

26 października 1931 r.

CO9b 1400

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 14301.

Kl. 22 ^{α, 17/00} ~~α, 2~~

J. R. Geigy A. - G.
(Bazylea, Szwajcaria).

Sposób otrzymywania odpornych na działanie alkaliów kwaśnych barwników szeregu fenonaftosafraniny.

Patent dodatkowy do patentu Nr 8265.

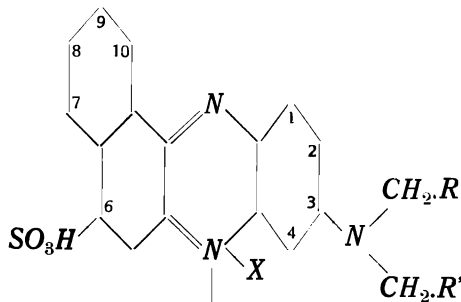
Zgłoszono 5 listopada 1928 r.

Udzielono 31 lipca 1931 r.

Pierwszeństwo: 14 listopada 1927 r. (Niemcy).

Najdłuższy czas trwania patentu do dn. 10 stycznia 1943 r.

Stwierdzono, iż otrzymuje się wartościowe niebieskie do fioletkowych barwniki kwaśne szeregu fenonaftosafraniny, jeżeli wzmiankowane w patentach Nr 8265, 9881, Nr 9882 i Nr 11118, jako produkty wyjściowe, izorozinduliny, posiadające przy 5 wartościowym, tak zwanym, azocie mezoazyny resztę aryłową, zastąpi się tego rodzaju pochodniami fenonaftoazoniowemi, które zamiast reszty aryłowej zawierają alkyl, albo alkyl podstawiony, według ogólnego wzoru

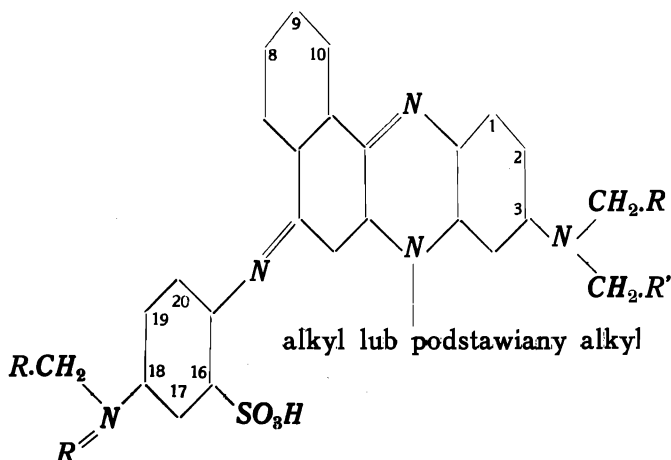


alkyl lub podstawiany alkyl

przyczem we wzorze tym, jak i w całym opisie, R i R' oznaczają wodór, alkyl lub aryl, X — resztę kwasową, a położenia 1, 2, 8, 9, 10 zajęte być mogą sulfogrupą albo jednowartościowym rodnikiem, jak hydroksyl, alkyloksyl, metyl, acydylamino albo chlorowiec.

W powyższych barwnikach 6-sulfogru-

pę podstawia się takimi asymetrycznie N -alkylovanymi p -fenyleno-dwuamino-sulfokwasami, w których jedna sulfogrupa znajduje się w położeniu orto względem pierwszorzędowej grupy aminowej. Wskutek tego tworzą się barwniki fenonaftosafraniny o ogólnym wzorze:



w których jedna sulfogrupa znajduje się w położeniu 16. Takie same barwniki otrzymuje się, jeżeli w wymienionych w patentach Nr 9881 i Nr 9882 barwniki fenonaftosafraniny z mezo-grupami aryłowymi zastąpi się analogicznymi barwnikami z grupami mezoalkylovanymi.

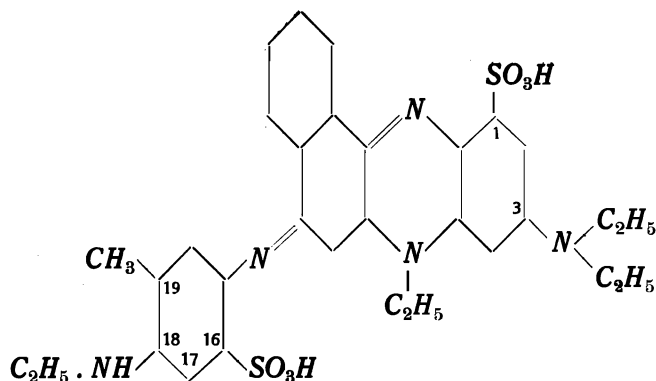
Nadszpiewanie okazało się, że znakomite własności barwników, które opisane są w wspomnianych patentach, uwydatniają się również w powyższym szeregu barwników, gdyż zmiana zasadowości, powstała przez zastąpienie stosowanych do wytworzenia izorozindulin monoarylo-2-naftyloamin o wiele silniejszymi zasadowymi monoalkylovanymi 2-naftyloaminami, mogłaby silnie oddziaływać na charakter barwników.

Duże znaczenie posiada okoliczność, iż w powyższy sposób można wytwarzać odporne na działanie alkaliów i światła

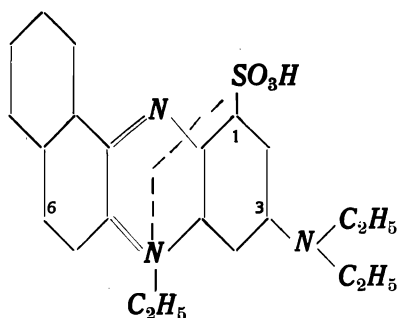
barwniki do wełny, dające barwy od niebieskiej do fioletowej, za pomocą asymetrycznie alkylopodstawianych p -pochodnych fenylenodwuaminy, podczas gdy odpowiednie barwniki otrzymane według wspomnianych patentów dają zabarwienia zielonawo-niebieskie do niebieskich.

Stosowane jako materiały wyjściowe sulfokwasy-6-mezoalkyloizorozinduliny wytwarza się z monoalkylovanymi 2-naftyloamin względnie ich pochodnych podług znanych syntez azyny przy dodatkowym traktowaniu siarczynami według patentu niemieckiego Nr 102458. Przez alkylopodstawianie 2-naftyloaminy rozumie się: ester metylowy kwasu 2-naftyloamino-octowego i jego homologi, oksyetylo-2-naftyloaminę i jej homologi, monoalkylo-2-naftyloaminy. Zamiast powyższych zasad stosowane być mogą też 6- lub 7-sulfokwasy.

Przykład I. Barwnik o wzorze:



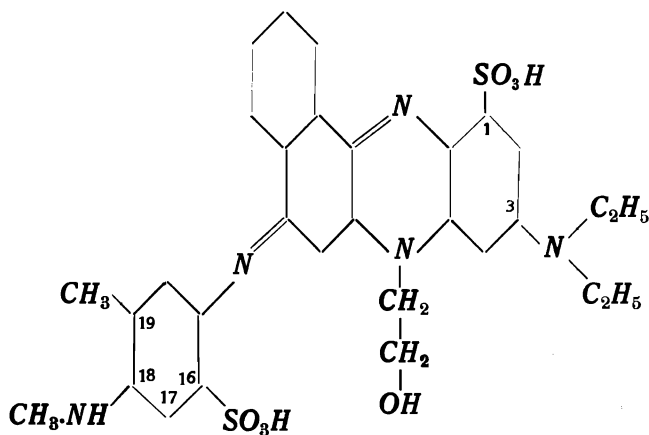
otrzymuje się w sposób następujący. 32 części sulfokwasu azyny, otrzymanego przez kondensację monoetylo-2-naftyloaminy i azobarwnika kwasu 2,5 dwuchloranilino-azodwuetylometanilowego, o wzorze:



przeprowadza się w -1.6-dwusulfokwas we-

dług patentu niemieckiego Nr 102458 i następnie kondensuje się z 23 częściami kwasu 1-metylo-2-etyloamino-5-amino-benzeno-4-sulfonowego, rozpuszczonego w teoretycznej ilości sody, ogrzewając pod chłodnicą zwrotną. Korzystnem jest dodanie 20 części octanu sodu. Po dokonanej przemianie powstały barwnik strąca się solą kuchenną, oddziela od ługu macierzystego i suszy. Jest to ciemny proszek, który w wodzie rozpuszcza się w kolorze niebiesko-fioletowym, w stężonym kwasie siarkowym w kolorze zielonym i w kąpieli kwasnej barwi włókno zwierzęce w odcieniach czerwono-niebieskich, bardzo odpornych na działanie światła i alkaliów.

