

1 października 1927 r.

C 096 1/24

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 6105.

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

Kl. 22

α, 1/24

Sposób otrzymywania nowych pochodnych antrachinonowych.

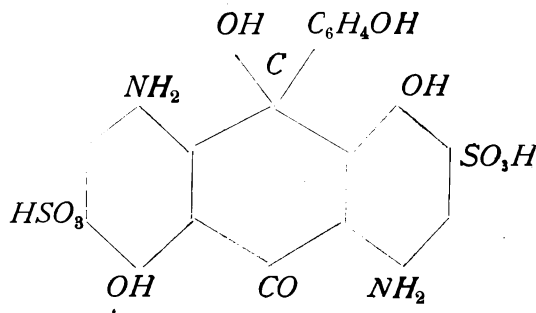
Zgłoszono 16 kwietnia 1926 r.

Udzielono 20 października 1926 r.

Pierwszeństwo: 17 kwietnia 1925 r. (Niemcy).

Działając na ester borny kwasu *p*-dwu-aminoantrarufino - 2.6 - dwusulfonowego w stężonym kwasie siarkowym fenolami, naitolami lub anizolami, otrzymuje się nawet w temperaturze zwykłej nowe związki o własnościach godnych uwagi. W danym

wypadku chodzi o ciała, które powstają drogą przyłączenia do grupy ketonowej jednej cząsteczki fenolu lub anizolu. Związki utworzone z fenolu można więc przedstawić w postaci wzoru:



Reakcję tę można rozpoznać zewnętrznie w ten sposób, iż intensywnie, niebieskie

zabarwienie estru kwasu borowego po dodaniu fenolu lub anizolu przechodzi w za-

barwienie brunatnoczerwone do żółtoczerwonego i znika widmo absorbcyjne estru borowego kwasu dwuaminoantrarufinodwusulfonowego. Wlewając próbkę do wody, nie otrzymuje się już roztworu niebieskiego lecz roztwór żółty o odcieniu zielonkawym lub brunatnym.

Nowe te związki rozpuszczają się bardzo łatwo w wodzie i większość ich nie daje się wysolic. Można je jednak otrzymać w postaci stałej, skoro masę stopioną rozcieńczyć kwasem octowym, przyczem tworzy się osad brunatny, lub też skoro masę tę wlać do wody, i zobojętnić kredą lub węglanem barowym: kwas siarkowy i borowy wypadną, natenczas w postaci nierozpuszczalnych soli wapniowych, podczas gdy nowe związki pozostaną w roztworze w postaci kwaśnych soli wapniowych względnie barowych. Odparowując ostrożnie roztwór rzeczony można otrzymać nowe związki w stanie stałym. Można również sole ziem alkalicznych przeprowadzić w sposób znany, zapomocą soli lub potażu, w sole sodowe lub potasowe.

Podobnie do kwasu *p*-dwuaminoantrarufinodwusulfonowego przyłączają fenole, anizole, naftole i t. d. pochodne *N*-metylowe, dając podobne produkty przyłączenia.

Nowe związki dają się stosować jako barwniki. Ponadto można z nich otrzymywać nowe związki mające doniosłe znaczenie przemysłowe.

Przykład I. 20 cz. wag. kwasu *p*-dwuaminoantrarufino-2.6-dwusulfonowego i 10 cz. wag. kwasu bornego rozpuszcza się jednocześnie w 100 cz. wag. 96%-ego kwasu siarkowego i roztwór mieszając dokładnie ogrzewa się w temperaturze 70—80° dopóty, dopóki cała ilość kwasu dwuaminoantrarufinodwusulfonowego nie przejdzie do roztworu jako ester kwasu bornego. Natenczas roztwór studzi się do temperatury 10° i dodaje, mieszając dokładnie, 10 cz. wag.

sproszkowanego fenolu, bacząc na to, aby temperatura nie wzrosła ponad 20°. W miarę rozpuszczania się fenolu, zabarwienie masy stopionej przechodzi z głębokoniebieskiego w brunatnoczerwone. Skoro to ostatnie przestanie się zmieniać i nie będzie można wykryć zapomocą spektroskopu niezmienionego kwasu dwuaminoantrarufinodwusulfonowego, natenczas stop rozcieńcza się powoli 1750 cz. wag. kwasu octowego, bacząc, aby temperatura początkowo nie wzrosła ponad 20°. Produkt przyłączenia wydziela się przytem w postaci brunatnożółtego osadu. Ten ostatni odsącza się, wykłóca dokładnie z kwasem octowym, odsącza ponownie i zapomocą przemylwania eterem octowym uwalnia od śladów kwasu siarkowego, poczem suszy się możliwie szybko. W ten sposób otrzymuje się proszek oliwkowożółty, nadzwyczaj łatwo rozpuszczalny w wodzie barwiący roztwór na kolor żółty. Działaniem ługu sodowego kolor żółty przechodzi początkowo w wiśniowoczerwony, aby po dłuższym staniu, szybciej podczas ogrzewania, przejść w zielononiebieski. Roztwór w stężonym kwasie siarkowym ma barwę brunatnożółtą. Po dodaniu kwasu bornego roztwór początkowo nie zmienia zabarwienia, dopiero po dłuższym staniu staje się czerwono-brunatnym.

Wełna niezaprawiona w kąpieli kwaśnej barwi się początkowo na odcienie żółte, po dłuższym gotowaniu barwa żółta przechodzi przez fiolet w barwę niebieską.

W sposób zupełnie podobny otrzymuje się produkty przyłączenia z rezorcyną, pyrokatechiną, anizolem, naftolem i t. d. Związki otrzymane wykazują własności podobne.

Przykład II. 20 cz. wag. kwasu *p*-dwu(metyloamino) - antrarufino - 2.6-dwusulfonowego wraz z 10 cz. wag. kwasu bornego rozpuszcza się w 400 cz. wag. 96%-ego kwa-

su siarkowego. Po całkowitem rozpuszczeniu dodaje się, mieszając, w temperaturze 10—15° 10 cz. wag. anizolu. Głęboka barwa zielononiebieska przechodzi natychmiast w wiśniowoczerwoną. Natenczas roztwór wlewa się do 4000 cz. wag. wody i kwas siarkowy zobojętnia kredą. Skoro tylko kwas siarkowy zostanie nasycony, natenczas przy dalszem dodawaniu kredy żółta barwa roztworu przechodzi wskutek tworzenia się łatwo rozpuszczalnej soli wapniowej produktu przyłączenia — w fioletowoczerwoną. Po odsączeniu gipsu i zakwaszeniu roztworu kwasem octowym odparowuje się go do sucha w niskiej temperaturze.

Zastrzeżenia patentowe.

Sposób otrzymywania nowych pochodnych antrachinonowych, znamieny tem, że na kwas *p*-dwuaminoantrarufino-2.6-dwusulfonowy i *p*-dwu-(metyloamino)antrarufino-2.6-dwusulfonowy, w obecności kwasu bornego w stężonym kwasie siarkowym działa się fenolem, naftolem, anizolem i ciałami podobnemi.

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