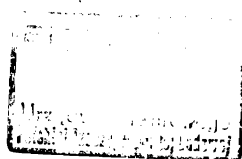


Warszawa, 5 lutego 1937 r.

URZĄD PATENTOWY



C09 b 23/00



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 24220.

Kl. 22 ^{a, 23/00} ~~23~~

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

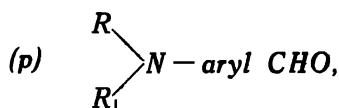
Sposób wytwarzania barwników wielometinowych.

Zgłoszono 24 kwietnia 1936 r.

Udzielono 25 listopada 1936 r.

Pierwszeństwo: 26 kwietnia 1935 r. (Niemcy).

Wynalazek niniejszy dotyczy zasadowych barwników wielometinowych i sposobu ich wytwarzania. Sposób ten polega na tym, że aldehydy *p*-aminoarylowe o wzorze ogólnym:



w którym litera *R* oznacza grupę alkylową, chlorowcoalkylową lub oksyalkylową, a litera *R*₁ — *H*, grupę alkylową, chlorowcoalkylową, oksyalkylową, alkoksyalkylową, aralkylową lub aryłową, z tym założeniem, że litera *R* oznacza tylko grupę alkylową,

gdy litera *R*₁ — jest grupą aryłową, a w którym reszty aryłowe mogą być ponadto również podstawione, poddaje się przemianę w sposób znany ze związkami o zdolnych do reakcji grupach metylenowych.

Jako aldehydy nadają się między innymi np. aldehyd *p* - (fenyłometylo) - aminobenzoesowy, aldehyd *p* - (*p'* - etoksy - fenyłometylo) - aminobenzoesowy i inne.

Jako odpowiednie związki zawierające zdolne do reakcji grupy metylenowe można przytoczyć np. pochodne kwasu cyjanooctowego, jak jego estry, etery, amidy; pochodne kwasu malonowego, jak nityl malonowy i t. d.; pyrazolony, indoliny, *α* - me-

tyloindole, α i γ - alkylopirydyny, alkylochinoliny, oksytionafteny, dwunitrotoluen.

Barwniki wytworzone według wynalazku niniejszego wykazują w porównaniu ze znanymi dotychczas wielometinami analogicznymi pewną liczbę godnych uwagi zalet technicznych, których nie można było przewidzieć. A więc dzięki obecności w cząsteczce barwnika reszt chlorowcoalkylowych następuje silne przesunięcie odcieni barwnych w stronę krótkofalową widma, wskutek czego osiąga się odcienie, których dotychczas w ten sposób nie można było wytworzyć. Obecność reszt oksyalkylowych powoduje poza tym znaczne polepszenie się rozpuszczalności barwników, dzięki czemu otrzymuje się zabarwienia szczególnie głębokie i intensywne. Ponadto wskutek obecności reszt chlorowcoalkylowych, oksyalkylowych i arylowych w cząsteczce częstokroć polepsza się znacznie odporność barwnika na sublimowanie i działanie światła, zwłaszcza jeżeli chodzi o zabarwienia jedwabiu octanowego.

W ten sposób osiąga się nowe, bardzo jasne barwniki zasadowe, które zależnie od użytych składników nadają się do rozmaitych celów, np. do barwienia eterów i estrów błonnikowych, do wytwarzania nadzwyczaj pięknych i trwałych laków na materiałach włókienniczych i podłożach, a również jako rozpuszczalniki barwników i barwniki do skór.

Przykład I. 24 części wagowe aldehydu *p* - butylo - chloroetylo - aminobenzoowego gotuje się w ciągu krótkiego czasu pod chłodnicą zwrotną w mniej więcej 100 częściach wagowych alkoholu z 11 częściami wagowymi estru etylowego kwasu cyjanooctowego i kilkoma kroplami piperidyny. Po ochłodzeniu krystalizuje barwnik w postaci zielonkawo-żółtych igieł, które po odessaniu i wysuszeniu wykazują punkt topnienia 111 — 113°C. Otrzymany barwnik nie rozpuszcza się w wodzie, natomiast dobrze rozpuszcza się w alkoholu,

acetonie, estrze octowym i t. d.; barwi on jedwab octanowy na jaskrawe odcienie zielonkawo-żółte o wybitnej odporności na działanie światła i sublimowanie. Barwnik ten jest bardziej zielonkawy, niż barwnik dający się otrzymać z aldehydu *p* - dwuetyloaminobenzoowego i estru etylowego kwasu cyjanooctowego. Wspomniane odporności są bez porównania lepsze.

Barwnik wytworzony w podobny sposób z 1 mola aldehydu *p* - metylo - chloroetylo - aminobenzoowego i estru etylowego kwasu cyjanooctowego posiada punkt topnienia 108°C; daje on jaskrawe zabarwienia żółte z odcieniem zielonym i posiada podobnie wybitną odporność.

Barwnik z aldehydu *p* - dwu - (chloroetylo) - aminobenzoowego i estru etylowego kwasu cyjanooctowego wydziela się w postaci jaskrawych igieł zielonkawo-żółtych o punkcie topnienia 171°C. Jest on łatwo rozpuszczalny w gorącym alkoholu, mniej — w zimnym.

Przykład II. 26 części wagowych aldehydu *p* - (*p'* - etoksifynylometylo) - aminobenzoowego gotuje się w ciągu krótkiego czasu pod chłodnicą zwrotną z mniej więcej 250 częściami wagowymi alkoholu i 11 częściami wagowymi estru etylowego kwasu cyjanooctowego oraz kilkoma kroplami piperidyny. Po dodaniu około 100 części wagowych wody i ochłodzeniu barwnik krystalizuje w postaci żółtych igieł o punkcie topnienia 90 — 91°C, które są łatwo rozpuszczalne w alkoholu, acetonie, estrze octowym i t. d. i na etery błonnikowe ciągną w postaci jaskrawych pomarańczowo-żółtych odcieni głębokich o bardzo dobrej odporności na działanie światła i sublimowanie.