Przykład II. Barwnik o wzorze:



otrzymuje się, jeżeli w przykładzie I monoetylo-2-naftyloaminę zastąpić równo-

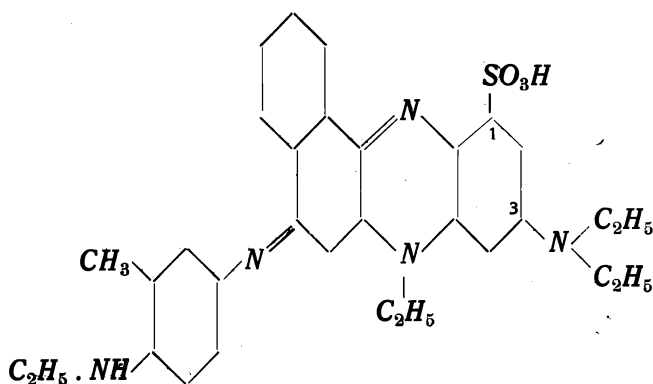
ważną ilością oksyetylo-2-naftyloaminy, poczem otrzymany w analogiczny sposób

kwasy azyno-1,6-dwusulfonowe kondensuje się z 21,6 częściami kwasu 1-metylo-2-metyloamino-5-aminobenzenu-4-sulfonowego w postaci soli sodowej w wrzącym roztworze wodnym. Otrzymany barwnik przedstawia ciemny proszek krystaliczny, rozpuszcza się w wodzie w kolorze niebieskim, w kwasie siarkowym w kolorze zielonym, a z kąpieli kwaśnej barwnik ten barwi wełnę w pięknych niebieskich kolorach, które wyróżniają się dobrą odpornością na światło i doskonałą trwałością na działanie alkaliów.

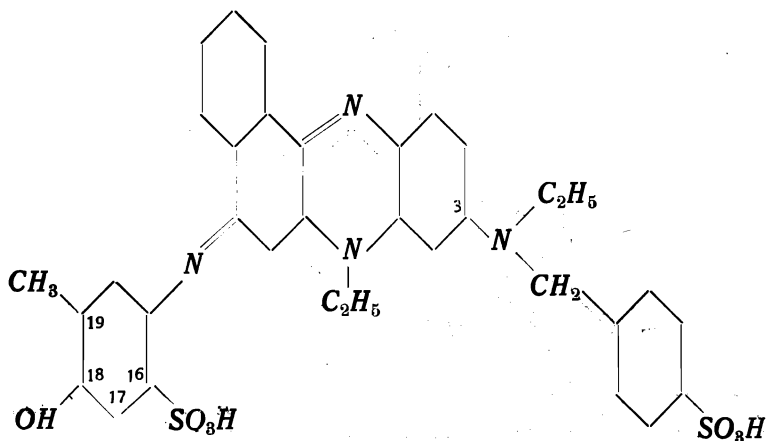
W tym celu 1 część barwnika wprowadza się do 4 części oleum 20%-owego przy temperaturze 30°C i ogrzewa przez kilka godzin do temperatury 70° — 90°C, aż uwolniona od nadmiernego kwasu siarkowego próbka w rozcień-

czonym roztworze sody łatwo się rozpuści. Powstały płyn ciemno zielony wlewa się na lód i wodę słoną, poczem go filtruje, płóczy i następnie wytwarza sól sodową. Otrzymany barwnik posiada własności podane w przykładzie I.

Przykład IV. Barwnik o wzorze:



Przykład III. Barwnik, otrzymany według przykładu I, można również otrzymać, jeżeli barwnik safraninowy o wzorze:



otrzymuje się w sposób następujący. 35 części barwnika o charakterze izorozinduliny, otrzymanego z nitrozoetylobenzylaniliny i monoetylo-2-naftyloaminy według patentu niemieckiego Nr 102458, przeprowadza się w kwas -6-sulfonowy, poczem produkt trudnorozpuszczalny izoluje się i kondensuje w rozcieńczonym roztworze alkoholowym z solą sodową 20,5 części kwasu 1-metylo-2-oksy-5-amino-benzeno-4-sulfonowego ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną, dodając 10 części octanu sodu. Alkohol oddestylowuje się i trudnorozpuszczalny w wodzie produkt dobrze się płóczy. 1 część suchego otrzymanego produktu poddaje się działaniu 5-krotnej ilości oleum 30%-owego, poczem powstałą masę wylewa się na lód, wydzielony kwas dwusulfonowy barwnika rozpuszcza się z sodą i strąca solą. Otrzymany barwnik przedstawia ciemny proszek krystaliczny, który w wodzie rozpuszcza się fioletowo, w stę-

żonym kwasie siarkowym zielono, oraz barwi włókna zwierzęce w odcieniach fioletowych, odpornych na światło i bardzo odpornych na działanie alkaliów.

Zastrzeżenie patentowe.

Odmiana sposobu otrzymywania odpornych na działanie alkaliów kwaśnych barwników szeregu fenonaftosafraniny według patentów Nr 8265, 9881, 9882, 10385 i 11118, znamienna tem, że w stosowanych w wymienionych patentach, jako materiały wyjściowe, izorozindulinach grupę aryłu, znajdującą się obok azotu mezoazyny, zastępuje się grupą alkylu lub podstawioną grupą alkylu.

J. R. Geigy A. - G.
Zastępca: Inż. dypl. M. Zoch,
rzecznik patentowy.