



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

224 986

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 16 08 82
(21) PV 6013 - 82

(51) Int. Cl.³ D 06 L 3/12,
C 07 C 15/52

(40) Zveřejněno 27 05 83
(45) Vydáno 01 12 84

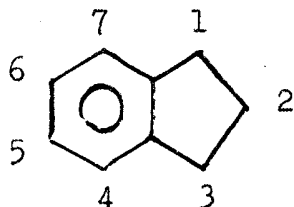
(75)
Autor vynálezu

HORYNA JAROSLAV ing., JENÍKOVICE

(54)

Optické zjasňovací prostředky odvozené od 4,4'-diaminostilben-2,2'-
-disulfonové kyseliny s indanovým zbytkem v molekule a způsob je-
jich přípravy

Z aminoindansulfonových kyselin a jejich solí jsou vhodné např. 4-amino-7-sulfo-, 5-amino-6-sulfo-, 6-amino-4-sulfo-, 4-amino-5,7-disulfoderiváty při respektování následujícího označení poloh na indanovém skeletu.



Lze však použít i jiné izomery.

Podle tohoto vynálezu lze připravovat i směsi sloučenin obecného vzorce I tak, že se do reagujícího systému uvádí směs sloučenin R_1H a R_2H , kde R_1 a R_2 mají výše uvedený význam. Směs aminoindansulfonových kyselin a jejich solí lze snadno získat podle čs. autorských osvědčení č. 148574 a č. 148603.

Nové sloučeniny obecného vzorce I vykazují zjasňovací efekt na přírodních i syntetických textilních materiálech a fóliích. Přítomnost indanového zbytku v molekule se projevuje příznivě jak na výsledném bělicím efektu tak na procesu bělení (lepší rozpustnost v zjasňovací lázni a vyšší afinita k bělenému materiálu).

Níže uvedené příklady ilustrují provedení podle vynálezu.

Příklad 1

Do směsi 20 ml vody, 20 g ledu a 0,10 g isopropylnaftalensulfonanu sodného se přidá 5,00 g kyanurchloridu a do míchané směsi teploty 2 °C se přilije 30 ml neutrálního roztoku obsahujícího 5,92 g 4-aminoindan-7-sulfonové kyseliny. Během kondenzace se pH udržuje na 6,5 až 7 přidáváním 10% vodného roztoku uhličitanu sodného; teplota přitom vystoupí na 6 °C. Kondenzace probíhá rychle a během 5 min nebyla prokázána přítomnost $-NH_2$. Směs se míchá 15 min, načež se během 20 min přidá roztok připravený z 6,17 g 68,1% 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfonové kyseliny, 2,25 g $NaHCO_3$ a 30 ml vody; pH se udržuje na 7 až 7,5. Po smísení se míchá 10 min a potom zahřeje na 80 až 85 °C a udržuje 1 h na této teplotě. V tomto stadiu se postupně vylučuje žlutošedá sraženina. K reakční směsi se přidá 4,25 g dietanolaminu, zahřeje na 98 °C (vše se rozpustí), přičemž vznikne hnědý, čirý roztok. Na 98 °C se udržuje po dobu 1 h,

načež se přidá roztok 8,00 g KCl ve 30 ml vody; záhy se vyloučí krystalický produkt. Po ochlazení se pevný podíl odfiltruje a promyje 20 ml vodného 10% roztoku KCl. Získá se 24,00 g pasty, jež po usušení poskytne 14,20 g sušiny. Získaný produkt vykazuje silný zjasňovací efekt na textilních materiálech i polyamidových fóliích. Jednotnost produktu prokázána chromatograficky a jeho konstituce prokázána štěpnou analýzou.

Příklad 2

Připraví se 30 ml neutrálního roztoku, obsahujícího 5,92 g 100% 5-aminoindan-6-sulfokyseliny, teploty 70 °C a ten se přikape do suspenze připravené z 20 ml vody, 20 g ledu, 0,10 g isopropyl-naftalensulfonanu sodného a 5 g kyanurchloridu. Doba kondenzace je 30 min, teplota 12 °C. K suspenzi se přidá roztok připravený z 6,17 g 68,1% 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfonové kyseliny, 30 ml vody a 2,25 g NaHCO₃. Po kondenzaci vznikne roztok. Dále se postupuje jako u příkladu 1. V průběhu kondenzace s dietanolaminem se vylučuje žlutá krystalická látka. Po filtraci se získá 34,00 g pasty, jež po usušení při 80 °C poskytne 14,50 g produktu. Jednotnost produktu prokázána chromatograficky a jeho konstituce dokázána štěpnou analýzou.

