

Warszawa, 7 października 1936 r.

URZĄD PATENTOWY



C 096 29/36

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 23575.

Kl. 22 a, 2.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).

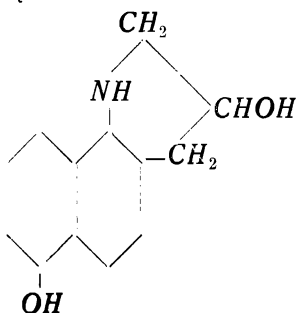
Sposób wytwarzania barwników jednoazowych.

Zgłoszono 16 października 1935 r.

Udzielono 28 lipca 1936 r.

Pierwszeństwo: 20 października 1934 r. (Niemcy).

Wynalazek niniejszy dotyczy sposobu wytwarzania barwników azowych, szczególnie odpowiednich do barwienia i drukowania estrów i eterów celulozy. Sposób według wynalazku niniejszego polega na tem, że py-3-oksy-cztero-hydro-7-oksynaftochinolinę o wzorze:



sprzęga się w środowisku kwaśnem z odpowiednimi składnikami dwuazowymi szeregu aromatycznego. Barwniki, które można w ten sposób otrzymać, dają nieoczekiwane na estrach i eterach celulozy naogół przezroczyste odcienie błękitne do zielonych o dobrej odporności na działanie światła i bardzo dobrej wywabialności.

W przeciwieństwie do znanych barwników tego rodzaju barwniki według wynalazku niniejszego wytwarzają zabarwienia czyste o odcieniach, znacznie przesuniętych ku błękitnej aż do zielonej części widma, a mianowicie przy użyciu pewnych zasad, jak np. *p*-nitro-anilin, dwunitro-anilin, 2-ami-

no-benzo-tiozoli i t. d., otrzymuje się zabarwienia o odcieniach, nieznanach dotychczas w szeregu barwników jedno-azowych do jedwabiu octanowego. W związku z ich bardzo dobrą odpornością na działanie światła i doskonałą wywabialnością obok wybitnej czystości odcieni zabarwień produkty te są cenne technicznie i wypełniają lukę w szeregu dających się wywabiać barwników do barwienia eterów i estrów celulozy.

Przykład I. Roztwór dwuazowy, otrzymany w znany sposób w kwasie solnym z 13,8 części wagowych para-nitro-aniliny i 6,9 części wagowych azotynu sodowego, wlewa się do oziębionego lodem, otrzymanego również w kwasie solnym roztworu 21,5 części wagowych py-3-oksy-cztero-hydro-7-oksy-naftochinoliny albo odpowiedniej ilości chlorowodoru tego związku w około 300 częściach wagowych wody. Sprzęganie następuje bardzo szybko i w krótkim czasie wytwarzanie barwnika jest skończone. Nadmiar kwasu mineralnego zobojętnia się sodą albo octanem sodowym i wyosabnia barwnik nierozpuszczalny przez odcisnięcie. Barwnik ten z lekko pieniącej się kąpieli mydlanej barwi w zwykły sposób jedwab octanowy na piękne czyste odcienie błękitne, dające się wywabiać na białe.

Jeżeli zamiast 4-nitro-aniliny zastosuje się 2-chloro-4-nitro-anilinę, jako składnik dwuazowy, to otrzymuje się barwnik, który barwi jedwab octanowy na piękne, czyste odcienie błękitu turkusowego, dające się dobrze wywabiać.

Ponadto barwniki o podobnie dobrych właściwościach otrzymuje się przy użyciu 5-nitro-2-anizydyny i innych pochodnych 4-nitro-aniliny.

W celu wytwarzania py-3-oksy-4-hydro-7-oksy-naftochinoliny można postępować np. jak niżej:

320 części wagowych 1,5-amino-naftolu zawiesza się w 1000 częściach wagowych normalnego alkoholu butylowego, w temperaturze 80 — 90°C i, mieszając, wprowadza się powoli 240 części wagowych epichlorohydryny. Następnie mieszaninę reakcyjną ogrzewa się jeszcze w ciągu kilku godzin do wrzenia alkoholu butylowego, przyczem wkrótce wydzielają się kryształy chlorowodoru py-3-oksy-cztero-hydro-7-oksy-naftochinoliny. Gdy ich liczba przestanie wzrastać, pozostawia się masę krystaliczną do ostygnięcia i oddziela kryształy od rozpuszczalnika przez odsączenie. W celu wytworzenia wolnej zasady uprzednio wysuszony chlorowodorek rozpuszcza się w dostatecznej ilości wody, odsącza od nierozpuszczonych zanieczyszczeń i z przesączu wytrąca zasadę octanem sodu. W ten sposób otrzymuje się py-3-oksy-cztero-hydro-7-oksy-naftochinolinę w postaci prawie białego proszku krystalicznego.

Przykład II. 15,4 części wagowych 5-nitro-2-amino-fenolu dwuazuje się w zwykły sposób w roztworze kwasu solnego zapomocą 6,9 części wagowych azotynu sodowego i zawiesinę tlenku dwuazowego wlewa się do zakwaszonego kwasem solnym roztworu 21,5 części wagowych py-3-oksy-cztero-hydro-7-oksy-naftochinoliny w około 100 częściach wagowych wody. Mieszając, zobojętnia się stopniowo wolny kwas mineralny octanem sodowym aż do zakończenia sprzęgania. Barwnik, wyosobniony przez odcisnięcie, barwi jedwab octanowy z kąpieli mydlanej na odcienie zielonkawobłękitne, dające się wywabiać na białe.

W następującej tabeli podano zestawienie innych jeszcze barwników, wytworzonych według wynalazku niniejszego, oraz odcieni, jakie można otrzymać przy ich zastosowaniu na jedwabiu octanowym.

Składnik dwuazowy	Składnik sprzęgania	Zabarwienie na jedwabiu octanowym
<i>p</i> -nitro-anilina	py-3-hydroksy-cztero-hydro-7-hydroksy-nafto-pirydyna	czysty błękit
<i>m</i> -nitro-anilina	"	fiolkowe
5-nitro-4-chloro-2-anizydyna	"	czysty błękit
5-nitro-2-toluidyna	"	czysty błękit
4-nitro-2-toluidyna	py-3-hydroksy-cztero-hydro-7-hydroksy-nafto-pirydyna	fiolkowe
4-nitro-2-chloro-anilina	"	czysta błękitna zieleń
5-nitro-2-amino-fenol	"	błękit z odcieniem zielonkawym
kw. 5-nitro-2-amino-benzeno-sulfonowy	"	zielen
2,4-dwunitro-anilina	"	zielen

Przykład III. 29 części wagowych 6 - bromo - 2,4 - dwunitro - 1 - amino-benzenu wprowadza się, mieszając, w temperaturze 50 — 60°C do roztworu kwasu nitrozylo-siarkowego, przygotowanego z 7 części wagowych azotynu sodowego i 120 części wagowych stężonego kwasu siarkowego, a następnie masę reakcyjną mocno się rozcieńcza przez wylanie na lód. Ewentualnie przesączony roztwór dwuazowy w kwasie siarkowym wlewa się do zimnego roztworu w kwasie solnym 21,5 części wagowych py-3-oksy-cztero-hydro-7-oksy-nafto-chinoliny. Otrzymany barwnik barwi

jedwab octanowy na odcienie błękitnawo-zielone.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania barwników jednoazowych, znamienny tem, że py-3-oksy-cztero-hydro-7-oksy-naftochinolinę sprzęga się w roztworze kwaśnym z odpowiednimi składnikami dwuazowania szeregu aromatycznego.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.