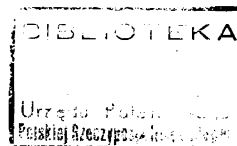


15 listopada 1929 r.

URZĄD PATENTOWY

C09b 49/12



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIIS PATENTOWY

Nr 10726.

Kl. 22 ^{a, 49/12} ~~4~~

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

Sposób wytwarzania barwników siarkowych.

Zgłoszono 26 czerwca 1928 r.

Udzielono 28 czerwca 1929 r.

Pierwszeństwo: 11 lipca 1927 r. (Niemcy).

Wynalazek niniejszy dotyczy nowej i korzystnej formy wytwarzania barwników siarkowych, polegającej na tem, że jako środków rozpuszczających przy stapianiu z wielosiarczkami, używa się całkowicie lub częściowo uwodornionych aromatycznych wodorotlenowych związków. Odpowiednimi rozpuszczalnikami tego rodzaju są np. cykloheksanol i jego homologi, tetralol, dekanol i podobne związki. Nieoczekiwanem było ustalenie faktu, że wielosiarczki łatwo rozpuszczalne są w aromatycznych związkach wodorotlenowych bez naruszania tychże, tak, iż można ostatnie prawie zupełnie z masy reakcyjnej zwrotem odzyskać i to niewodornione.

Specjalna korzyść niniejszego sposobu polega na tem, że proces siarkowania

można przeprowadzić w homogenicznym stopie przy względnie wysokich temperaturach. Pożądanem jest, aby substancje, mające być siarkowane, były łatwo rozpuszczalne w używanych rozpuszczalnikach przy tych wysokich temperaturach, przez co ich zdolność reakcji wobec wielosiarczków znacznie wzrasta. Z tego powodu siarkowanie podług niniejszego sposobu następuje prędzej aniżeli to było możliwe dotychczas. Przytem otrzymuje się bardzo czyste i bardzo łatwo rozpuszczalne barwniki z znakomitą wydajnością bez tworzenia się mniej rozpuszczalnych przetworów ubocznych, które powstają przy dłuższem siarkowaniu sposobem dotychczas stosowanym.

Sposób niniejszy jest szczególnie ko-

rzystny do wytwarzania ważnej klasy barwników siarkowych pochodnych indofenoli i ich leukozwiązków, na które w prawdziwym czystym stanie istnieje specjalne techniczne zapotrzebowanie.

Przy praktycznym wykonaniu niniejszego sposobu masę reakcyjną obrabia się znanym sposobem. Rozpuszczalnik można odzyskać zpowrotem zapomocą destylacji z parą wodną lub destylacji w próżni, a sole nieorganiczne mogą być usunięte z pozostałości w znany sposób. W przypadkach, kiedy barwniki wydzielają się bezpośrednio ze stopu, usuwa się je przez bezpośrednie sączenie, a rozpuszczalnik może być bezpośrednio zużyty do dalszych stadiów.

Przykład I. 100 kg siarczka sodowego 60%, 150 kg siarki i 500 kg metylocekleksanolu ogrzewa się, mieszając tak długo przy 120°, aż nastąpi całkowite rozpuszczenie. Następnie dodaje się 100 kg 3-(4'-oksyfenolo)-aminokarbazolu i ogrzewa wprawdzie z chłodnicą opuszczoną, aż woda zawarta w stopie oddestyluje, a potem jeszcze przez 2—3 godziny przy mniej więcej 150—160° pod chłodnicą zwrotną, przyczem otrzymany barwnik wydziela się powoli ze stopu. Celem izolowania barwnika wkłada się stop do zimnej wody i oddestylowuje cykloheksanol z parą wodną. Odsącza się potem barwnik i traktuje ce-

lem usunięcia nadmiaru siarki, albo na mokro, roztworem siarczku sodowego albo po poprzednim wysuszeniu rozpuszczalnikiem, np. dwusiarczkiem węgla. Tak otrzymany barwnik odpowiada w swych ogólnych własnościach otrzymanemu podług patentu niemieckiego Nr 224 591, oznaczając się swoją wielką czystością i siłą barwienia oraz łatwością tworzenia barwnika kadziowego.

W podobny sposób można postępować, o ile wychodzi się z indofenolu, otrzymanego z nitrozofenolu i acetylokarbazolu. Metylocykloheksanol można również zastąpić podobnymi związkami, jak np. cykloheksanolem lub ac-czterohydronaftolenem.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania barwników siarkowych z indofenoli względnie leukoindofenoli, znamieny tem, że siarkowanie wielosiarczki przeprowadza się w roztworze całkowicie lub częściowo uwodornionych pochodnych aromatycznych związków wodorotlenowych.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy.