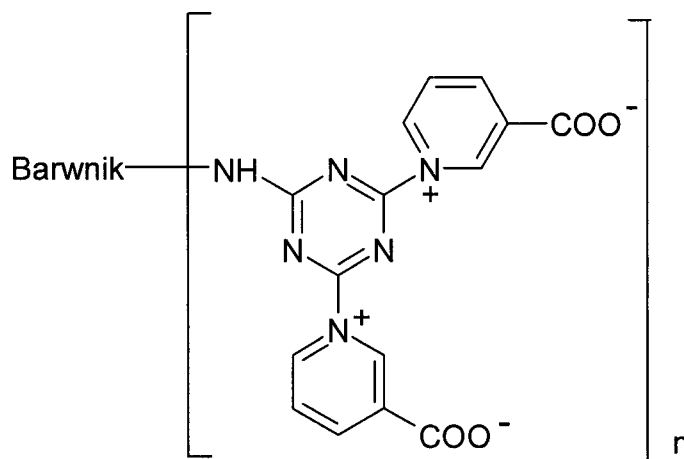


Nowe barwniki reaktywne, pochodne di(3- karboksypirydino)triazyny oraz sposób ich wytwarzania

Przedmiotem wynalazku są nowe barwniki reaktywne, pochodne di(3- karboksypirydino)triazyny, przeznaczone zwłaszcza do barwienia papieru oraz sposób ich wytwarzania.

Znane są barwniki reaktywne, pochodne 3-karboksypirydynotriazyny, które
5 otrzymuje się w reakcji kondensacji barwników monochloroditriazynowych oraz monochlorotriazynowych z kwasem pirydyno-3-karboksylowym, w środowisku wodnym w temperaturze 90-98°C przy pH 6,5 -6,8 w czasie 2-3 godziny. Barwniki te barwią włókna celulozowe w środowisku zbliżonym do obojętnego w temperaturze 100-130°C.

10 Wynalazek dotyczy nowych barwników reaktywnych, pochodnych di(3-karboksypirydino)triazyny, o wzorze 1,



(wzór 1)

w którym Barwnik oznacza substancję barwiącą z układem chromoforowym azowym, antrachinonowym, dioksazynowym, formazanowym lub ftalocyjaninowym, zaś $n = 1$ lub 2.

15 Nowe barwniki reaktywne charakteryzują się bardzo dobrą rozpuszczalnością w wodzie. Barwią papier na różne odcienie żółci, oranżu, czerwieni, fioletu, błękitu i zieleni, przy czym do barwienia papieru stosuje się je w postaci adduktów ze związkami poliaminowymi. Nowe barwniki aplikuje się na masę celulozy w temperaturze niższej od 40°C. Uzyskane przy ich użyciu wybarwienia charakteryzują się dużą

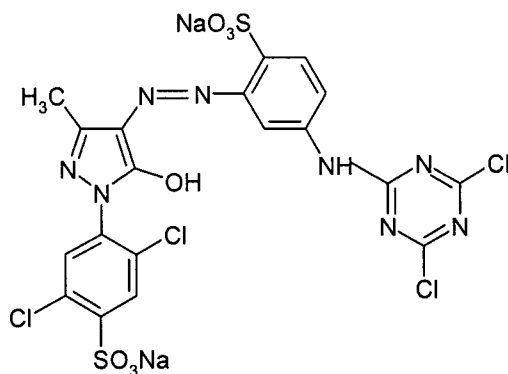
żywością i intensywnością barwy, dobrą opornością na działanie czynników mokrych (wody) oraz odpornością na działanie światła 3-6 w skali ośmiostopniowej.

Wynalazek dotyczy także sposobu wytwarzania nowych barwników reaktywnych o wzorze 1, określonych powyżej, który polega na tym, że barwnik reaktywny z układem chromoforowym azowym, antrachinonowym, dioksazynowym, formazanowym lub 5 ftalocyjaninowym, zawierający w cząsteczce układ dichlorotriazynowy lub di chloro-ditriazynowy, poddaje się reakcji kondensacji z kwasem pirydyno-3-karboksylowym (kwasem nikotynowym), w środowisku wodnym w temperaturze, najpierw 30-50°C w czasie do 2 godzin, a następnie 80-98°C w czasie do 2 godzin, przy pH 6,0-7,5, 10 korzystnie 6,2-6,5, po czym otrzymany roztwór nowego barwnika suszy się lub wysala z niego barwnik. Kwas pirydyno-3-karboksylowy stosuje się w ilości stechiometrycznej lub z nadmiarem, co najwyżej 25 % -owym, w stosunku do ilości atomów chloru wymienianych w cząsteczce barwnika poddawanego kondensacji.

Przedmiot wynalazku ilustrują poniższe przykłady.

15 Przykład I.

Do roztworu wodnego 8,64 g barwnika C. I. Reactive Yellow 1 o wzorze 2



(wzór 2)

zawierającego 1,50 g chlorku sodowego, w 120 cm³ wody wlało roztwór 3,40 g soli sodowej kwasu nikotynowego w 30 cm³ wody, ogrzano do temperatury 40±2°C i utrzymywano w tej temperaturze przez 2 godziny utrzymując jednocześnie pH = 6,5- 20 6,8 w drodze wkraplania 10 % roztworu wodnego węgla sodowego. Następnie mieszaninę reakcyjną podgrzano do temperatury 95±2°C i utrzymywano w tej temperaturze 2 godziny utrzymując jednocześnie pH = 6,5-6,8 w drodze wkraplania

10 % roztworu wodnego węglanu sodowego. Produkt reakcji wydzielono przez wyso-
lenie chlorkiem sodowym, ochłodzenie do temperatury 20°C, odsączenie i wysuszenie
pasty w temperaturze 60°C.

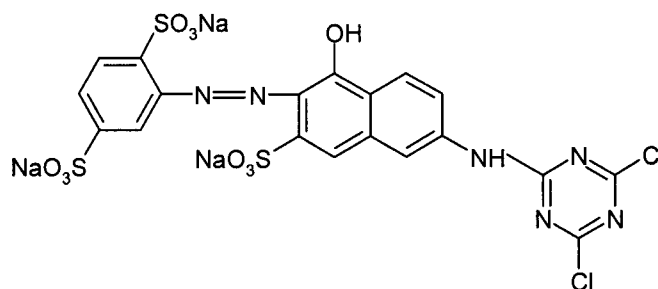
Otrzymano 12,13 g barwnika zawierającego 22,0 % chlorku sodowego. Wyniki analizy
5 spektrofotometrycznej otrzymanego barwnika w wodzie były następujące:

$$\epsilon_{\max} = 18450 \text{ dm}^3/\text{mol} \cdot \text{cm} \quad \lambda_{\max} = 399,2 \text{ nm.}$$

Barwnik barwił papier na kolor żółty.

Przykład II.

Do roztworu 8,05 g barwnika C. I. Reactive Orange 46 o wzorze 3



(wzór 3)

10 zawierającego 1,62 g chlorku sodowego, w 120 cm³ wody wlewo roztwór 3,40 g soli
sodowej kwasu nikotynowego w 30 cm³ wody.

Dalej postępowano jak w przykładzie I.

Po zakończeniu reakcji kondensacji roztwór barwnika wysuszono w temperaturze 60°C.

Otrzymano 11,4 g barwnika zawierającego 21,3 % chlorku sodowego. Wyniki analizy

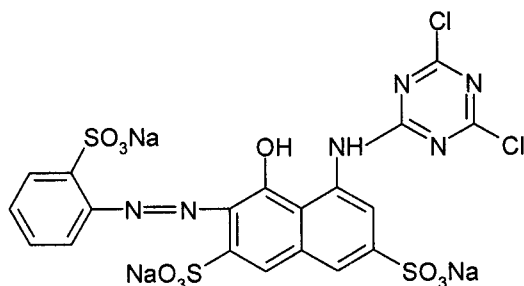
15 spektrofotometrycznej otrzymanego barwnika w wodzie były następujące:

$$\epsilon_{\max} = 17600 \text{ dm}^3/\text{mol} \cdot \text{cm} \quad \lambda_{\max} = 469,7 \text{ nm.}$$

Barwnik barwił papier na kolor oranżowy.

