

10 stycznia 1927 r.

2

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIŚ PATENTOWY

6096, 35/36

Nr 4312.

Kl. 22 a ~~33/48~~

35/36

Chemische Fabrik Griesheim-Elektron
(Frankfurt n.M., Niemcy).

Postępowanie w celu otrzymania barwników azowych.

Patent dodatkowy do patentu Nr 1751.

Zgłoszono 20 maja 1924 r.

Udzielono 26 lutego 1926 r.

Pierwszeństwo: 22 maja 1923 r. (Niemcy).

Najdłuższy czas trwania patentu do 10 marca 1940 r.

W polskim patencie Nr 1751 są opisane barwniki azowe, nierozpuszczalne w wodzie, które powstają przez sprzęganie związków tetrazowych ciał dwuaminoazowych nie zawierających grup sulfonowych z aryldami 2,3-oksynaftoesowego kwasu.

Okazało się, że dochodzi się do nierozpuszczalnych w wodzie barwników, odznaczających się cennymi własnościami, sprzęgając z aryldami kwasu 2,3-oksynaftoesowego tetrazo- związki takich barwników dwuaminoazowych, które powstają przez sprzęganie tetrazowanych aromatycznych

połączeń dwuaminowych, nie zawierających grupy sulfonowej z aminami zdolnymi do dalszego dwuazowania. Te zdolne do dalszego dwuazowania aminy nie mogą również zawierać grup sulfonowych np. *m*-aminoacetanilid, acetylotoluienodwuamina, *m*-toluidyna, *p*-krezydyna, *p*-ksylidyna i t. d., dalej α -naftylamina i jej pochodne sprzęgalne w położeniu 4. Sprzęganie można przedsięwziąć zarówno z 2 drobinami tej samej aminy, jako też z 2 różnymi aminami.

Przykład I. 14 części wagowych dwuanizydyny przeprowadza się w zwykły spo-

sób w połączenie tetrazowe i sprzęga z 15 cz. wag. α -naftylaminy w roztworze octowym. Po skończonem tworzeniu się barwnika zakwasza się kwasem solnym, odfiltrowuje, przemywa. Otrzymane z tego, przez traktowanie 7 części wagowych azotynu sodowego i potrzebnej ilości kwasu solnego, połączenie tetrazowe sprzęga się w roztworze 30 cz. wag. anilidu kwasu 2,3-oksynaftoesowego w rozcieńczonym ługu sodowym w obecności nadmiaru octanu sodowego. Barwnik odsadza się na pompie ssącej i przemywa, a otrzymane z niego laki posiadają głębokie czarne odcienie. Wymienione barwniki dają się także otrzymywać na włóknie.

Przykład II. Wstępne traktowanie włókna odbywa się w roztworze, zawierającym 8 g α -naftylaminy kwasu 2,3-oksynaftoesowego, 10 cm³ ługu sodowego 34° Bé i 10 cm³ oleju tureckiego w litrze. Po impregnacji włókna dobrze się wyciska i wywołuje w następującym roztworze tetrazowym: 3,7 g barwnika, otrzymanego z tetrazowanej toluidyny po jednej drobinie α -naftylaminy i *p*-krezydyny zawiesza się w półlitrze wody i mieszając dodaje się 5 cm³ kwasu solnego 20° Bé i 10 cm³ 10%-wego roztworu azotynu sodowego, przyczem następuje zupełne rozpuszczenie. Po krótkim staniu roztwór zobojętnia się octanem sodowym i uzupełnia do litra. Towar impregnowany przeciąga się 15—20 minut, później płócze się i namydla, gotując. W ten sposób otrzymuje się niebieską czerni o znakomitej trwałości.

Przykład III. 3,5 części wag. barwnika z tetrazowanej dwuaminodwufenyloaminy i 2 drobin *p*-krezydyny przeprowadza się, jak w przykładzie II opisano, w roztwór tetrazowy, zadaje nadmiarem octanu sodowego i uzupełnia do litra.

Wywoływanie odbywa się na towarze przygotowanym w sposób opisany w przykładzie II i prowadzi do otrzymania głębokiej czerni o zielonawym odcieniu.

Przykład IV. 4,2 barwnika 4,4'-dwuamino-2,3'-dwumetoksy-2'-metyloazobenzolu, który można otrzymać albo przez sprzężenie dwuazowanego 1-amino-2-metoksy-4-nitrobenzolu z *p*-krezydynam i redukcję nitrogrupy, albo przez sprzężenie dwuazowanego 4-amino-3-metoksy-acetanilidu z *p*-krezydynam i odszczepienie grupy acetylowej rozpuszcza się w wodzie z 10 cm³ kwasu solnego i przeprowadza w roztwór tetrazowy przez dodanie 20 cm³ roztworu azotynu sodowego 1:10. Następnie dodaje się 4 g roztworu *p*-krezydyny w kwasie solnym i przytłumia octanem sodowym. Wydzielony barwnik odfiltrowuje się, wymywa i suszy. Z tego 4 g przemienia się, jak w przykładzie II opisano, w zwykłej temperaturze w litr octowo-kwaśnego roztworu tetrazowego.

Włókno impregnowane α -naftylamidem kwasu 2,3-oksynaftoesowego barwi się przy wywoływaniu tym roztworem tetrazowym na trwałe tony niebiesko - czarne.

Przykład V. Kapiel: 24 g anilidu 2,3-oksynaftoesowego kwasu zarabia się z 36 cm³ ługu sodowego 36° Bé i 50 g oleju tureckiego i rozpuszcza w gotującej wodzie. Potem dodaje się 75 g octanu sodowego i uzupełnia do litra. Towar tym roztworem wstępnie traktowany nadrukowuje się następującym roztworem tetrazowym: 30 g barwnika z tetrazowanej toluidyny i 2 drobin *p*-krezydyny przeprowadza się z 300 g wody, 50 g kwasu solnego 22° Bé i 100 g roztworu azotynu sodowego 1:10 w łatwo rozpuszczalne połączenie tetrazowe, dodaje 375 g śluzu tragantowego, 20 g oleju rycynowego, 5 g oleju terpentynowego i 100 g octanu sodowego 1 plus 1 i uzupełnia wodą do litra.

Po drukowaniu rozwiesza się na krótki czas, potem się płócze i namydla. Otrzymuje się głęboką czerni o znakomitej trwałości.

Zastrzeżenie patentowe.

Postępowanie w celu otrzymania barwników azowych podług patentu Nr 1751, znamienne tem, że barwniki otrzymane przez sprzęganie połączeń tetrazowych nie zawierających grupy sulfonowej z aminami zdolnemi do dalszego dwuazowania te-

trazuje się i sprzęga z aryldami kwasu 2,3-oksynaftoesowego wprost lub na podłożu.

Chemische Fabrik
Griesheim-Elektron.

Zastępca: M. Kryzan,
rzecznik patentowy.