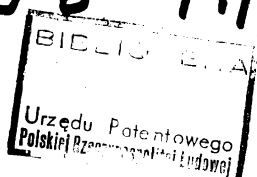


Opublikowano dnia 15 kwietnia 1955 r.



C09b 41/00



POŁSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 35627

Kl. 22 a, ^{41/00}~~8~~

VÝCHODOČESKÉ CHEMICKÉ ZÁVODY, NÁRODNÍ PODNIK

(Pardubice, Czechosłowacja)

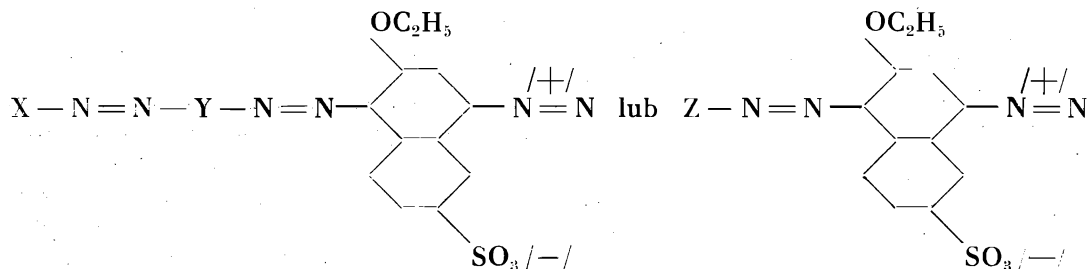
Sposób wytwarzania barwników dis- oraz trisazowych

Udzielono patentu z mocą od dnia 18 października 1951 r.

Pierwszeństwo: 19 października 1950 r. (Czechosłowacja)

Barwniki dis- i trisazowe, zawierające grupę kwasu 2 — etoksy — 1 — naftyloamino — 6 — sulfonowego na przedostatnim miejscu łańcucha, należą do najwartościowszych zielonych barwników bezpośrednich do bawełny. Odznaczają się one czystością barwy i znaczną odpornością na światło. Synteza ich natrafiała dotychczas na trudności polegające na tym, że produkty pośrednie, związki dwuazoniowe o wzorze ogólnym

(w którym X, Y i Z oznaczają człony produktów wchodzących w skład związku dwuazonowego), są bardzo trudne do sprzężenia z dalszymi składnikami. Tymi składnikami są zazwyczaj kwasy 2, 5, 7 — aminonaftolosulfonowy, 1, 8, 3, 6 — aminonaftolodwusulfonowy lub ich pochodne. Jako środek ułatwiający przeprowadzenie tego tak trudno zachodzącego sprzęgania stosowano roztwór wodny pirydyny. Niemieckie patenty



nr 450998, 453133, 476080, 477914, 478045, 481494, 481642 i 562645 podają tego rodzaju sposoby, które jednak posiadają duże wady. Trzeba stosować trudną do otrzymania czystą pirydynę w tak dużych ilościach, że niezbędne jest jej odzyskiwanie z cieczy poreakcyjnej. Poza tym przykry zapach pirydyny znacznie utrudnia zadanie.

Przedmiotem wynalazku jest sposób sprzęgania wymienionych związków dwuazonowych bez użycia pirydyny. Istota wynalazku polega na tym, że sprzęganie związku dwuazonowego, posiadającego w składniku końcowym grupę kwasu 2 — etoksy — 1 — naftyloamino — 6 — sulfonowego o wzorze wyżej podanym, przeprowadza się w środowisku wodnym, w obecności solo kwasu m — ksylenosulfonowego, lub soli innych kwasów aromatycznych jednosulfonowych albo też wielosulfonowych, zwłaszcza soli metali alkalicznych, metali ziem alkalicznych lub amonowych. Powstają przy tym barwniki zielone lub błękitno-zielone z wydajnością bliską teoretycznej o wysokim stopniu czystości. Zamiast kwasu 2 — etoksy — 1 — naftyloamino — 6 — sulfonowego można stosować podobne związki jak 2 — alkoksy — 1 — naftyloaminę i jej pochodne. Otrzymuje się produkt do barwienia bawelny.