Przykład III. 18 części wagowych aldehydu *p* - metylooksyetylo - aminobenzoowego gotuje się w ciągu krótkiego czasu pod chłodnicą zwrotną z mniej więcej 50 częściami wagowymi alkoholu i 11 częściami wagowymi estru etylowego kwasu

cyjanooctowego oraz kilkoma kroplami piperydyny, po czym oddestylowuje się alkohol. Otrzymuje się pomarańczowo-żółtą żywicę, która wkrótce krzepnie na drobne żółte kryształy, które po przekrystalizowaniu z alkoholu topnieją w temperaturze 93°C. Otrzymany barwnik nadzwyczaj łatwo rozpuszcza się w alkoholach, acetonie, estrze octowym i t. d. Ciągnie on doskonale na jedwab octanowy dając jaskrawe odcienie zielonkawo-żółte o wybitnej odporności.

Żółty barwnik, otrzymany w podobny sposób z 1 mola aldehydu *p* - oksyetylo - chloro - etyloaminobenzoowego i 1 mola estru etylowego kwasu cyjanooctowego o punkcie topnienia 136 — 137°C wytwarza na jedwabiu octanowym jaskrawe żółte zabarwienia z odcieniem zielonym o wybitnej odporności. Barwnik otrzymany z 1 mola aldehydu *p* - dwuoksy - etylo - amino - benzoowego i 1 mola estru etylowego kwasu cyjanooctowego krystalizuje z alkoholu w postaci czerwono-pomarańczowych igieł o punkcie topnienia 146 — 147,5°C i barwi jedwab octanowy na jaskrawe odcienie żółte.

Przykład IV. 20 części wagowych aldehydu *p* - metylo - chloro - etylo - amino - benzoowego i 17,5 części wagowych 1 - fenylo - 3 - metylo - 5 - pyrazolonu po dodaniu kilku kropel piperydyny gotuje się w ciągu krótkiego czasu pod chłodnicą zwrotną w 50 częściach wagowych alkoholu. Po ochłodzeniu z czerwonego roztworu krystalizują czerwone błyszczące kryształy barwnika, które topnieją w temperaturze 154°C i ciągną na jedwab octanowy dając pomarańczowe odcienie o bardzo dobrej odporności i trwałości.

Przykład V. 24,6 części wagowych aldehydu *p* - dwu - (chloroetylo) - amino - benzoowego ogrzewa się mieszając w temperaturze 100°C w ciągu kilku godzin pod chłodnicą zwrotną z 17,5 częściami wagowymi 1, 3, 3 - trójmetylo - 2 - mety-

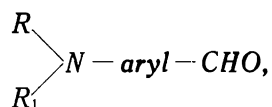
lenoindoliny w 120 częściach wagowych lodowatego kwasu octowego. Po wprowadzeniu masy reakcyjnej do wody i wysoleniu chlorkiem potasowym otrzymuje się barwnik w postaci ciemno brązowiejącej żywicy, która szybko krzepnie tworząc wspaniałe błyszczące kryształy. Po przekrystalizowaniu z gorącej wody otrzymuje się czysty barwnik. Daje on między innymi ze złożonymi kwasami fosforowolframowymi jaskrawy lak czerwony z odcieniem niebieskim o wybitnej odporności. Odcień barwy jest znacznie czerwiejszy, niż odcień barwnika podobnego otrzymanego np. z aldehydu *p* - dwuetylo - aminobenzoowego i 1, 3, 3, - trójmetylo - 2 - metylenoindoliny. Otrzymany barwnik barwi również bardzo jasno eter i ester błonnikowy oraz skórę.

Przykład VI. 24,6 części wagowych aldehydu *p* - dwu - (chloroetylo) - aminobenzoowego ogrzewa się w ciągu 5 godzin do 100°C z 13,1 części wagowej metyloketolu w 65 częściach wagowych lodowatego kwasu octowego. Przy zadaniu masy reakcyjnej wodą wytrąca się produkt kondensacji początkowo jako żywica, rozpada się jednak szybko na krystaliczny proszek fiołkowy, który rozpuszcza się łatwo w alkoholu, acetonie i t. d. barwiąc roztwór na kolor czerwono-fiołkowy.

Przykład VII. 24,6 części wagowych aldehydu *p* - dwu - (chloroetylo) - aminobenzoowego ogrzewa się w ciągu 30 minut pod chłodnicą zwrotną z 15,7 części wagowych 3 - oksytionafenu i kilkoma kroplami piperydyny w 250 częściach alkoholu. Produkt kondensacji wydziela się w postaci pomarańczowych blaszek o punkcie topnienia 214°C.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania barwników wielometinowych, znamieny tym, że aldehydy *p* - aminoarylowe o wzorze ogólnym



w którym litera R oznacza grupę alkylową, chlorowcoalkylową lub oksyalkylową, a litera R_1 — H , grupę alkylową, chlorowcoalkylową, oksyalkylową, alkoksyalkylową, aralkylową lub aryłową, z tym założeniem, że litera R oznacza tylko grupę alkylową,

gdy litera R_1 jest aryłem, i w którym reszty aryłowe mogą być ponadto podstawione, poddaje się przemianie w sposób znany ze związkami o zdolnych do reakcji grupach metylenowych.

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