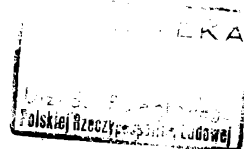


10 sierpnia 1929 r.

C09b 29/20

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIŚ PATENTOWY

Nr 10136.

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

Kl. 22 a ~~28~~ 29/20

Sposób otrzymywania barwników azowych.

Zgłoszono 28 marca 1928 r.

Udzielono 8 marca 1929 r.

Pierwszeństwo: 29 marca 1927 r. dla zastrz. 1, 2; 26 stycznia 1928 r. dla zastrz. 3 (Niemcy).

Wykryto, że można otrzymać cenne nowe barwniki tak w postaci substancji jak również na włóknie, skoro związek dwuazowy dwuchlorowcopochodnych *p*-toluidyny, które są podstawione jednocześnie w położeniu orto i meta względem grupy metylowej, sprząc z aryloamidami kwasu 2.3-hydroksynaftaleno-3-karbonowego. Barwniki rzeczzone odznaczają się pięknymi odcieniami i posiadają wysoką odporność na gotowanie w ługach i na działanie światła.

Przykłady. Sposób barwienia: 50 g wygotowanej przędzy obrabia się roztworem zaprawowym bądź według przykładów 1—4 jedną minutę, bądź według przykładów 5—10 w ciągu od 1 do 30 minut, poczem odwadnia doskonale na wirówce lub za-

pomocą wyżymania i barwi w ciągu $\frac{1}{2}$ godziny w kąpeli farbiarskiej. Płócze się, mydli się na gorąco 2 g mydła, 3 g sody na litr, płócze i suszy.

Przykład I. Przędzę zaprawia się roztworem otrzymanym w sposób następujący: 10 g anilidu kwasu 2.3-hydroksynaftoesowego rozpuszcza się w 500 cm³ wrzącej wody, dodając 20 cm³ czerwonego oleju tureckiego (50%-ego) i 15 cm³ ługu sodowego o 34° Bé. Roztwór zadaje się 10 cm³ aldehydu mrówkowego 30%-ego i dopełnia wodą do 1 l. Następnie przędzę nasyoną tym roztworem sprzęga się z dwuazozwiązkiem, który otrzymano w sposób następujący: 3,55 g 2.5-dwuchloro-4-amino-1-metylobenzenu zarabia się 5,2 cm³ kwasu solnego 22° Bé i wodą lodową,

poczem zadaje 1,44 g rozpuszczonego w wodzie azotynu sodowego. Po ukończonem dwuazowaniu dopełnia się zimną wodą do 1 l i kwas mineralny zobojętnia octanem sodowym.

Według sposobu powyższego otrzymuje się jasny szkarłat, o dobrej odporności na działanie ługu i światła.

Przykład II. Przędzę zaprawia się roztworem, otrzymanym w sposób następujący: 8 g 5-chloro-2-toluidydu kwasu 2.3-hydroksynaftoesowego rozpuszcza się w 500 cm³ wrzącej wody, dodając 16 cm³ czerwonego oleju tureckiego (50%-ego) i 16 cm³ ługu sodowego o 34° Bé. Roztwór po ochłodzeniu mniej więcej do 50°C zadaje się 8 cm³ aldehydu mrówkowego 30%-ego i dopełnia wodą do 1 l. Przędzę przepojoną tym roztworem sprzęga się z dwuazozwiązkiem otrzymanym w sposób następujący:

3,55 g 2.3-dwuchloro-4-amino-1-metylobenzenu zarabia się 5,2 cm³ kwasu solnego 22° Bé i wodą lodowatą i zadaje 1,44 g rozpuszczonego w wodzie azotynu sodowego. Po ukończonem dwuazowaniu dopełnia się zimną wodą do 1 l i kwas mineralny zobojętnia octanem sodowym.

Według tego sposobu otrzymuje się żywą niebieskawą czerwień o dobrej odporności na działanie ługu i światła.