Przykład III.

Do roztworu 8,63 g barwnika C. I. Reactive Red 1 o wzorze 4



(wzór 4)

zawierającego 1,45 g chlorku sodowego, w 120 cm³ wody wiano roztwór 3,40 g soli sodowej kwasu nikotynowego w 30 cm³ wody.

Dalej postępowano jak w przykładzie I.

Po zakończeniu reakcji kondensacji roztwór barwnika wysuszono w temperaturze 60°C.

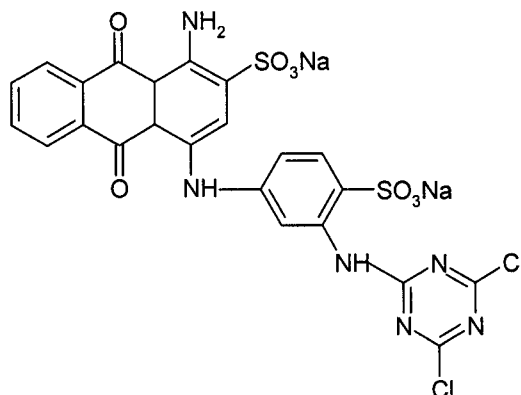
- 5 Otrzymano 12,0 g barwnika zawierającego 21,8 % chlorku sodowego. Wyniki analizy spektrofotometrycznej otrzymanego barwnika w wodzie były następujące:

$$\epsilon_{\max} = 22250 \text{ dm}^3/\text{mol} \cdot \text{cm} \quad \lambda_{\max} = 507,4 \text{ nm.}$$

Barwnik barwił papier na kolor czerwony.

Przykład IV.

- 10 Do roztworu 7,84 g barwnika C. I. Reactive Blue 4 o wzorze 5



(wzór 5)

zawierającego 1,03 g chlorku sodowego, w 180 cm³ wody wiano roztwór 3,40 g soli sodowej kwasu nikotynowego w 30 cm³ wody, ogrzano do temperatury 45±2°C i utrzymywano w tej temperaturze przez 2 godziny utrzymując jednocześnie pH = 6,5-6,8 w drodze wkraplania 10 % roztworu wodnego węgla sodowego. Następnie

mieszaninę reakcyjną podgrzano do temperatury $95\pm 2^{\circ}\text{C}$ i utrzymywano w tej temperaturze 2 godziny utrzymując jednocześnie $\text{pH} = 6,5-6,8$ w drodze wkraplania 10 % roztworu wodnego węgla sodowego. Produkt reakcji wydzielono przez wysolenie chlorkiem sodowym, ochłodzenie do temperatury 20°C , odsączenie i wysuszenie w temperaturze 60°C .

Otrzymano 11,7 g barwnika zawierającego 15,1 % chlorku sodowego. Wyniki analizy spektrofotometrycznej otrzymanego barwnika w wodzie były następujące:

$$\epsilon_{\max} = 9900 \text{ dm}^3/\text{mol} \cdot \text{cm} \quad \lambda_{\max} = 597,8 \text{ nm.}$$

Barwnik barwił papier na kolor błękitny.

10 Dalsze przykłady V – XIII przedstawiono w poniższej tabelicy.

Tablica

Nr przykładu	Barwnik poddany kondensacji	Uzyskane wybarwienie	ϵ_{\max} $\text{dm}^3/\text{mol} \cdot \text{cm}$	λ_{\max} nm
V	C.I. Reactive Yellow 4	żółcień	18500	390,2
VI	C.I. Reactive Yellow 22	żółcień	18200	397,6
VII	C.I. Reactive Orange 1	orańż	17800	468,9
VIII	C.I. Reactive Red 2	czerwień	19600	518,6
IX	C.I. Reactive Red 6	rubin	18700	540,6
X	C.I. Reactive Red 8	szkarłat	17800	486,3
XI	C.I. Reactive Violet 14	fiolet	16900	558,2
XII	C.I. Reactive Blue 109	granat	44000	617,9
XIII	C.I. Reactive Blue 163	błękit	40800	629,6