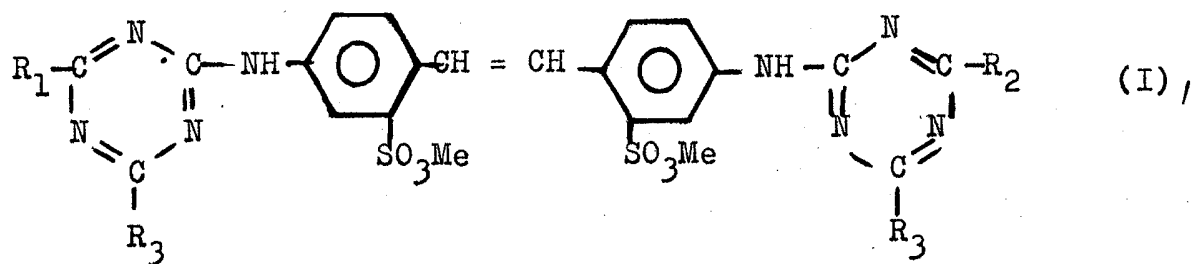
Příklad 3

Připraví se 30 ml neutrálního roztoku, obsahujícího 3,95 g 100% 4-aminoindan-7-sulfonové kyseliny a 1,97 g 5-aminoindan-6-sulfonové kyseliny, načež se postupuje jako u příkladu 1. Doba kondenzace je 30 min při 12 °C; po 5 min reakce vznikne roztok. Také 2. kondenzace probíhá v roztoku. Při reakci s dietanolaminem se vylučuje pevný podíl. Po přidání roztoku KCl (8,00 g v 30 ml vody) se míchá 40 min při 20 °C, zfiltruje, koláč promyje 10% vodným roztokem KCl, čímž se získá 35,00 g pasty; po usušení při 80 °C je výtěžek 16,00 g.

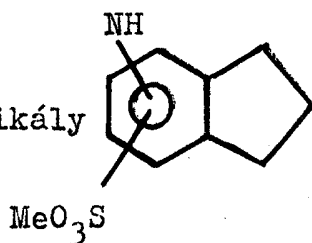
Příklad 4

Pasta 4-aminoindan-5,7-disulfonové kyseliny v množství odpovídajícímu 8,10 g 100% látky se přidá k suspenzi obsahující 40 ml vody, 0,10 g isopropyl-naftalensulfonanu sodného a 5,00 g kyanurchloridu. Kondenzace probíhá až po zahřátí směsi na 55 °C a trvá 1,5 h. Vzniklý roztok se dále zpracovává jako u příkladu 1 s tím rozdílem, že se konečná reakční směs nevysoluje KCl, ale odpaří do sucha. Získá se 23,50 g sušiny (při 80 °C).

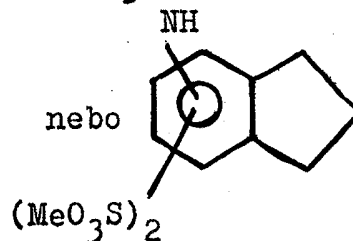
1. Optické zjasňovací prostředky odvozené od 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfonové kyseliny s indanovým zbytkem v molekule obecného vzorce I



kde R_1 a R_2 jsou radikály

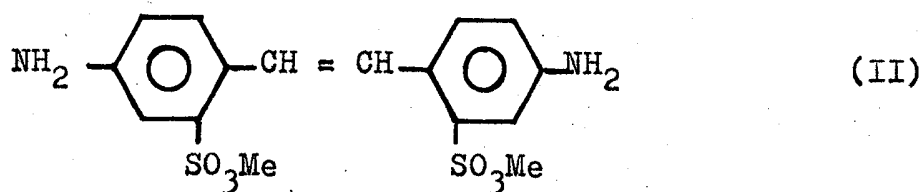


nebo



příčemž R_1 a R_2 mohou být stejné nebo rozdílné, R_3 je $NHCH_2CH_2OH$ nebo $N(CH_2CH_2OH)_2$ a Me značí vodík nebo kationt.

2. Způsob přípravy sloučenin dle bodu 1, vyznačený tím, že se navzájem působí sloučeninami R_1H , R_2H , 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfokyselinou či jejími solemi vzorce II



kyanurchloridem a sloučeninami R_3H , kde R_1 , R_2 , R_3 a Me mají výše uvedený význam, v přítomnosti neutralizačních činidel.