Przykład III. Przędzę zaprawia się roztworem otrzymanym w sposób następujący:

8 g 4-chloro-2-anizydydu kwasu 2.3-hydronaftoesowego rozpuszcza się w 500 cm³ wody, dodając 16 cm³ czerwonego oleju tureckiego (50%-ego) i 16 cm³ ługu sodowego o 34° Bé. Roztwór po ochłodzeniu do mniej więcej 50°C zadaje się 8 cm³ aldehydu mrówkowego i dopełnia wodą do 1 l. Następnie prędzę przepojoną roztworem powyższym sprzęga się z dwuazozwiązkiem, otrzymanym w sposób następujący:

3,55 g technicznej mieszaniny obu po-

wyżej podanych dwuchlorotoluidyn zarabia się 5,2 cm³ kwasu solnego 22° Bé i lodowatą wodą i zadaje 1,44 g rozpuszczonego w wodzie azotynu sodowego. Po ukończonem dwuazowaniu dopełnia się do 1 l i kwas mineralny zobojętnia octanem sodowym.

Według tego sposobu otrzymuje się odcienie bardzo bliskie czerwonemu olejowi tureckiemu, które są odporne na działanie ługu i światła.

Przykład IV. Przędzę zaprawia się roztworem otrzymanym w sposób następujący:

8 g 5-chloro-2-anizydydu kwasu 2.3-hydroksynaftoesowego rozpuszcza się w 500 cm³ wrzącej wody, dodając czerwonego oleju tureckiego 50%-ego i 16 cm³ ługu sodowego o 34° Bé. Roztwór po ochłodzeniu do mniej więcej 50°C zadaje się 8 cm³ aldehydu mrówkowego 30%-ego i dopełnia wodą do 1 l. Przędzę przepojoną tym roztworem sprzęga się z dwuazozwiązkiem otrzymanym w sposób następujący:

3,55 g 2.3-dwuchloro-4-amino-1-metylobenzenu zarabia się 5,2 cm³ kwasu solnego 22° Bé i lodowatą wodą i zadaje 1,44 g rozpuszczonego w wodzie azotynu sodowego. Po ukończonem dwuazowaniu dopełnia się zimną wodą do 1 l i kwas mineralny zobojętnia octanem sodowym.

Według tego sposobu otrzymuje się niebieskawą czerwień turecką, odporną na działanie ługu i światła.

Przykład V. 6 g anizydydu kwasu 2.3-hydroksynaftoesowego rozpuszcza się w 500 cm³ wrzącej wody, dodając 12 cm³ czerwonego oleju tureckiego 50%-ego i 9 cm³ ługu sodowego 34° Bé. Roztwór po ostudzeniu do 50°C zadaje się 3 cm³ aldehydu mrówkowego 30%-ego i dopełnia wodą do 1 l. Przędzę przepojoną tym roztworem sprzęga się z dwuazozwiązkiem, otrzymanym w sposób następujący:

2,2 g 4-amino-2-bromo-5-chloro-1-metylobenzenu dwuazuje się ochładzając lo-

dem, jak zwykle $3,8 \text{ cm}^3$ kwasu solnego 22° Bé i $0,75 \text{ g}$ rozpuszczonego azotynu sodowego. Po ukończonem dwuazowaniu zobojętnia się dwuwęglanem i octanem sodowym; do odczynu obojętnego, przy próbie na kongo, dodaje 50 g soli kuchennej i dopełnia do 1 l . Według tego sposobu otrzymuje się żywy szkarłat, odporny na działanie chloru i gotowanie w łągach.

Przykład VI. 4 g 5'-chloro-2'-anizydydu kwasu 2.3-hydroksynaftoesowego rozpuszcza się w 500 cm^3 wrzącej wody, dodając 8 cm^3 czerwonego oleju tureckiego 50%-ego i 10 cm^3 łągu sodowego o 34° Bé . Roztwór po ochłodzeniu do mniej więcej 50°C zadaje się 4 cm^3 aldehydu mrówkowego 30%-ego i dopełnia wodą do 1 l . Przepojoną tym roztworem przedzę sprzęga się z dwuazozwiązkiem, otrzymanym w sposób następujący:

$2,2 \text{ g}$ 4-amino-2-bromo-5-chloro-1-metylobenzenu dwuazuje się ochładzając lodem jak zwykle $3,8 \text{ cm}^3$ kwasu solnego i $0,75 \text{ g}$ rozpuszczonego azotynu sodowego. Po ukończonem dwuazowaniu zobojętnia się dwuwęglanem i octanem sodowym; do odczynu obojętnego, przy próbie na kongo, dodaje 50 g soli kuchennej i dopełnia do 1 l . Według tego sposobu otrzymuje się szkarłat o dobrej odporności na działanie chloru i gotowanie w łągach.

Przykład VII. 6 g o-anizydydu kwasu 2.3-hydroksynaftoesowego rozpuszcza się w 500 cm^3 wrzącej wody, dodając 12 cm^3 czerwonego oleju tureckiego 50%-ego i 9 cm^3 łągu sodowego o 34° Bé . Roztwór, po ochłodzeniu do 50°C , zadaje się 3 cm^3 aldehydu mrówkowego 30%-ego i dopełnia wodą do 1 l . Przepojoną tym roztworem przedzę sprzęga się z dwuazozwiązkiem, otrzymanym w sposób następujący:

$2,2 \text{ g}$ 4-amino-2-chloro-5-bromo-1-metylobenzenu dwuazuje się jak zwykle, ochładzając lodem $3,8 \text{ cm}^3$ kwasu solnego 22° Bé i $0,75 \text{ g}$ rozpuszczonego azotynu sodowego. Po ukończonem dwuazowaniu zo-

bojętnia się dwuwęglanem i octanem sodowym; do odczynu obojętnego, przy próbie na kongo, dodaje 50 g soli kuchennej i dopełnia do 1 l . Według tego sposobu otrzymuje się żywy szkarłat, odporny na działanie chloru i gotowanie w łągach.

Przykład VIII. 4 g 5'-chloro-2'-anizydydu kwasu 2.3-hydroksynaftoesowego rozpuszcza się w 500 cm^3 wrzącej wody, dodając 8 cm^3 czerwonego oleju tureckiego 50%-ego i 10 cm^3 łągu sodowego o 34° Bé . Roztwór po ochłodzeniu do mniej więcej 50°C zadaje się 4 cm^3 aldehydu mrówkowego 30% i dopełnia wodą do 1 l . Przepojoną tym roztworem przedzę sprzęga się z dwuazozwiązkiem w sposób następujący:

$2,2 \text{ g}$ 4-amino-2-chloro-5-bromo-1-metylobenzenu dwuazuje się jak zwykle, ochładzając lodem, $3,8 \text{ cm}^3$ kwasu solnego 22° Bé i $0,75 \text{ g}$ rozpuszczonego azotynu sodowego. Po ukończonem dwuazowaniu zobojętnia się dwuwęglanem i octanem sodowym; do odczynu obojętnego, przy próbie na kongo, dodaje 50 g soli kuchennej i dopełnia do 1 l . Według tego sposobu otrzymuje się szkarłat odporny na działanie chloru i gotowanie w łągach.

Przykład IX. 6 g o-anizydydu kwasu 2.3-hydroksynaftoesowego rozpuszcza się w 500 cm^3 wody wrzącej, dodając 12 cm^3 czerwonego oleju tureckiego 50%-ego i 9 cm^3 łągu sodowego 34° Bé . Roztwór po ochłodzeniu do 50°C zadaje się 3 cm^3 aldehydu mrówkowego 30%-ego i dopełnia wodą do 1 l . Przepojoną tym roztworem przedzę sprzęga się z dwuazozwiązkiem, otrzymanym w sposób następujący:

$2,65 \text{ g}$ 4-amino-2-5-dwubromo-1-metylobenzenu dwuazuje się w sposób znany, ochładzając wodą, $3,8 \text{ cm}^3$ kwasu solnego 22° Bé i $0,75 \text{ g}$ rozpuszczonego azotynu sodowego. Po ukończonem dwuazowaniu zobojętnia się octanem i dwuwęglanem sodowym; do odczynu obojętnego, przy próbie na kongo, dodaje 50 g soli kuchennej i do-

pełnia do 1 l. Według tego sposobu otrzymuje się żywy szkarłat, odporny na działanie chloru i gotowanie w ługach.

