



URZĄD
PATENTOWY
PRL

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr ———

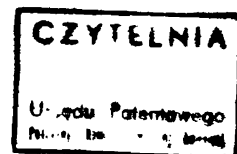
Int. Cl.⁴ C09B 29/24

Zgłoszono: 86 12 12 (P. 262977)

Pierwszeństwo ———

Zgłoszenie ogłoszono: 87 12 14

Opis patentowy opublikowano:



Twórcy wynalazku: Wiktor Dawid, Jolanta Omąkowska, Romuald Skowroński,
Lidia Turała

Uprawniony z patentu tymczasowego: Uniwersytet Łódzki,
Łódź (Polska)

Sposób otrzymywania nowych zawieszinowych barwników monoazowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania nowych zawieszinowych barwników monoazowych o ogólnym wzorze podstawionym na rysunku, w którym R oznacza grupę 2-hydroksyetylową, 2-hydroksypropylową lub 2,2,6,6-tetrametylopiperydylową, a R' oznacza atom wodoru lub grupę 2-hydroksyetylową albo 2,2,6,6-tetrametylopiperydylową. Barwniki te barwią włókna poliakrylonitrylowe i poliamidowe oraz wełnę na kolor żółty.

Sposobem według wynalazku diazuje się 2-amino-5-chlorobenzhydrol i sprzęga otrzymany związek diazoniowy w środowisku kwaśnym z 2-amino-3-cyjano-4-metylo-6-/2-hydroksyetylo/-aminopirydyną, 2-amino-3-cyjano-4-metylo-6-/2-hydroksypropylo/-aminopirydyną, 2-[4'-/2',2',6',6'-tetrametylopiperydylo/-]amino-3-cyjano-4-metylo-6-/2-hydroksyetylo/-aminopirydyną, 2-[4'-/2',2',6',6'-tetrametylopiperydylo/-]amino-3-cyjano-4-metylo-6-/2-hydroksypropylo/-aminopirydyną albo z 2-/hydroksyetylo/-amino-3-cyjano-4-metylo-6-[4'-/2',2',6',6'-tetrametylopiperydylo/-]aminopirydyną.

Sposób według wynalazku ilustrują następujące przykłady, w których procenty oznaczają procenty wagowe, a stopnie temperatury podano w stopniach Celsjusza:

Przykład I. 2,34 g (0,01 mola) 2-amino-5-chlorobenzhydrolu rozpuszcza się w 3 cm³ lodowatego kwasu octowego i 3 cm³ stężonego kwasu solnego. Uzyskany roztwór chłodzi się w łaźni lodowej do temperatury 10–12° i wkrapla, energicznie mieszając, roztwór 0,8 g (0,012 mola) azotynu sodowego w 2,5 cm³ wody, utrzymując temperaturę poniżej 15°. Po 20 minutach usuwa się nadmiar kwasu azotawego, dodając mocznika, po czym wprowadza się 8 cm³ wody z lodem i sący. Roztwór soli diazoniowej może być przechowywany w temperaturze do 10° bez obawy rozkładu w ciągu kilkunastu godzin.

Oddzielnie rozpuszcza się 3,28 g (0,011 mola) 6-chloro-3-cyjano-4-metylo-2-[4'/2',2',6',6'-tetrametylopiperydylo/-amino]pirydyny w 5 cm³ N-metylo-2-pirolidonu i do uzyskanego roztworu dodaje 2,47 g (0,033 mola) 2-hydroksypropyloaminy. Całość ogrzewa się w ciągu 5 godzin pod chłodnicą zwrotną w temperaturze 140°C.

Do ochłodzonej mieszaniny reakcyjnej dodaje się następnie 5 ml lodowatego kwasu octowego. Do przygotowanego w ten sposób roztworu składnika biernego wprowadza się roztwór otrzymanej opisanym wyżej sposobem soli diazoniowej. W trakcie dodawania roztworu soli dia-

zoniowej wypada barwnik, który wydziela się całkowicie z roztworu, dodając stały octan sodowy. Osad odsączacza się, przymwa wodą i suszy. Otrzymuje się 5,5 g (80% wydajności) barwnika, barwiącego włókna poliakrylonitrylowe i poliamidowe oraz wełnę na kolor żółty.

Dalsze przykłady wykonania wynalazku sposobem opisanym w przykładzie I ilustruje następująca tabela:

Przykład nr	Podstawniki we wzorze przedstawionym na rysunku		Uzyskany barwnik
	R	R'	
II	2-hydroksyetyl	2,2,6,6-tetra- metylopiperydyl	żółcień
III	2,2,6,6-tetra- metylopiperydyl	2-hydroksyetyl	żółcień
IV	2-hydroksy- etyl	atom wodoru	żółcień
V	2-hydroksy- propyl	atom wodoru	żółcień

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania nowych zawieszinowych barwników monoazowych o ogólnym wzorze przedstawionym na rysunku, w którym R oznacza grupę 2-hydroksyetylową, 2-hydroksypropylową lub 2,2,6,6-tetrametylopiperydylową, a R' oznacza atom wodoru lub grupę 2-hydroksyetylową albo 2,2,6,6-tetrametylopiperydylową, **znamienny tym**, że 2-amino-5-chlorobenzhydrol diazuje się i sprzęga otrzymany związek diazoniowy w środowisku kwaśnym z 2-amino-3-cyjano-4-metylo-6-/2-hydroksyetylo/-aminopirydyną, 2-amino-3-cyjano-4-metylo-6-/2-hydroksypropylo/-aminopirydyną, 2-[4'-/2',2',6',6'-tetrametylopiperydylo/-]amino-3-cyjano-4-metylo-6-/2-hydroksyetylo/-aminopirydyną, 2-[4'-/2',2',6',6'-tetrametylopiperydylo/-]amino-3-cyjano-4-metylo-6-/2-hydroksypropylo/-aminopirydyną albo z 2-/hydroksyetylo/-amino-3-cyjano-4-metylo-6-[4'-/2',2',6',6'-tetrametylopiperydylo/-]amino-pirydyną.

