

28 grudnia 1926 r.

URZĄD PATENTOWY



CO9 B, 49/10

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIŚ PATENTOWY

Nr 4277.

Kl. 22 ^{a, 49/10} ~~15~~

Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co.
(Leverkusen, Niemcy).

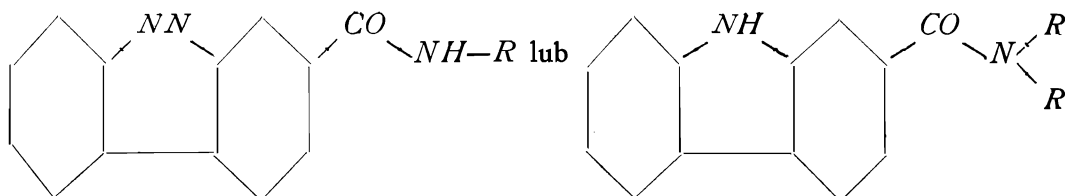
Sposób otrzymywania barwników kadziowych.

Zgłoszono 21 stycznia 1925 r.

Udzielono 22 lutego 1926 r.

Pierwszeństwo: 24 stycznia 1924 r. (Niemcy).

Wykryto, że otrzymane zapomocą kondensacji podstawionych amidów kwasów karbazolo-karbonowych o wzorze ogólnym:



(w których *R* może oznaczać alkil, aralkil lub aryl i ich pochodne) z *p*-nitrozofenolami otrzymuje się indofenole względnie leukoindofenole, które w stopie wielosiarczkowym dają niebieskie, niebieskozielone, przechodzące w czarne barwniki kadziowe, odznaczające się swą odpornością, szczególnie odpornością na działanie chloru i gotowania.

Przykład I. Zapomocą kondensacji kwasu 2-karbazolo-karbonowego z dwumetyloaminą otrzymuje się w sposób znany, jak np. w roztworze toluolowym w obecności tróchlorku fosforowego amid kwasu. Uzyskany w ten sposób dwumetyloamid kwasu karbazolo-2-karbonowego krystalizuje się z nitrobenzolu w postaci szerokich igieł, topiących się, rozkładając się nieznacznie, w tem-

peraturze 198°C. Jest to ciało nierozpuszczalne w wodzie i większości rozpuszczalnikach organicznych, jak również w ługach i kwasach rozcieńczonych, rozpuszcza się jednak o stężonym kwasie siarkowym 60—66° Bé.

Z amidu, otrzymanego z 42 kg kwasu 2-karbazolo-karbonowego i dwumetylo-aminy, otrzymuje się w roztworze kwasu siarkowego, z 25,3 kg *p*-nitrozofenolu w sposób znany indofenol lub jego leuko związek. Indofenol rozpuszcza się w alkoholu, barwiąc go na kolor czerwono - błękitny i w stężonym kwasie siarkowym, barwiąc go na kolor niebieskozielony. Indofenol ten rozpuszcza się w 2 300 l alkoholu, dodając 290 kg bezwodnego siarczku sodowego i 425 kg siarki i gotując pod chłodnicą zwrotną w ciągu 120 godzin. Stop można przygotować w sposób rozmaity. Można np. oddestylować alkohol, stop zadać wodą i odsączyć barwnik nierozpuszczalny w wodzie. W celu oczyszczenia go od zawartej w nim siarki, barwnik wyciąga się środkami rozpuszczającymi siarkę, jak np. siarczkiem węgla, poczem go się suszy lub też odpędza alkohol, zadaje stop wodą, dodaje taką ilość siarczku sodowego, aby cała ilość siarki przeszła do roztworu, następnie odcedza się i suszy.

Barwnik wysuszony jest proszkiem czarnym, łatwo rozpuszczającym się w kąpieli siarkowodorowej, barwiąc ją na żółto, na włóknach bawełnianych utlenia się na kolor ciemnoniebieski. Barwnik ten nie rozpuszcza się w siarczku sodowym.

Przykład II. Zapomocą kondensacji kwasu 2-karbazolokarbonowego i *p*-toluidyny w sposób znany w roztworze toluolowym, po dodaniu trójchlorku fosforowego otrzymuje się amid kwasu. Otrzymany w ten sposób karbazolo-2-karbono-*p*-toluidyd krystalizuje się z nitrobenzolu w postaci błyszczących długich igieł, topiących się w temperaturze 294°C. Warunki rozpuszczalności są takie same, jak i dwumetyloamidu kwasu karbazolo-2-karbonowego.

Z arylidu (otrzymanego z 42 kg kwasu 2-karbazolokarbonowego i 22 kg *p*-toluidyny) i 25,3 kg *p*-nitrozofenolu w roztworze kwasu siarkowego otrzymuje się w sposób znany indofenol lub jego leukozwiązek. Indofenol posiada zabarwienie niebieskie i rozpuszcza się w stężonym kwasie siarkowym, barwiąc go na kolor niebieskozielony. Stapianie i dalszą przeróbkę prowadzi się w sposób podany pod I. Barwnik utlenia się na włóknach bawełnianych na kolor czarny o odcieniu niebieskawym.

Przykład III. Zapomocą kondensacji kwasu karbazolo-2-karbonowego i 2-amidokarbazolu otrzymuje się, podobnie jak i w przykładzie I arylid. Otrzymano w ten sposób 2-karbazolamid kwasu karbazolo-2-karbonowego.

Z arylidu (otrzymanego z 42 kg kwasu 2-karbazolokarbonowego i 36 kg 2-amidokarbazolu) i 25,3 kg *p*-nitrozofenolu otrzymuje się w roztworze kwasu siarkowego, w sposób zwykły indofenol lub jego leukozwiązek.

Indofenol zabarwiony niebiesko rozpuszcza się w stężonym kwasie siarkowym barwiąc go na kolor niebieskozielony. Stapianie i dalszą przeróbkę prowadzi się w sposób wskazany w przykładzie I. Na włóknie bawełnianym barwnik utlenia się na kolor czarny o odcieniu zielonawym.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania odpornych na działanie chloru barwników kadziowych, znamienny tem, że indofenole, względnie ich leukozwiązki, otrzymywane zapomocą kondensacji amidów kwasów karbazolokarbonowych z *p*-nitrozofenolami, poddaje się stapianiu z wielosiarczkami, przyczem korzystnie jest dodać alkoholu.

Farbenfabriken
vorm. Friedr. Bayer & Co.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.