Przykład X. 4 g 5'-chloro-2'-anizydydu kwasu 2.3-hydroksynaftoesowego rozpuszcza się w 500 cm³ wrzącej wody, dodając 8 cm³ czerwonego oleju tureckiego 50%-ego i 10 cm³ ługu sodowego 34° Bé. Roztwór po ochłodzeniu do mniej więcej 50°C zadaje 4 cm³ aldehydu mrówkowego 30%-ego i dopełnia wodą do 1 l. Przepojoną tym roztworem przędzę sprzęga się z dwuazozwiązkami, otrzymanym w sposób następujący:

2,65 g 4-amino-2.5-dwubromo-1-metylobenzenu dwuazuje się w sposób znany, ochładzając lodem, 3,8 cm³ kwasu solnego 22° Bé i 0,75 g rozpuszczonego azotynu sodowego. Po ukończeniu dwuazowania zobojętnia się octanem i dwuwęglanem sodowym; do odczynu obojętnego, przy próbie na kongo, dodaje 50 g soli kuchennej i dopełnia do 1 l. Według tego sposobu otrzymuje się żółtawy szkarłat, odporny na działanie chloru i gotowanie w ługach.

W poniższej tablicy przytoczono odcinienie niektórych nowych dalszych barwników.

2.3-dwuchloro-4-amino-1-metylobenzen	anilid kwasu 2.3-oksynaftoesowego	niebieskawa czerwień
2.3-dwuchloro-4-amino-1-metylobenzen	<i>p</i> -toluidyd kwasu 2.3-oksynaftoesowego	żółtawa czerwień
2.3-dwuchloro-4-amino-1-metylobenzen	<i>o</i> -chloroanilid kwasu 2.3-oksynaftoesowego	mocna czerwień
2.3-dwuchloro-4-amino-1-metylobenzen	<i>m</i> -nitrilanilid kwasu 2.3-oksynaftoesowego	czerwień
2.3-dwuchloro-4-amino-1-metylobenzen	<i>o</i> -anizydyd kwasu 2.3-oksynaftoesowego	niebieskawa czerwień
2.3-dwuchloro-4-amino-1-metylobenzen	<i>p</i> -anizydyd kwasu 2.3-oksynaftoesowego	mocna czerwień
2.3-dwuchloro-4-amino-1-metylobenzen	<i>o</i> -fenetydyd kwasu 2.3-oksynaftoesowego	jasny szkarłat
2.3-dwuchloro-4-amino-1-metylobenzen	<i>m</i> -fenetydyd kwasu 2.3-oksynaftoesowego	jasna czerwień szkarłatna
2.3-dwuchloro-4-amino-1-metylobenzen	4'-chloro-2-anizydyd kwasu 2.3-oksynaftoesowego	mocna czerwień
2.3-dwuchloro-4-amino-1-metylobenzen	5'-chloro-2-anizydyd kwasu 2.3-oksynaftoesowego	mocna czerwień
2.3-dwuchloro-4-amino-1-metylobenzen	2'.5'-dwumetoksyanilid kwasu 2.3-oksynaftoesowego	bordo-czerwień
2.3-dwuchloro-4-amino-1-metylobenzen	β-naftyamid kwasu 2.3-oksynaftoesowego	winna czerwień

2.5-dwuchloro-4-amino- -1-metylobenzen	o-toluidyd kwasu 2.3-oksynaftoesowego	żółtawa czerwień
2.5-dwuchloro-4-amino- -1-metylobenzen	o-anizydyd kwasu 2.3-oksynaftoesowego	szkarłatna czerwień
2.5-dwuchloro-4-amino- -1-metylobenzen	o-fenitydyd kwasu 2.3-oksynaftoesowego	jasny szkarłat
2.5-dwuchloro-4-amino- -1-metylobenzen	m-chloroanilid kwasu 2.3-oksynaftoesowego	żółtawa czerwień
2.5-dwuchloro-4-amino- -1-metylobenzen	4-chloro-2-anizydyd kwasu 2.3-oksynaftoesowego	mocna niebieskawa czerwień
2.5-dwuchloro-4-amino- -1-metylobenzen	5-chloro-2-anizydyd kwasu 2.3-oksynaftoesowego	żółtawa czerwień
2.5-dwuchloro-4-amino- -1-metylobenzen	α -naftylamid kwasu 2.3-oksynaftoesowego	winna czerwień
Mieszanina techniczna o obu dwuchlorotoluidyn	o-toluidyd kwasu 2.3-oksynaftoesowego	żółtawa czerwień
Mieszanina techniczna o obu dwuchlorotoluidyn	5'-chloro-2'-toluidyd kwasu 2.3-oksynaftoesowego	średnia czerwień
Mieszanina techniczna o obu dwuchlorotoluidyn	5'-chloro-2'-anizydyd kwasu 2.3-oksynaftoesowego	niebieskawa czerwień
Mieszanina techniczna o obu dwuchlorotoluidyn	2'.5'-dwumetoksyanilid kwasu 2.3-oksynaftoesowego	średnia czerwień
Mieszanina techniczna o obu dwuchlorotoluidyn	β -naftylamid kwasu 2.3-oksynaftoesowego	mocna czerwień
Mieszanina techniczna o obu dwuchlorotoluidyn	β -naftylamid kwasu 2.3-oksynaftoesowego	żółtawa czerwień
2-bromo-5-chloro-4-amino- -1-metylobenzen	4'-anizydyd kwasu 2.3-oksynaftoesowego	
2-bromo-5-chloro-4-amino- -1-metylobenzen	2'.5'-dwumetoksyanilid kwasu 2.3-oksynaftoesowego	żółtawa czerwień
2-bromo-5-chloro-4-amino- -1-metylobenzen	α -naftylamid kwasu 2.3-oksynaftoesowego	niebieskawa czerwień pokryta
2.5-dwubromo-4-amino- -1-metylobenzen	4'-anizydyd kwasu 2.3-oksynaftoesowego	żółtawa czerwień
2.5-dwubromo-4-amino- -1-metylobenzen	2'.5'-dwumetoksyanilid kwasu 2.3-oksynaftoesowego	żółtawa czerwień

2.5-dwubromo-4-amino- -1-metylobenzen	α -naftyamid kwasu 2.3-oksynaftoesowego	niebieskawa czerwień pokryta
2-chloro-5-bromo-4-amino- -1-metylobenzen	4'-anizydyd kwasu 2.3-oksynaftoesowego	żółtawa czerwień
2-chloro-5-bromo-4-amino- -1-metylobenzen	2'.5'-dwumetoksyanilid kwasu 2.3-oksynaftoesowego	żółtawa czerwień
2-chloro-5-bromo-4-amino- -1-metylobenzen	α -naftyamid kwasu 2.3-oksynaftoesowego	niebieskawa czerwień pokryta

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania barwników jednoazowych, ewentualnie na włóknie, polegający na tem, że dwuazozwiązki dwuchloropochodnych *p*-toluidyny, chlorowcowanych jednocześnie w położeniu orto i meta względem grupy metylowej, jako to 2.3- lub 2.5-dwuchloro-4-amino-1-metylobenzen, łączy się z azoskładnikami barwników, posiadających powinowactwo względem włókien roślinnych, jako to aryloamidy kwasu 2.3-oksynaftoesowego.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że dwuazozwiązki 2.3-dwuchloro-4-amino-1-metylobenzenu lub 2.5-dwuchloro-4-amino-1-metylobenzenu, jak również mieszaniny 2.3-dwuchloro-4-amino-1-

metylobenzenu i 2.5-dwuchloro-4-amino-1-metylobenzenu, sprzęga się z produktami kondensacji 5 względnie 4-chloro-2-amino-1-metoksybenzenu i kwasu 2.3-oksynaftoesowego.

3. Odmiana sposobu według zastrz. 1 i 2, znamienna tem, że w tym przypadku z aryloamidami kwasu 2.3-oksynaftoesowego sprzęga się dwuazozwiązki takich dwuchlorowco-4-amino-1-metylobenzenu które są chlorowcowane jednocześnie w położeniu orto i meta względem grupy metylowej i zawierają co najmniej jeden różniący się od chloru atom chlorowca.

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

