



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

255144

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 09 B 1/32

(22) Přihlášeno 06 06 86

(21) PV 4191-86.D

(40) Zveřejněno 11 06 87

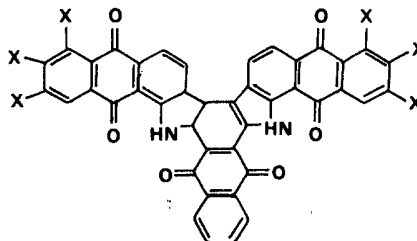
(45) Vydáno 15 11 88

(75)
Autor vynálezu

BŘEZINA KAREL ing., LUSTIG JIŘÍ ing.,
SOTONA VLADIMÍR ing., PARDUBICE

(54) **Hnědé kypové antrachinonové barvivo a způsob jeho přípravy**

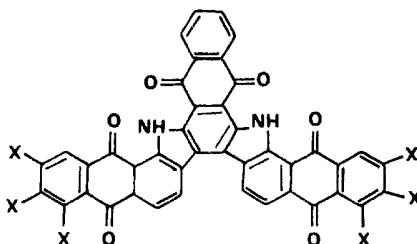
Antrachinonové barvivo obecného vzorce I, kde jedno X v každém antrachinonovém jádru znamená chlor a ostatní znamenají vodík, se připravuje koncentrací 1,6-, 1,7- a 1,5-dichlorantrachinonu s 1,4-diaminoantrachinonem, cyklizací produktu a jeho převedením na derivát karbazolu.



Vynález se týká hnědého kypového antrachinonového barviva pro vybarvování bavlny.

Při desulfonaci antrachinonu výše procentním olejem při teplotách 120 až 140 °C vznikají kromě žádané antrachinon-1,5-disulfokyseliny izomerní 1,6-, 1,7-, a 1,8-disulfokyseliny. Kyselina 1,8-antrachinondisulfonová je izolována jako vedlejší produkt ve formě draselné soli, zatímco 1,6- a 1,7- derivát přechází do filtrátů, ze kterých se vysolí chloridem sodným. Tyto deriváty nejsou zatím průmyslově využívány. Sulfoskupiny v těchto disulfokyselinách se snadno substituují chlorem při chloraci například chlorečnanem sodným za teplot blízkých teplotě varu reakční směsi. Získává se směs dichlorantrachinonu, která obsahuje 35 až 40 % 1,6-dichlorantrachinonu, 35 až 40 % 1,7-dichlorantrachinonu a 25 až 15 % hmotnostních 1,5-dichlorantrachinonu.

Nyní bylo nalezeno, že je možno z těchto dosud nevyužívaných vedlejších antrachinon-disulfokyselin po jejich převedení na dichlorantrachinonové deriváty připravit hnědé kypové barvivo o složení



kde jedno X v každém antrachinonovém jádře znamená chlor, ostatní X znamenají vodík. Barvivo se připravuje kondenzací 1,6-, 1,7-, a 1,5-dichlorantrachinonu, případně jejich směsí s 1,4-diaminoantrachinonem, načež se vzniklý produkt podrobí cyklizaci s převedením na derivát karbazolu. •

Směs dichlorantrachinonů se kondenzuje s 1,4-diaminoantrachinonem v prostředí nitrobenzenu. Získaný 1,4-triantrimid se převede na příslušný karbazol cyklizací, například chloridem titaničitým, v prostředí o-dichlorbenzenu. Získané barvivo, obsahující 9 až 11 % hmot. chloru v sušině v méně reaktivních 2-polohách, vykazuje velmi dobré aplikační vlastnosti. Výsledný odstín barviva je proti analogickému barvivu, nesubstituovanému chlorem, posunut do červena. Barvivo je vhodné pro vybarvování bavlny postupem obvyklým pro kypová barviva.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení.

