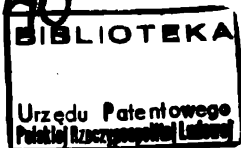


CO9b 62/46



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 46260

Kl. 22 a, *
Kl. internat. C 09 b

Instytut Przemysłu Organicznego *)

Warszawa, Polska

Sposób otrzymywania barwników reaktywnych, zdolnych do trwałego chemicznego wiązania się z włóknem

Patent trwa od dnia 19 lutego 1960 r.

Barwniki reaktywne, przeznaczone do barwienia włókna, zawierają atom, atomy lub grupę atomów reaktywnych na tak zwanym nośniku, którym jest grupa atomów, nadająca atomom reaktywnym pożądaną ruchliwość i zdolność wymiennego reagowania z elementami włókna celulozowego, proteinowego lub innego.

W znanych dotychczas barwnikach reaktywnych atomy lub grupy reaktywne związane są z nośnikiem alifatycznym lub heterocyklicznym.

W barwnikach reaktywnych otrzymanych sposobem według wynalazku atomami reaktywnymi są wymienne atomy chlorowca, podobnie jak w znanych barwnikach zawierających układ triazyny ale nośnikiem jest aromatyczny pier-

cień izocykliczny zawierający ponadto odpowiednio dobrane i usytuowane podstawniki aktywujące np. grupy NO_2 i CN . Nośnik może być związany z cząsteczką barwnika mostkiem albo może stanowić integralną część cząsteczki barwnika dowolnej klasy. Nośnikami mogą być zarówno związki jedno, jak i wielopierścieniowe np. pochodne benzenu, naftalenu, antracenu itp.

Zgodnie z wynalazkiem mostek łączący nośnik z cząsteczką barwnika powstaje z grupy chloroacylowej, reagującej z aktywną grupą cząsteczki barwnika np. grupą aminową, wodorotlenową, merkaptanową itp.

Ze względu na szybkość i wydajność procesu barwienia pożądaną są możliwie małe rozmiary cząsteczki barwnika, z tych względów nośnikiem powinien być w zasadzie jeden pierścień benzenowy.

Budowę barwników otrzymanych sposobem według wynalazku przedstawia wzór 1, gdzie

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są doc. dr Marian Russocki, mgr inż. Czesław Somowski, Stanisław Wandyn i Barbara Tarczyńska.

B — oznacza resztę barwnika rozpuszczalnego w wodzie, a więc zawierającą grupy solotwórcze, N — izocykliczny pierścień nośnika, X — mostek powstały z aktywnej grupy w cząsteczce barwnika, połączonej grupą acylową nośnika, Y — atom chlorowca, wodór, lub grupę potęgującą zdolność wiązania się barwnika z celulozą, np. grupę hydroksylową, przy czym co najmniej jeden Y oznacza atom chlorowca, a Z — oznacza negatywne grupy aktywujące (np. NO_2 , CN itp.) lub wodór, przy czym co najmniej jedno Z oznacza grupę aktywującą.

Sposób według wynalazku polega na tym, że gotowy barwnik dowolnego typu lub półprodukt przeznaczony do jego syntezy, zawierający aktywną grupę zdolną do acylowania, acyluje się pochodną aryloacylową, zawierającą izocykliczny pierścień aromatyczny, w którym w położeniach orto i para do grupy acylowej znajduje się jeden, dwa lub trzy atomy chlorowca, a w położeniu meta jeden lub dwa nienasycone podstawniki, aktywujące chlorowiec.

Reakcję prowadzi się w środowisku wodnym w obecności środków wiążących kwasy, jak węgiel lub dwuwęgiel alkaliczny, octan sodowy itp., w temperaturze $0^\circ\text{--}80^\circ\text{C}$, stosując zawiesinę czynnika acylującego. Reakcję należy prowadzić tak, aby co najmniej jeden wymieniony atom chlorowca w pierścieniu nośnika został nienaruszony. W szczególności niewskazane jest prowadzenie reakcji w środowisku zbyt mocno alkalicznym i w zbyt wysokiej temperaturze.

Barwniki reaktywne otrzymane sposobem według wynalazku barwią celulozę i włókna proteinowe z kąpeli słabo alkalicznej, obojętnej lub słabo kwaśnej, wytwarzając trwałe wiązanie chemiczne, dzięki czemu wybarwienia mają doskonałą trwałość na mokro.

Przykład I. 35 g soli sodowej kwasu 8-hydroksy-2-naftyloaminoazo - (4'-amino-2'-sulfobenzeno)-6-sulfonowego i 9 g octanu sodowego rozpuszcza się w 300 ml ciepłej wody i w temperaturze $40\text{--}45^\circ\text{C}$ wprowadza się porcjami w ciągu kilku godzin, około 16 g chlorku 4-chloro-3-nitrobenzoilu, aż zniknie barwnik wyjściowy, co sprawdza się przez dwuazowanie jego grupy aminowej. Wykryształizowany produkt reakcji odsącza się, przemycwa roztworem soli i suszy. Otrzymuje się barwnik o budowie przedstawionej wzorem 2, który w kąpeli zalkalizowanej sodą w temperaturze 80° barwi bawełnę, a z kąpeli obojętnej lub słabo kwaśnej wełnę na kolor różowy do karminowego.

Przykład II. 35 g soli sodowej kwasu 8-hydroksy - 2 - naftyloaminoazo-4'-amino-2'-sulfobenzeno-6-sulfonowego i 9 g octanu sodowego rozpuszcza się w 300 ml ciepłej wody i w temperaturze $60\text{--}65^\circ\text{C}$ wprowadza się porcjami w ciągu kilku godzin, około 16 g chlorku 2,4,6-trójkloro-3,5-dwunitrobenzoilu, aż zniknie barwnik wyjściowy. Produkt reakcji wyodrębnia się i suszy jak w przykładzie I. Otrzymuje się barwnik o budowie przedstawionej wzorem 3, podobny do barwnika w przykładzie I.

Przykład III. 53 g soli dwusodowej kwasu 1-amino-3'-amino-4'-sulfofenylo - 4 - aminoantrachinono-2-sulfonowego i 14 g krystalicznego octanu sodowego rozpuszcza się w 500 ml wody i w temperaturze $45\text{--}50^\circ\text{C}$ wprowadza się mieszając w ciągu kilku godzin, około 35 g chlorku 2-4 dwuchloro-3,5-dwunitrobenzoilu, do momentu aż w roztworze znajdzie się 0,1 mola wydzielonego jonu Cl. Otrzymany barwnik wysala odsącza i suszy. Otrzymuje się błękitny barwnik o budowie przedstawionej wzorem 4, który barwi celulozę z kąpeli zalkalizowanej sodą w temperaturze $60\text{--}80^\circ\text{C}$, a wełnę z kąpeli obojętnej lub słabo zakwaszonej kwasem octowym na kolor zielonkawo-błękitny.

Przykład IV. 24,0 g soli jednosodowej kwasu 1,4-fenilenodwuamino-2,6-dwusulfonowego i 13,6 g krystalicznego octanu sodowego rozpuszcza się w 100 ml wody i dodaje się 30,0 g sproszkowanego chlorku 2,6-dwuchloro-3,5-dwunitrobenzoilu. Miesza się 6 godzin w temperaturze $40\text{--}50^\circ\text{C}$. Po oziębieniu odsącza się produkt i przemycwa zimną wodą.

5,4 otrzymanego wyżej kwasu N_1 — 2',4'-dwuchloro - 3',5' - dwunitrobenzoilo-1,4-dwuamino-3,5-dwusulfonowego w postaci pasty rozrabia się w 32 ml wody, zobojętnia się sodą i dodaje 7 g azotynu sodowego. Następnie, mocno mieszając, dodaje się jednym rzutem 26 ml 33% kwasu solnego. Po wymieszaniu i stwierdzeniu zakończenia dwuazowania wlewa się roztwór 2,6 g 2'-chloro 5'-sulfofenylo-3-metylo-5-pirazolonu i 5 g sody w 50 ml wody. Barwnik wyodrębnia się zwykłym sposobem po zakwaszeniu i suszy. Otrzymany barwnik ma budowę przedstawioną wzorem 5, który barwi bawełnę i wełnę w warunkach wyżej podanych na kolor żółty.

Przykład V. 25 g kwasu 5-hydroksy-2-naftyloamino-7-sulfonowego i 6 g sody rozpuszcza się w 300 ml wody, dodaje się 17 g

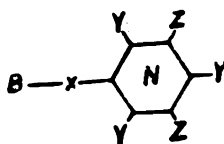
krystalicznego octanu sodowego i 30 g sproszkowanego chlorku 2,4-dwuchloro-3,5-dwunitrobenzoilu i miesza się 4 godziny w temperaturze 45—50°. Roztwór ostrożnie zobojętnia się sodą i przesącza, a następnie zakwasza kwasem solnym i odsącza wydzielony produkt reakcji.

51 g otrzymanego w ten sposób kwasu 2',4'-dwuchloro-3',5'-dwunitro - 2 - benzoiloamino-5-naftolo-7-sulfonowego zawieszają się w 140 ml wody, dodaje roztwór 6 g sody w 30 ml wody i zaraz po tym czynny roztwór dwuazowy, przygotowany przez dwuazowanie 23 g kwasu monoacetylo - m - fenylendwuaminosulfonowego w 120 ml wody z lodem i 12 g kwasu solnego. Wyodrębnia się barwnik znanym sposobem i suszy. Otrzymuje się barwnik o budowie przedstawionej wzorem 6, który barwi wełnę i bawełnę na kolor pomarańczowy.

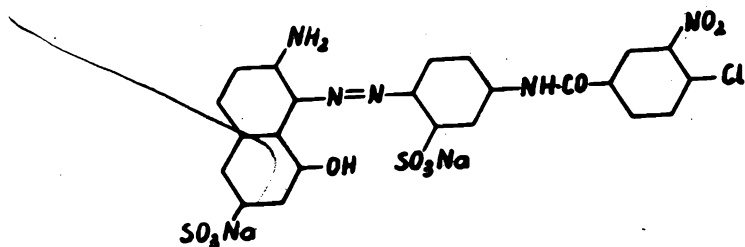
Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania barwników reaktywnych zdolnych do trwałego chemicznego wiązania z włóknem, znamienny tym, że gotowy barwnik dowolnej klasy lub półprodukt przeznaczony do jego syntezy a zawierający aktywną grupę zdolną do acylowania, acyluje się pochodną aryloacylową, zawierającą izocykliczny pierścień aromatyczny, w którym w położeniach orto i para do grupy acylowej znajduje się jeden, dwa lub trzy atomy chlorowca, a w położeniach meta jeden lub dwa nienasycone podstawniki, aktywujące chlorowce.

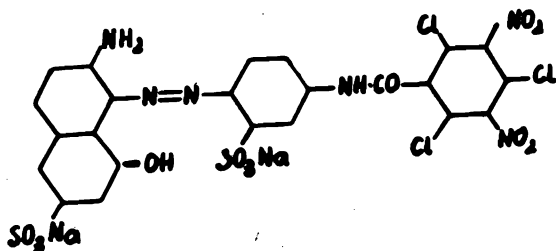
Instytut Przemysłu Organicznego



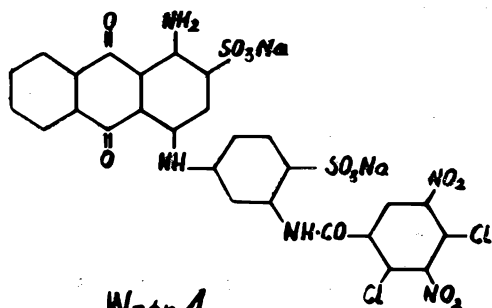
Wzór 1



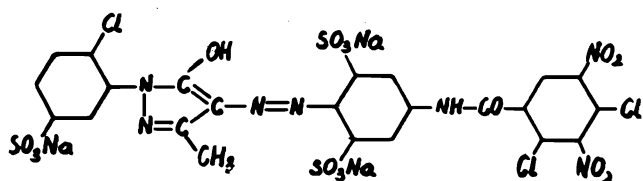
Wzór 2



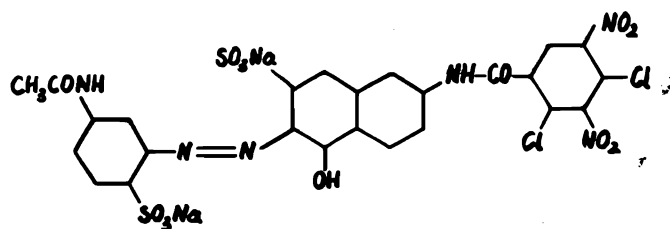
Wzór 3



Wzór 4.



Wzór 5.



Wzór 6.