oznacza H, OH lub alkil, przy czym X i Y nie mogą być jednakowe i jedno z nich musi być grupą

2

wodorotlenową, otrzymany znany sposobem przez sprzęganie dwuazowych pochodnych acetylofenylenodwuaminy lub nitroaniliny z fenolami a następnie na drodze hydrolizy względnie redukcji przeprowadzony w związek zawierający pierwszorzędową grupę aminową, kondensuje się z 2, 4, 6-tróchloro-5-cyjano-1,3-dwuazyną.

Kondensację prowadzi się w temperaturze 30°—35° w roztworze lub w zawiesinie w rozpuszczalniku mieszącym się z wodą, jak metanol etanol, aceton, 10 dwuoksan w obecności środków wiążących chlorowódor takich jak kwaśny węglan sodu, węglan sodu, octan sodu, wodorotlenek sodu. Po zakończeniu reakcji kondensacji utworzony żółty barwnik reaktywny odsącza się, przemycza wodą i suszy w temperaturze 30—35°.

Otrzymane sposobem według wynalazku żółte barwniki reaktywne barwią włókna poliamidowe na kolor żółty. Wyfarbowania są trwałe na światło, 20 pranie mokre i suche, tarcie, sublimacje.

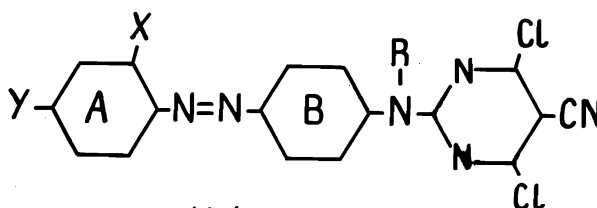
Przykład: 91 g p-aminoacetanilidu rozpuszcza się w 190 ml stężonego kwasu solnego i 1,5 l wody, wylewa do lodu i dwuazuje zwykłym sposobem. Otrzymany roztwór dwuazozwiązku wkrapla się 25 w temperaturze 5—10° do roztworu 63,5 g fenolu w 0,5 l wody z dodatkiem 50 g wodorotlenku sodowego i 50 g węglanu sodowego. Otrzymaną po zakończeniu sprzęgania zawieszinę pigmentu rozcieńcza się 6-oma litrami wody, zobojętnia kwasem solnym, 30 następnie pigment odsącza się i przemycza wodą.

Otrzymany w ten sposób pigment odacetylowuje się przez ogrzewanie w 5%-owym roztworze wodorotlenku sodowego w temperaturze 50—90° w ciągu 4 godzin. Po tym czasie zakwasza się kwasem solnym, odsącza, wymywa wodą i suszy. 125 g suchego pigmentu rozpuszcza się w 1 litrze acetonu po czym dodaje roztwór 120 g 2,4,6-trójkloro-5-cyjanodwuazyny w 150 ml acetonu. Do połączonych roztworów wkrapla się w temperaturze 30—35° przy intensywnym mieszaniu roztwór 27 g węglanu sodowego w 0,5 l wody do uzyskania słabo alkalicznej reakcji. Po zakończeniu reakcji kondensacji otrzymany żółty barwnik reaktywny odsącza się, przemyla wodą do obojętnego odczynu odcieku i suszy w temperaturze 30—35°.

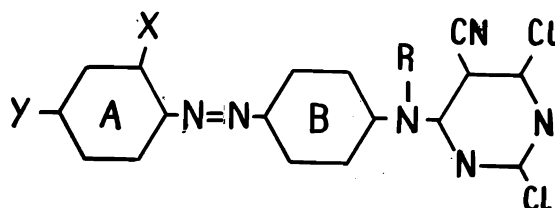
Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania zawieszonych żółtych barwników reaktywnych o wzorze ogólnym 1 lub 2, w którym R oznacza wodór lub niższy alkil, X i Y oznaczają H, OH lub niższy alkil, przy czym X i Y nie mogą być jednakowe i jedno z nich oznacza grupę wodorotlenową, a pierścienie A i B mogą zawierać podstawniki nie solotwórcze jak Cl, CH₃, **znamienny tym**, że pigment aminoazowy o wzorze 3, w którym X i Y mają wyżej podane znaczenie, kondensuje się z 2,4,6-trójkloro-5-cyjanodwuazyną w roztworze lub zawieszynie w rozpuszczalniku mieszającym się z wodą w obecności środków wiążących chlorowódor.

Wzór 1



Wzór 2



Wzór 3