P ř í k l a d 1

Do 5 560 dílů filtrátů po izolaci antrachinon-1,8-disulfonanu draselného se za míchání při teplotě 25 až 30 °C vnese 400 díl chloridu sodného, 1 hodinu míchá a pak ponechá v klidu 10 hodin. Směs se filtruje. Získá se 1 180 dílů kyselého těsta s obsahem 121,5 dílů antrachinondisulfokyseliny o složení 35 až 40 % hmot. antrachinon-1,6-disulfokyseliny, 37 až 39 % hmot. antrachinon-1,7-disulfokyseliny a 22 až 15 % hmot. antrachinon-1,5-disulfokyseliny. Do 2 140 dílů vody se vnese 1 130 dílů kyselého těsta s obsahem 116 dílů antrachinondisulfokyselin. Přidá se 50 dílů chloridu sodného, 420 dílů kyseliny sírové. Směs se vyhřeje na teplotu 98 °C a při teplotě 98 až 102 °C se v průběhu 28 hodin vnese pod hladinu roztok 98,3 dílů chlorečnanu sodného v 700 dílech vody.

Pak se přidavkem asi 5 dílů disiřičitanu sodného zruší volný halogen, směs se filtruje a filtrační koláč se vodou promyje do neutrální reakce a usuší. Získá se 64 dílů směsí 1,6- a 1,7-dichlorantrachinonu.

Do směsi 316 dílů nitrobenzenu, 44,4 dílů směsi 1,6- a 1,7-dichlorantrachinonu, 10,7 dílu bezvodného octanu sodného, 10,7 dílu bezvodného uhličitanu sodného a 0,8 dílu práškovité mědi se při teplotě 205 až 207 °C vnese po částech roztok 1,4-diaminoantrachinonu v nitrobenzenu, získaný oxidací 19,2 dílu leuko-1,4-diaminoantrachinonu v 96 dílech nitrobenzenu za přítomnosti 0,35 dílu piperidinu při teplotě 145 až 150 °C. Reakční směs se míchá při teplotě 205 až 207 °C do ukončení reakce. Pak se nitrobenzen oddestiluje s vodní parou, suspenze zfiltruje, filtrační koláč se promyje vodou a usuší.

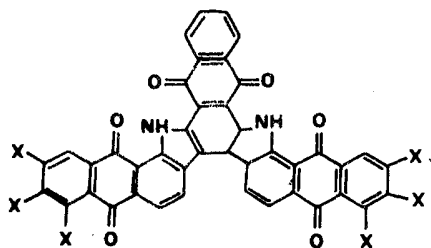
Získaný produkt se míchá při teplotě 70 až 80 °C v roztoku 800 dílů vody, 34 dílů kyseliny chlorovodíkové a 0,7 chlorečnanu sodného. Směs se filtruje, filtrační koláč se promyje vodou do neutrální reakce a usuší. Získá se 58,5 dílu směsného 1,4-triantrimidu. Do 216 dílů o-dichlorbenzenu a 22,5 dílu chloridu titaničitého se při teplotě 165 až 170 °C postupně během 1 hodiny vnese suspenze 25 dílů semletého směsného 1,4-triantrimidu v 39,2 dílech o-dichlorbenzenu. Po ukončení reakce se ze směsi oddestiluje o-dichlorbenzen.

Získané suché surové barvivo se vnese do roztoku 10,6 dílu hydroxidu sodného v 170 dílech vody a při teplotě 80 °C se míchá 1 hodinu. Při teplotě 65 až 68 °C se postupně v průběhu 12 až 16 hodin vnese 151 dílů chlornanového louhu s obsahem 17,8 dílu aktivního chloru.

Pak se volný halogen zruší přidávkou asi 3 dílů disířičitanu sodného. Během 2 hodin se při teplotě 65 až 68 °C připustí 312 dílů kyseliny chlorovodíkové, reakční směs se naředí 800 díly vody, filtruje, filtrační koláč se promyje nejdříve zředěnou kyselinou chlorovodíkovou a pak vodou do neutrální reakce. Získá se vodné těsto s obsahem 20,1 dílu hnědého kypového antrachinonového barviva (odpovídajícího strukturnímu vzorci I) s obsahem 9 až 11 % chloru v sušině.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Hnědé kypové antrachinonové barvivo vzorce



kde jedno X v každém antrachinonovém jádře znamená chlor, ostatní X znamenají vodík.

2. Způsob přípravy hnědého kypového antrachinonového barviva podle bodu 1, vyznačující se tím, že se 1,6-, 1,7- a 1,5-dichlorantrachinon, případně jejich směs kondenzuje s 1,4-diaminoantrachinonem, načež se vzniklý produkt podrobí cyklizaci s převedením na derivát karbazolu.