

Warszawa, 10 listopada 1936 r.

URZĄD PATENTOWY



C 096 35/36

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 23811.

Kl. 22 a, ~~10~~ 35/36

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

Sposób wytwarzania barwników trisazowych.

Zgłoszono 23 stycznia 1936 r.

Udzielono 4 września 1936 r.

Pierwszeństwo: 2 lutego 1935 r. (Niemcy).

Wynalazek niniejszy dotyczy sposobu wytwarzania barwników trisazowych. Sposób ten polega na tem, że związek dwuazo - azowy, wytworzony w środowisku kwaśnem z 1 mola 4,4' - tetrazo - dwufenylu i 1 mola kwasu peri - amino - naftolo - sulfonowego, sprzęga się w środowisku alkalicznem ze związkiem jedno - dwuazowym i wreszcie sprzęga się z meta - fenylene - dwuaminą, w której jedna z grup aminowych jest zacylowana, atomy zaś wodoru drugiej grupy aminowej są całkowicie lub częściowo zastąpione niepodstawionymi albo podstawionymi grupami alkylowymi, aralkylowymi albo aryłowymi.

Barwniki czarne, otrzymywane naogół w ten sposób, nadają się szczególnie do

barwienia skór. Wykazują one przytem szczególną wartość, polegającą na tem, iż posiadają, praktycznie biorąc, dostateczną odporność na działanie kwasów i dają głębokie, dobrze kryjące odcienie.

Przykład I. 184 kg benzydyny tetrazuje się w zwykły sposób i w środowisku kwaśnem sprzęga z 363 kg soli sodowej kwasu 1,8 - amino - naftolo - 3,6 - dwusulfonowego. Z chwilą, gdy wytwarzanie barwnika jednoazowego zostaje skończone, dolewa się 209 kg zdwuazowanego kwasu para - sulfanilowego i skutecznie sprzęganie w roztworze, zalkalizowanym sodą. Po zakończeniu tego sprzęgania dodaje się do roztworu powstałego barwnika dwuazowego 103 kg dwuetylo - m - amino - ace-

tanilidu, rozpuszczonego na gorąco w 276 litrach kwasu solnego o mocy 19,5° Bé. Po mieszanii, trwającem w ciągu nocy, mieszaninę reakcyjną ogrzewa się do 80°C, poczem wprowadza się ją do roztworu 18 — 20% objętościowych soli kamiennej oraz zobojętnia wodnym roztworem octanu sodowego do reakcji słabo kwaśnej. Wydziela się przytem barwnik w postaci osadu, dającego się dobrze odsączyć. Po odcisnięciu i wysuszeniu jest on szarym proszkiem, rozpuszczającym się w wodzie z odcieniem czarno - fiołkowym, a w czystym kwasie siarkowym — z odcieniem błękitno - fiołkowym. Otrzymany barwnik nadaje się doskonale do barwienia cielecych skór welurowych i jest szczególnie cenny w technice, ponieważ nawet przy zeszlifowaniu intensywność zabarwienia skóry nie staje się gorsza.

Jeżeli zdwuazowany kwas para - sulfanilowy zastąpi się innemi związkami jedno - dwuazowemi, jak np. związkami jedno - dwuazowemi aniliny, kwasu amino - benzoowego, kwasu amino - azo - benzeno - sulfonowego, nitro - aniliny i t. d., albo dwuetylo - *m* - amino - acetanilid zastąpi się odpowiednim orto - toluidydem, to otrzymuje się barwniki o podobnym odcieniu i podobnie dobrych właściwościach.

Przykład II. Odpowiednio do sposobu według przykładu I, 184 kg benzydyny tetrazowanej sprzęga się najpierw w środowisku kwaśnem z 363 kg soli sodowej kwasu 1,8 - amino - naftolo - 3,6 - dwusulfonowego i wytworzony barwnik jednoazowy sprzęga się z 209 kg zdwuazowanego kwasu para - sulfanilowego w środowisku, zalkalizowanem sodą. Po zakończeniu tego sprzęgania dodaje się do roztworu tego barwnika 240 kg meta - benzoylo - amino - dwumetylo - aniliny w roztworze kwasu solnego. Wytwarzanie barwnika przeprowadza się do zakończenia reakcji, jak w przykładzie I. Barwnik ten, w porównaniu z barwnikiem według przykładu I, barwi

welurową skórę cielecą na odcienie bardziej błękitne, posiadające takie same dobre właściwości. Nie zmieniają się one również, jeżeli kwas para - sulfanilowy zastąpi się innemi związkami jedno - dwuazowemi, np. związkami dwuazowemi, wytworzonymi z kwasu amino - benzoowego, para - nitro - aniliny, aniliny, kwasów amino - azo - benzeno - sulfonowych i t. d.

Oczywiście, zamiast reszt kwasowych, podstawionych meta - fenyleno - dwuaminą (reszty acetylowej i benzoylowej), podanych w przykładzie I i II, można również stosować inne reszty kwasowe, np. resztę oksyaloylową, ftaloylową i t. d.

Przykład III. Barwnik, wytworzony sposobem według przykładu I ze 184 kg benzydyny, tetrazowanej w środowisku kwaśnem, przez sprzęgnięcie z 363 kg soli sodowej kwasu 1,8 - aminonaftolo - 3,6 - dwusulfonowego, a następnie w środowisku, zalkalizowanem sodą, z 209 kg kwasu para - sulfanilowego, po skończeniu tego sprzęgania zadaje się roztworem 194 kg mono - oksy - etylo - amino - *m* - acetanilidu. Sprzęganie to zostaje zakończone przy zastosowaniu mieszania w ciągu nocny.

Barwnik, w ten sposób otrzymany, wykazuje nieco zieleńszy odcień, niż barwniki poprzednio otrzymane, i posiada cenne właściwości przy barwieniu skór.

Podobne barwniki otrzymuje się, jeżeli, jak podano w przykładzie I i II, kwas para - sulfanilowy zastąpi się innemi odpowiedniami związkami jedno - azowemi, albo jeżeli resztę acylową *m* - fenyleno - dwuaminy podstawionej zastąpi się innemi resztami acylowemi, a wreszcie, jeżeli podaną grupę jedno - oksy - etylo - aminową pochodnej meta - fenyleno - dwuaminy zastąpi się grupami dwuoksy - alkylo - aminowemi albo mieszanemi grupami alkylo - oksy - alkylo - aminowemi. Wszystkie te barwniki barwią skóry na piękne odcienie, odznaczające się odpornością.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania barwników trisazowych, znamienny tem, że związek dwuazo - azowy, wytworzony w środowisku kwaśnem z jednego mola 4,4' - tetrazo - dwufenylu oraz 1 mola kwasu peri - amino - naftolo - sulfonowego, sprzęga się w środowisku alkalicznem ze związkiem jedno - dwuazowym, a następnie sprzęga się z metafenyleno - dwuaminą, w której jed-

na grupa aminowa jest zacylowana, atomy zaś wodoru drugiej grupy aminowej są częściowo lub całkowicie zastąpione grupami alkyłowemi, aralkyłowemi lub aryłowemi.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.

Zastępca: K. Czempiński,
rzecznik patentowy.