

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

C 09 B. 63/00

Nr 32370

Kl. 22 f, 10

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt a. M.

Sposób wytwarzania barwników zawierających metal

Zgłoszono 10 stycznia 1942

Udzielono 15 listopada 1943

Pierwszeństwo: 1 sierpnia 1939 (Niemcy)

Wykryto, że można otrzymywać cenne barwniki zawierające metal, jeżeli barwniki dające się metalizować wraz z kwasem salicylowym, który w rdzeniu jest bezpośrednio podstawiony resztą alifatyczną, zawierającą co najmniej 3 atomy węgla, poprzez człon mostkowy, albo wraz z homologiem lub produktem podstawienia tego rodzaju kwasu salicylowego, traktuje się w sposób znany środkami oddającymi metal. Jako człony mostkowe, poprzez które wspomniana reszta alifatyczna może być związana z rdzeniem kwasu salicylowego wchodzi w grę np. $-O-$, $-S-$, $-SO_2 \cdot NH_2-$ lub $-NH \cdot CO-$. Reszty alifatyczne mogą być proste lub rozgałęzione; szczególnie korzystne są takie, jakie zawierają łańcuch rozgałęziony. W sposobie

niniejszym barwniki dające się metalizować i wspomniane kwasy salicylowe można stosować w ilościach zmiennych; szczególnie korzystnym okazał się jednak stosunek molowy barwnika do kwasu salicylowego jak 1:1.

Barwniki według sposobu niniejszego bardzo dobrze rozpuszczają się w rozpuszczalnikach organicznych, zwłaszcza w estrach, przewyższając znacznie tą ostatnio podaną właściwością znane zawierające metal barwniki rozpuszczalne w rozpuszczalnikach organicznych. Barwniki według wynalazku dają się stosować jak barwniki spirytusowe i zapońskie, wskutek zaś rozpuszczalności w acetonie nadają się one również jako barwniki wcielane do masy przedziałniczej jedwabiu octanowego.

Przykład I. 8 części wagowych barwnika jednoazowego z dwuazowanego kwasu 1-aminobenzeno-2-karbonowego i 1-fenylo-3-metylo-5-pyrazolonu zawiesza się w 200 częściach wagowych alkoholu i ogrzewa pod chłodnicą zwrotną razem z 5,2 części wagowych kwasu izoamylsalicylowego i roztworem 11 części wagowych 23%-owego tlenku chromu w 11 częściach wagowych kwasu mrówkowego dopóty, aż rozpuści się materiał wyjściowy. Roztwór alkoholowy przesącza się, a następnie oddestylowuje rozpuszczalnik. Barwnik, otrzymany w ten sposób, rozpuszcza się wspaniale w alkoholu, acetonie, octanie etylowym i amylowym z żółtym zabarwieniem. Wytworzony w taki sam sposób barwnik zawierający chrom, lecz bez kwasu izoamylsalicylowego, rozpuszcza się znacznie gorzej, zwłaszcza w estrach.

Wydajność około 16,5 części wagowych.

Przykład II. 17 części wagowych barwnika jednoazowego z dwuazowanego kwasu 1-aminobenzeno-2-karbonowego i 1-(2'-chlorofenylo)-3-metylo-5-pyrazolonu ogrzewa się około 2 godzin do 100° w 75 częściach wagowych formamidu z 12 częściami wagowymi kwasu izooktylosalicylowego i roztworem 22 części wagowych 23%-owego tlenku chromu w 22 częściach wagowych kwasu mrówkowego. Roztwór reakcyjny wprowadza się do wody. Wydzielony barwnik odsącza się. Po wysuszeniu otrzymuje się 26 części wagowych barwnika, który rozpuszcza się wspaniale z żółtym zabarwieniem w alkoholu, acetonie i estrach. Rozpuszczalność w octanie etylowym wynosi około 500 g w litrze.

Przykład III. 7 części wagowych barwnika jednoazowego z dwuazowanego 1-amino-2-oksy-4-nitrobenzenu i 2-oksynaftalenu ogrzewa się w ciągu 3 godzin do 100—120° w 70 częściach wagowych formami-

du z roztworem 11 części wagowych 23%-owego tlenku chromu i 11 częściami wagowymi kwasu mrówkowego z dodatkiem 6 części wagowych kwasu izooktylosalicylowego. Roztwór reakcyjny wprowadza się do około 300 części wagowych wody i zakwasza słabo kwasem solnym do odczynu słabokwaśnego. Wydzielony barwnik odsącza się, przepływa i suszy. Otrzymuje się około 15,5 części wagowych barwnika, który rozpuszcza się bardzo dobrze z niebieskim zabarwieniem w alkoholu, acetonie i estrach. Barwnik zawierający chrom i wytworzony w ten sposób, lecz bez kwasu salicylowego, rozpuszcza się natomiast w estrach znacznie trudniej.

Przykład IV. 8,5 części wagowych barwnika jednoazowego z dwuazowanego 1-amino-2-oksy-5-nitrobenzenu i 1-fenylo-3-metylo-5-pyrazolonu ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną w 300 częściach wagowych alkoholu razem z 5,2 części wagowych kwasu izoamylsalicylowego i roztworem 11 części wagowych 23%-owego tlenku chromowego w 11 częściach wagowych kwasu mrówkowego dopóty, aż materiał wyjściowy przejdzie do roztworu. Roztwór reakcyjny odsącza się i zaraz potem oddestylowuje rozpuszczalnik. Otrzymuje się około 16 części wagowych barwnika, który rozpuszcza się bardzo dobrze z brunatnoczerwonym zabarwieniem w alkoholu, acetonie, chloroformie i estrach.

Przykład V. 12 części wagowych barwnika azometinowego z aldehydu salicylowego i 1-amino-2-oksy-5-nitrobenzenu ogrzewa się w ciągu 1 godziny do 100—120° w 60 częściach wagowych formamidu z 11 częściami wagowymi kwasu izoamylsalicylowego i roztworem 22 części wagowych 23%-owego tlenku chromu w 22 częściach wagowych kwasu mrówkowego. Barwnik wydziela się przez wlanie roztworu reakcyjnego do wody. Odsącza się go i suszy. Rozpuszczalnością w estrach przewyższa on znacznie barwnik bez kwa-

su izoamylsalicylowego, wytworzony w ten sposób i zawierający chrom.

Przykład VI. 8 części wagowych barwnika jednoazowego z dwuazowanego kwasu 1-aminobenzeno-2-karbonowego i 1-fenylo-3-metylo-5-pyrazolonu ogrzewa się w ciągu 24 godzin pod chłodnicą zwrotną w 200 częściach wagowych alkoholu z 8 częściami wagowymi sulfonizoheksyloamidu kwasu salicylowego, otrzymanego przez przemianę sulfochlorku kwasu salicylowego z izoheksyloaminą, i roztworem 11 części wagowych 23%-owego tlenku chromowego w 11 częściach wagowych kwasu mrówkowego. Roztwór przesącza się i barwnik wyosabia przez oddestylowanie rozpuszczalnika. Stanowi on brunatno-żółty proszek, który rozpuszcza się dobrze z żółtym zabarwieniem w alkoholu, acetonie i estrach.

Przykład VII. 8 części wagowych barwnika jednoazowego z dwuazowanego kwasu 1-aminobenzeno-2-karbonowego i 1-fenylo-3-metylo-5-pyrazolonu chromuje się, jak podano w przykładzie I, razem z 4,1 części wagowych kwasu izoamylsalicylowego (stosunek molowy: barwnik chromowany: kwas salicylowy jak 1 : 0,8). Otrzymuje się brunatny proszek, który rozpuszcza się w acetonie i estrach lepiej niż zawierający chrom barwnik wytworzony bez tego kwasu salicylowego.

Przykład VIII. 8 części wagowych barwnika jednoazowego z dwuazowanego kwasu 1-amino-2-benzenokarbonowego i 1-fenylo-3-metylo-5-pyrazolonu ogrzewa się w ciągu 3 godzin do 100—120° w 80 częściach wagowych formamidu z 5,2 części wagowych kwasu izoamylsalicylowego i 6 częściami wagowymi chlorku kobaltowego ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). Roztwór reakcyjny ochładza się i wlewa do wody. Wydzielony barwnik odsącza się i suszy. Rozpuszcza się on z żółtym zabarwieniem bardzo dobrze w alkoholu, acetonie i w estrach.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania barwników zawierających metal, znamienny tym, że barwniki dające się metalizować razem z kwasem salicylowym, podstawionym w rdzeniu bezpośrednio lub poprzez człon mostkowy resztą alifatyczną, zawierającą co najmniej 3 atomy węgla, albo z homologiem lub produktem podstawienia tego rodzaju kwasu salicylowego, traktuje się w sposób znany środkami oddającymi metal.

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



6.21615