Przykład I. Wodny roztwór 0,1 mola produktu pośredniego, stanowiącego związek dwuazonowy otrzymany w znany sposób z kwasu metanilowego, kwasu 1 — naftyloamino — 7 — sulfonowego i kwasu 2 — etoksy — 1 — naftyloamino — 6 — sulfonowego wprowadza się w ciągu pół godziny w temperaturze 10—12°C do roztworu 0,1 mola kwasu 2 — (3 — aminobenzilo) — amino — 5 — hydroksynaftaleno — 7 — sulfonowego oraz 2,5 mola m — ksylenosulfonianu sodowego w 800 cm³ wodnego 25%-owego roztworu amoniaku (około 10,6 mol NH₃). Podczas wlewania doprowadza się gazowy NH₃ z taką szybkością, aby jego stężenie w mieszaninie reakcyjnej nie spadło poniżej 9 moli w litrze. Powstający barwnik wydziela się z roztworu natychmiast. Po ukończeniu wlewania całość miesza się w ciągu pół godziny, po czym amoniak odpędza się parą wodną, a po ochłodzeniu do temperatury 40°C wydzielony barwnik odsysa się i suszy go w temperaturze 90°C. Wydajność wynosi 98—99% teoretycznej. Otrzymany barwnik nie ustępuje pod względem czystości barwnikowi wytworzonemu w obecności pirydyny.

Przykład II. Zawiesinę 0,1 mola związku dwuazonowego, otrzymanego w znany sposób z kwasu 4 — aminofenilo — 3 sulfonowego i kwasu 2 — etoksy — 1 — naftyloamino — 6 — sulfono-

wego, wprowadza się w ciągu pół godziny w temperaturze 5—10°C do roztworu zawierającego 1,103 mola kwasu 1 — benzoiloamino — 8 — naftolo — 3,6 — dwusulfonowego, 0,35 mola sody i 0,85 mola naftaleno — 1 — sulfonianu amonu w 600 cm³ wody. Następnie mieszaninę reakcyjną miesza się w ciągu godziny w tej samej temperaturze, po czym ogrzewa się ją do temperatury 45—50°C, przez co barwnik częściowo wydzielony ponownie przechodzi do roztworu. Następnie barwnik wysala się za pomocą 8—10% soli kuchennej, odsysa się go i suszy pod próżnią w temperaturze 95°C. Wydajność wynosi o 3—4% więcej, niż przy sprzęganiu w znany sposób w obecności pirydyny. Zarówno czystość jak i intensywność barwnika odpowiadają wymaganiom.

Przykład III. Zawiesinę wodną 0,1 mola związku dwuazonowego otrzymanego w zwykły sposób z kwasu anilino — 3,6 — dwusulfonowego, kwasu 1 — naftyloamino — 7 — sulfonowego i 2 — etoksy — 1 — naftyloaminy wprowadza się w ciągu jednej godziny w temperaturze 0—20°C do roztworu 0,106 mola 2 — fenyloamino — 5 — naftolo — 7 sulfonowego i 1,2 mola p — ksylenosulfonianu potasu w 600 cm³ w 25%-owego roztworu wodnego NH₃ (około 6,35 moli NH₃) oraz wkrapla się 300 cm³ wody. Następnie całość miesza się w ciągu 2 godzin, po czym amoniak odpędza się za pomocą pary wodnej. Otrzymany niebieskozielony barwnik odsysa się w temperaturze 50—55°C i suszy pod próżnią w temperaturze 90—95°C. Otrzymuje się 94—96% wydajności teoretycznej. Barwnik odpowiada pod względem odcienia trwałości barwnikowi otrzymanemu w obecności pirydyny.

Przykład IV. Zawiesinę wodną 0,1 mola związku dwuazonowego otrzymanego w znany sposób z kwasu anilino — 3,6 — dwusulfonowego, 1 — naftyloaminy i kwasu 2 — etoksy 1 — naftyloamino — 6 — sulfonowego wlewa się w ciągu 3 godzin w temperaturze 40°C do roztworu 0,108 mola kwasu 2 — amino — 5 — naftolo — 7 — sulfonowego, 0,054 mola sody i 0,35 mola kwasnego węglanu sodu oraz 2,1 mola naftaleno — 1,5 — dwusulfonianu magnezu w 700 cm³ wody. Po 2—3 godzinnym mieszananiu w temperaturze 40°C mieszaninę reakcyjną ochładza się do temperatury 20°C. Wydzielony barwnik odsysa się i suszy pod próżnią w temperaturze 90—95°C. Pod względem wydajności odcienia oraz intensywności barwnik ten odpowiada barwnikowi otrzymanemu w obecności pirydyny.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania barwników dis- oraz tris-azowych, posiadających na przedostatnim miejscu łańcucha grupę kwasu 2 — etoksy — 1 — naftyloamino — 6 — sulfonowego lub grupę 2 — alkoksy — 1 — naftyloaminową bądź jej pochodne, znamienny tym, że sprzęganie związków dwuazoniowych zawierających w składniku końcowym wspomniane grupy, z dalszymi składnikami

przeprowadza się w środowisku wodnym w obecności soli kwasów jedno lub wielosulfonowych benzenu, naftalenu bądź ich homologów, zwłaszcza soli metali alkalicznych, metali ziem alkalicznych lub amonowych tych kwasów.

V y c h o d o c e s k é
c h e m i c k é z á v o d y,
n á r o d n í p o d n í k

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych.