

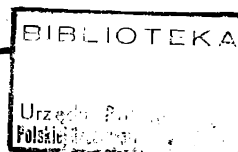
20 września 1932 r.

2

URZĄD PATENTOWY



CO7c 143/80



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 16309.

Kl. 12 q 6.

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

Sposób otrzymywania produktów kondensacji dwuamin aromatycznych i chlorowcopochodnych aromatycznych kwasów sulfonowych lub karbonowych.

Zgłoszono 29 marca 1930 r.

Udzielono 7 maja 1932 r.

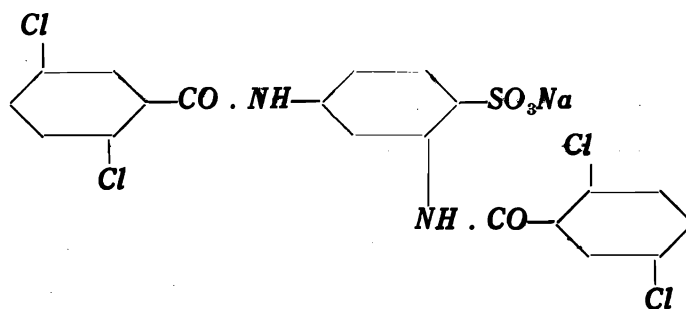
Wykryto, że można otrzymać cenne związki, nadające się jako środki do wytwarzania rezerw na wełnie lub jedwabiu przy barwieniu barwnikami substancywnymi, działając na aromatyczne dwuaminy, nie zawierające grup nitrowych ani wodorotlenowych, lecz zawierające co najmniej jedną grupę sulfonową, takimi aromatycznymi chlorowcopochodnymi kwasów sulfonowych lub karbonowych, które nie zawierają wolnych grup wodorotlenowych ani aminowych, natomiast w położeniu meta-względem grupy chlorowco-kwasowej zawierają atom chlorowca lub grupę nitrową, przyczem w tym ostatnim przypadku grupy nitrowe dających się otrzymać w ten sposób produktów kondensacji redukuje się na odpowiednie grupy aminowe i tak otrzymane związki kondensuje się ponow-

nie z chlorowcopochodnymi kwasów sulfonowych lub karbonowych. Tę zasadę dobudowywania można powtarzać wielokrotnie w celu otrzymywania tego rodzaju ciał o wyższym ciężarze cząsteczkowym, pod warunkiem, aby aromatyczne chlorowcopochodne kwasowe, wprowadzane do ostatniej kondensacji, były wolne od grup nitrowych, aminowych i wodorotlenowych, lecz poza tem mogą one wykazywać budowę dowolną. Reakcje, powodujące powstawanie tych produktów kondensacji, prowadzi się naogół w wodzie w obecności środka, zobojętniającego odszczepiający się chlorowcowodór.

Przykład I. 188 części wagowych kwasu 1.3-fenylendwuamino-4-sulfonowego rozpuszcza się w około 20-krotnej ilości wody, z dodatkiem sody przy słaboalka-

licznym odczynie gąszczu. Do papki tej dodaje się 150 części wagowych kredy i wprowadza w temperaturze 70°C, mieszając dokładnie, 460 części wagowych chlorku 2,5-dwuchlorobenzoylowego (110% teorji). Temperatura reakcji wzrasta stopniowo do 80°C, poczem produkt reakcji zaczyna się wydzielać w postaci gęstych ziarnistych mas. Do otrzymanej pasty w celu rozcieńczenia korzystnie jest dodać jeszcze gorącej wody, poczem dobrze mieszając, ogrze-

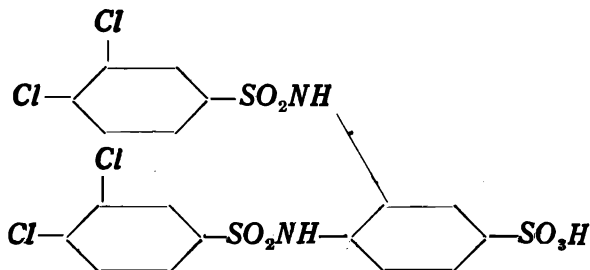
wa się do 100°C i utrzymuje mieszaninę reakcyjną w tej temperaturze w ciągu kilku godzin. Ostygłą pastę rozrabia się kwasem solnym do wyraźnej reakcji na papierku kongo. Produkt surowy, odsączony i przemyty wodą, można rozpuścić i wydzielić ponownie z gorącej wody zalkalizowanej sodą. Powstała sól sodowa kwasu bis-(2,5-dwuchloro-benzoylo)-1',3'-fenyleno-dwuamino-4'-sulfonowego o wzorze:



nadaje się doskonale jako środek rezerwowy dla wełny przeciwko zabarwianiu barwnikami substatywnymi; krystalizuje się z dobrą wydajnością.

Przykład II. 224,5 części wagowych chlorowodoru kwasu 1,2-fenyleno-dwuamino-4-sulfonowego rozpuszcza się na gorąco, dodając kredy aż do reakcji obojętnej gąszczu. Następnie dodaje się jeszcze około 300 części wagowych kredy, a potem, dobrze mieszając, w temperaturach między 85 a 95° wprowadza się 735 czę-

ści wagowych chlorku kwasu 1,2-dwuchlorobenzono-4-sulfonowego. Skoro rozpoczynająca się natychmiast kondensacja dobiegnie do końca, ogrzewa się jeszcze mieszaninę reakcyjną w ciągu około godziny do 90—95° i odsąca otrzymany gorący roztwór od ewentualnej pozostałości, złożonej z nadmiaru kredy. Z ostygniętego roztworu wydziela się sól wapniowa kwasu bis-(1,2-dwuchlorobenzono-4-sulfonylo)-1',2'-fenyleno-dwu-amino-4'-sulfonowego o wzorze:



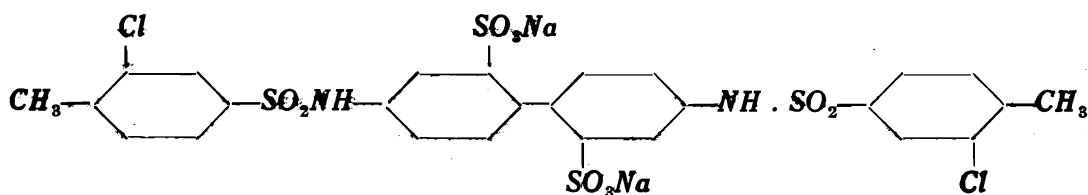
W celu przeprowadzenia tego produktu w sól sodową rozpuszcza się go ponownie w gorącej wodzie i zadaje niewielkim nadmiarem roztworu szczawianu sodowego.

Strącony przytem szczawian wapnia odsąca się i odparowuje pozostały roztwór aż do chwili rozpoczęcia krystalizacji. Odsączona sól sodowa produktu kondensacji jest

ciałem bezbarwnem, które po zmieszaniu z kąpielą barwierską doskonale chroni wełnę i jedwab w tkaninach mieszanych od zabarwienia barwnikami substatywnymi.

Stosowany tutaj chlorek kwasu 1,2-dwuchloro-benzeno-4-sulfonowego można otrzymać, wprowadzając 1,2-dwuchloro-benzen albo kwas 1,2-dwuchlorobenzeno-4-sulfonowy do pięciokrotnej prawie ilości wagowej kwasu chloro-sulfonowego i ogrzewając otrzymany roztwór do 60—70°C. Mieszaninę reakcyjną dobrze jest wprowadzić do mieszaniny oziębiającej, przygotowanej z soli kuchennej i lodu, poczem odsączony chlorek kwasu 1,2-dwuchlorobenzeno-4-sulfonowego oczyszcza się, w razie potrzeby zapomocą rozpuszczenia w eterze, z którego można go odzyskać zapomocą oddestylowania eteru po osuszeniu roztworu chlorkiem wapnia.

Przykład III. 344 części wagowych

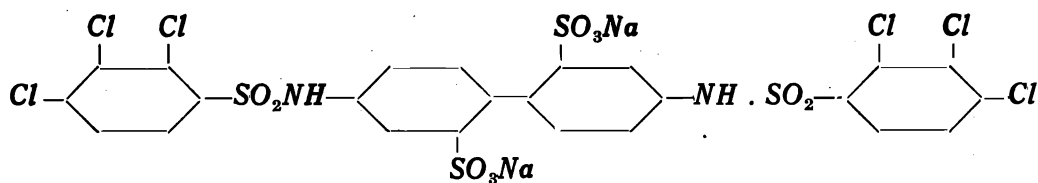


który stanowi dobry środek do wytwarzania rezerw na wełnie przy barwieniu barwnikami substatywnymi. Użyty w przykładzie 2-chloro-1-tolueno-4-sulfochlorek można, na przykład, otrzymać przez wprowadzenie kwasu 2-chloro-1-tolueno-4-sulfonowego do około 5-krotnej ilości chlorohydryny kwasu siarkowego i ogrzewanie otrzymanego roztworu do 60—70°C. Masę reakcyjną wylewa się po ukończeniu wydzielania się kwasu solnego najkorzystniej na mieszaninę chłodzącą z lodu i soli kuchennej, odsącza wydzielony 2-chloro-1-tolueno-4-sulfochlorek i ewentualnie w celu oczyszczenia rozpuszcza w eterze. Z wysuszonego roztworu eterowego można go otrzymać po oddestylowaniu eteru.

Przykład IV. 344 części wagowych kwa-

wasu benzydino-*m.m'*-dwusulfonowego rozpuszcza się z dodatkiem kredy i w obecności nadmiaru kredy w około 30-krotnej ilości wagowej wody lub innego wiążącego kwas solny środka, poczem miesza się dokładnie w temperaturze 85—95°C z 563 cz. wag. 2-chloro-1-tolueno-4-sulfochloru (125% ilości wymaganej teoretycznie). Temperaturę mieszaniny reakcyjnej podnosi się stopniowo do około 100°C, utrzymuje ją w ciągu kilku godzin, pozwala oстыgnąć i odsącza się strącony produkt reakcji. Produkt surowy rozpuszcza się na gorąco w roztworze sodoalkalicznym i z przesączonego roztworu, który ewentualnie nieco zubożętnia się niewielką ilością kwasu solnego, osadza się zapomocą roztworu soli kuchennej. Otrzymuje się przy dobrej wydajności bis-(2-chloro-1-tolueno-4-sulfonylo)-benzydino-*m.m'*-dwusulfonian sodowy o wzorze:

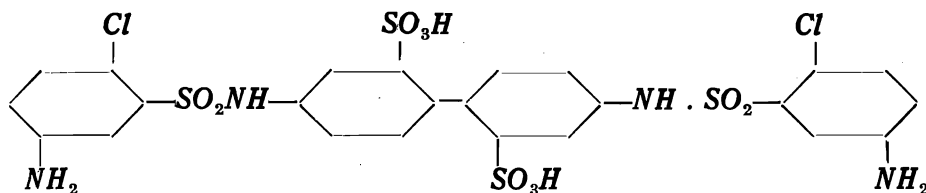
su benzydino-*m.m'*-dwusulfonowego rozpuszcza się z dodatkiem kredy w około 30-krotnej ilości wody i w obecności nadmiaru kredy lub innego wiążącego kwas solny środka miesza dokładnie przez czas dłuższy w temperaturze 85—95°C z 700 cz. wag. 1,2,3-trójklorobenzeno-4-sulfochloru (125% teorji). Mieszaninę reakcyjną ogrzewa się w ciągu około pół godziny do 100°C, pozwala jej oстыgnąć i odsącza się otrzymany osad. Osad ten rozpuszcza się sodoalkalicznie w gorącej wodzie i z roztworu uwolnionego zapomocą przesączenia od nadmiaru kredy, osadza roztworem soli kuchennej. Otrzymuje się z bardzo dobrą wydajnością bis-(1,2,3-trójklorobenzeno-4-sulfonylo)-benzydino-*m.m'*-dwusulfonian sodowy:



stanowiący doskonały środek do wytwarzania rezerw na wełnie lub jedwabiu przy farbowaniu barwnikami substatywnymi. W celu otrzymania zastosowanego w przykładzie 1.2.3-trójklorobenzenu-4-sulfochloroku można, na przykład, 1.2.3-trójklorobenzen rozpuścić w 5-krotnej ilości kwasu chlorosulfonowego i mieszaninę sulfonującą ogrzać powoli do 60—70°C. Skoro ustanie wydzielanie się kwasu solnego, natenczas ochłodzoną mieszaninę reakcyjną wylewa się na lód i odsąca wydzielony w postaci ziarnistej 1.2.3-trójklorobenzenu-4-sulfochlorok. Można go w celu oczyszczenia rozpuścić w eterze i z osuszonego zapomocą chlorku wapniowego roztworu eterowego otrzymać w stanie oczyszczonym zapomocą oddestylowania eteru.

Przykład V. 344 cz. wag. kwasu benzyldyno-*m.m'*-dwusulfonowego rozpuszcza się w ciepłej wodzie o odczynie słaboalkalicz-

nym i w obecności nadmiaru kredy lub octanu sodowego lub innego wiążącego kwas solny środka zadaje w temperaturze 85—95°C, mieszając dokładnie, 640 cz. wag. 4-nitro-1-chlorobenzenu-2-sulfochloroku (125% teorji). Mieszaninę reakcyjną ogrzewa się jeszcze w ciągu kilku godzin do 100°C, pozwala ostygnąć i produkt reakcji odsąca się. Produkt ten rozpuszcza się, alkaliczując sodą, roztwór przesączony zubożnionym kwasem siarkowym i redukuje żelazem, dodając nieznacznej ilości rozcieńczonego kwasu siarkowego. Po ukończonej redukcji mieszaninę reakcyjną alkaliczuje się sodą i gorący roztwór odsąca od mułu żelaznego. Z zakwaszonego kwasem solnym ponownie przesączonego na gorąco roztworu redukcyjnego krystalizuje kwas bis-(4-amino-1-chlorobenzenu-2-sulfonylo)-benzyldyno-*m.m'*-dwusulfonowy:

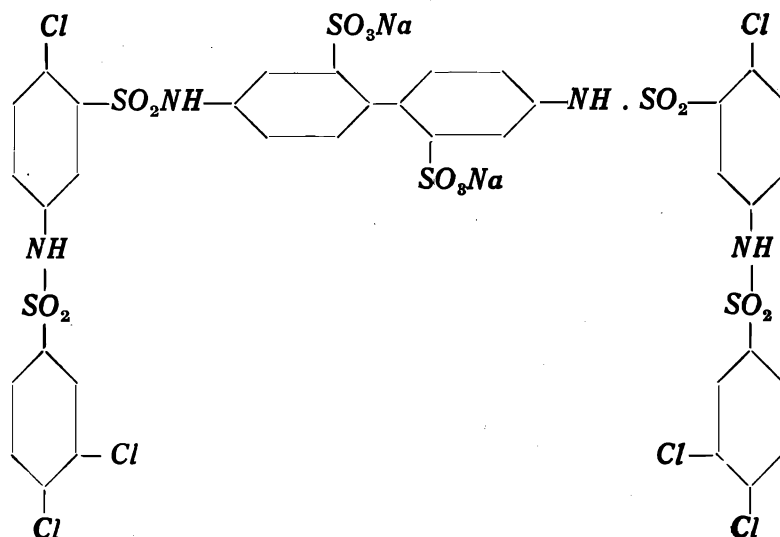


Ciało to daje się w kwaśnym roztworze czteroazować i tworzy wówczas żółtawo zabarwiony w zimnej wodzie stosunkowo trudnorozpuszczalny czteroazozwiązek. Odpowiadającą jednej cząsteczce gramowej ilość kwasu bis-(4-amino-1-chlorobenzenu-2-sulfonylo)-benzyldyno-*m.m'*-dwusulfonowego rozpuszcza się na gorąco, alkaliczując słabo sodą w 30-krotnej mniej więcej ilości wody. Do ogrzanego do około 85°C roztworu dodaje się, mieszając dokładnie, 200 cz. wag. kredy i do tego 737 cz. wag. 1.2-dwuchlorobenzenu-4-sulfochloroku (150%

teoretycznie potrzebnej ilości) i ogrzewa powoli do 95°C. Wkrótce z klarownego roztworu poczyną wydzielac się produkt reakcji w postaci skorupy. W ciągu pół godziny temperaturę podnosi się do 100°C, masie reakcyjnej daje się ostygnąć, odsąca osad, zarabia go rozcieńczonym kwasem solnym i oddziela produkt surowy zapomocą odsączenia od zakwaszonego gąszczu, zawierającego chlorek wapniowy. Produkt przekształcenia rozpuszcza się, alkaliczując sodą, i z roztworu, którego odczyn pozostaje alkalicznym, osadza nie-

wielką ilością kwasu solnego. Otrzymaną substancję można w razie potrzeby oczyścić zapomocą rozpuszczenia w wodzie i

ponownego osadzenia. Posiada ona budowę o wzorze następującym:

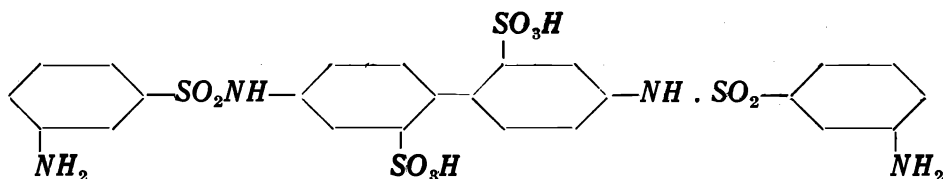


i jest znakomitym środkiem do wytwarzania rezerw na wełnie lub jedwabiu przy farbowaniu barwnikami substancywnymi.

W przykładzie tym, jak również w innych przypadkach podczas kondensacji zamiast pojedynczych chlorków kwasowych można stosować ich mieszaniny. Jeśli np. użyć w ostatniej reakcji zamiast chlorku kwasu 1.2-dwuchloro-benzeno-4-sulfonowego mieszaninę, złożoną z chlorku kwasu 1.2-dwuchloro-benzeno-4-sulfonowego i chlorku kwasu 1.2.3-trójkloro-benzeno-4-sulfonowego, to otrzymuje się mieszaninę produktów, zbudowanych symetrycznie i asymetrycznie, odznaczających się również doskonałymi właściwościami przy wytwarzaniu rezerw na włóknach roślinnych.

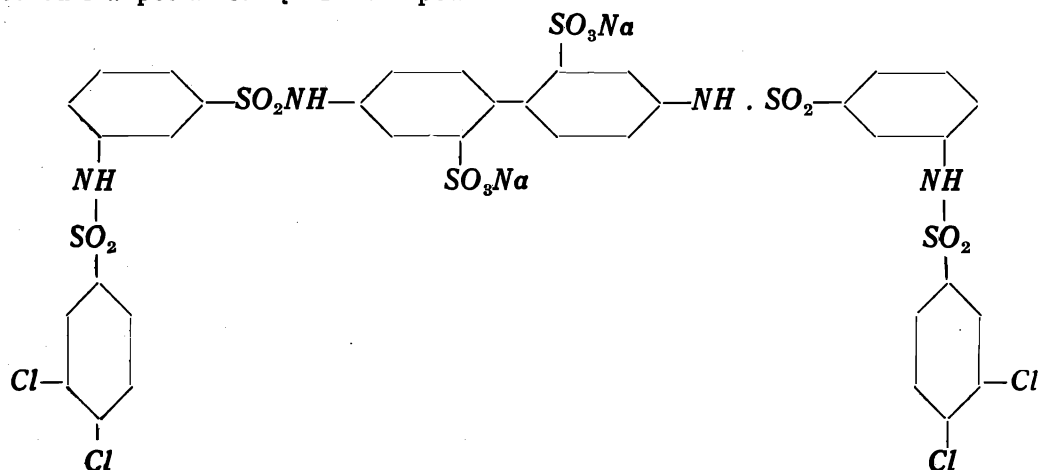
Przykład VI. 344 cz. wag. kwasu benzydino - *m.m'* - dwusulfonowego rozpuszcza się na gorąco, dodając 100 cz. wag. kredy, w 10—15-krotnej ilości wody i po dodaniu dalszych 150 cz. wag. kredy wprowadza do dokładnie mieszanego w temperaturze około 75°C wodnego roztworu, 532 cz. wag. metanitrobenzenosulfochlorku (120% teore-

tycznie potrzebnej ilości). Masę reakcyjną utrzymuje się przez pewien czas w temperaturze 75—85°C i ogrzewa pod koniec jeszcze około pół godziny do wrzenia. Roztwór przez dodanie surowego kwasu solnego zakwasza się następnie do odczynu słabo kwaśnego przy próbie na kongo i miesza na zimno. Otrzymany bis-(3-nitrobenzeno-1-sulfonylo)-benzydino-*m.m'*-dwusulfonian wapniowy osadza się w postaci ziarnistej i można go oddzielić od gąszczu zapomocą pompy ssącej. Rozpuszcza się go ponownie na gorąco w 8—10-krotnej ilości wody i, dodając około 50 cz. objętościowych kwasu solnego i 1000 cz. wag. mączki żelaznej, redukuje w temperaturze 95—100°C. Po ukończeniu redukcji gorącą mieszaninę redukcyjną silnie alkalizuje się 525 cz. obj. ługu sodowego o 38° Bé, odsysa gąszcz od mułu żelaznego i wlewa się na zimno do nadmiaru rozcieńczonego kwasu solnego. Wydziela się przytem kwas bis-(3-aminobenzeno-1-sulfonylo)-benzydino-*m.m'*-dwusulfonowy o wzorze:



i można go oddzielić od gąszczu słabo kwaśnego przy próbie na kongo zapomocą odciedzenia. Otrzymany czteroazowiażek przedstawia po wysuszeniu biały proszek, który rozpuszcza się w gorącej wodzie z odczynem kwaśnym, tworząc roztwór zabarwiony na kolor słabo-żółtawy; w zimnej wodzie jest on dość trudnorozpuszczalny. Odpowiadającą jednej gramocząsteczce ilość tego produktu pośredniego rozpuszcza się na gorąco ze 100 cz. wag. kredy i około 7-krotną na wagę ilością wody. Do dokładnie wymieszanego roztworu wprowadza się jeszcze dalszych 400 cz. wag. kredy i w temperaturze 85—90°C 638 cz. wag. 1,2-dwuchlorobenzenu-4-sulfochlorku (130% teorii). Reakcja rozpoczyna się wkrótce i wydziela się produkt kondensacji pierwotnie w postaci oleju, a następnie przechodzi w postać stałą. Przez pewien

czas utrzymuje się temperaturę reakcji 90—95°C, poczem ogrzewa się, mieszając dokładnie jeszcze około pół godziny do wrzenia. Następnie pozostawia się produkt reakcji do ostygnięcia, zlewa klarowny gąszcz i powstały stały osad wyciąga w temperaturze 60—70°C rozcieńczonym kwasem solnym, a po usunięciu kwaśnego, zawierającego chlorek wapnia gąszczu, rozpuszcza na gorąco w około 7—10-krotnej ilości wody zapomocą sody. Oddzielony przez przesączenie od strąconego przytem węglanu wapniowego roztwór zadaje się rozcieńczonym kwasem octowym do wyraźnie kwaśnego odczynu gąszczu. Przy stygnięciu roztworu wydziela się bis-(1,2-dwuchlorobenzenu-4-sulfonylo-3'-aminobenzenu-1'-sulfonylo)-benzydino-*m.m'*-dwusulfonian sodowy o wzorze:

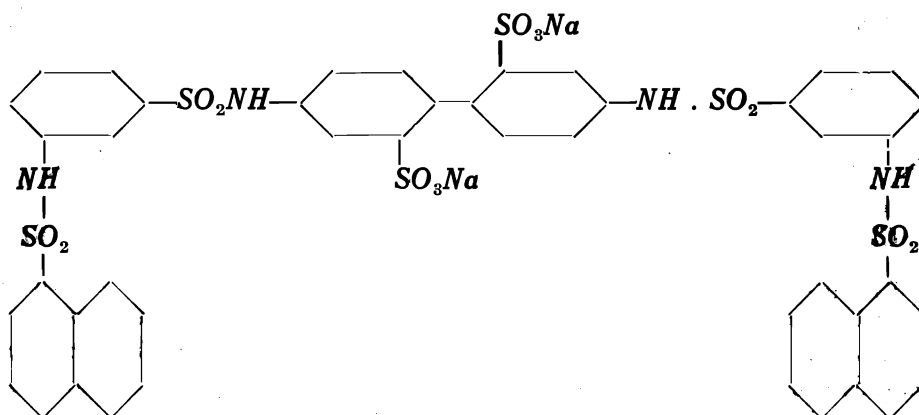


pierwotnie w postaci gęstego płynu, przechodzącego następnie w masę kruchą, przyczem przez odlanie znajdującego się nad nim klarownego gąszczu można otrzymany produkt oddzielić i wysuszyć. Tworzy on w stanie suchym prawie biały proszek, który z łatwością rozpuszcza się w ciepłej wodzie, barwiąc ją na kolor jasny, i który

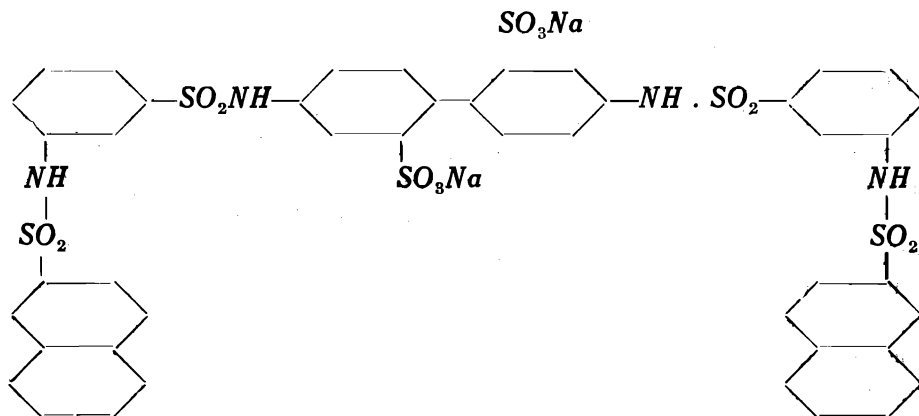
można ponownie z tego roztworu osadzić łatwo zapomocą soli kuchennej lub kwasów. Po dodaniu go do kąpieli farbiarskiej, w której ma być barwiona barwnikiem substancywnym półwełna lub półjedwab, może on w wysokim stopniu zabezpieczyć od zabarwienia wełnę, względnie jedwab. Użyty w przykładach V i VI do budo-

wy sześciopierścieniowego układu 1.2-dwu-chlorobenzeno-4-sulfochlorurek można zastąpić również innym podstawionym lub niepodstawionym arylosulfochlorurem. Tak np. również i produkty, jakie można otrzymać przez zadanie kwasu bis-(3-aminoben-

zeno-1-sulfonylo-) benzydyno-*m.m'*-dwusulfonowego naftaleno-1-sulfochlorurem lub naftaleno-2-sulfochlorurem, a więc bis-(naftaleno-1-sulfonylo-3'-aminobenzeno-1'-sulfonylo)-benzydyno-*m.m'*-dwusulfonian sodowy o wzorze:



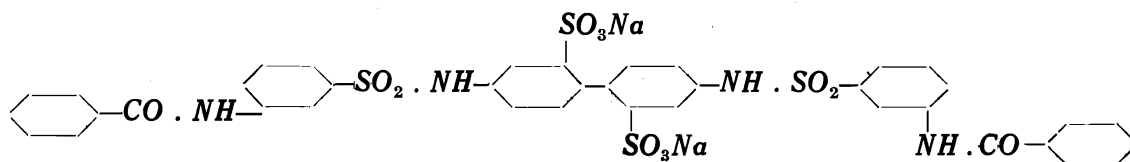
oraz bis-(naftaleno-2-sulfonylo-3'-aminobenzeno-1'-sulfonylo)-benzydyno-*m.m'*-dwusulfonian sodowy o wzorze:



stanowią doskonałe rezerwy dla wełny i jedwabiu.

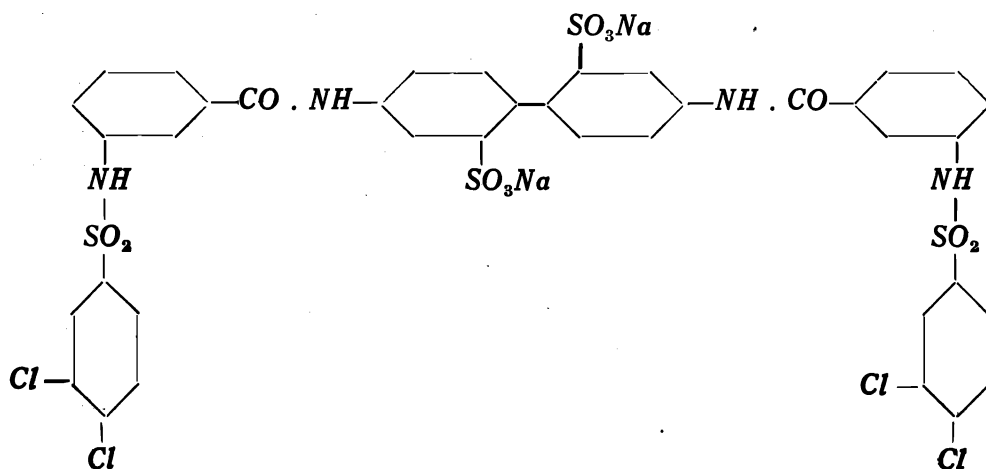
Można również w schemacie tych ciał część grup sulfoimidowych zastąpić grupa-

mi karboimidowemi. Produkty, jak bis-(benzoylo-3'-aminobenzene-1'-sulfonylo)-benzydyno-*m.m'*-dwusulfonian sodowy o wzorze:



otrzymywany przez zadanie 2 cząsteczek chlorurek benzoylowego 1 cząsteczką kwasu bis-(3-aminobenzene-1-sulfonylo)-benzydyno-*m.m'*-dwusulfonowego, lub bis-(1.2-dwu-

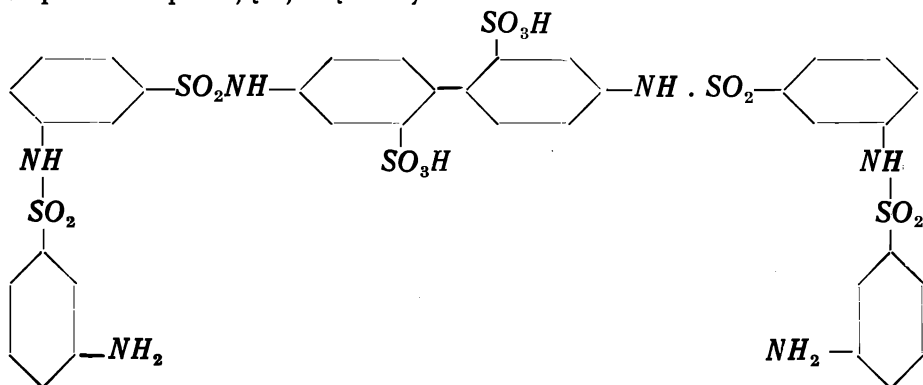
chlorobenzene-4-sulfonylo-3'-aminobenzoylo)-benzydyno-*m.m'*-dwusulfonian sodowy o wzorze:



otrzymywany przez zadanie 2 cząsteczek 1,2-dwuchlorobenzenu-4-sulfochloru 1 cząsteczką kwasu bis-(3-aminobenzoylo)-benzydino-*m.m'*-dwusulfonowego, są również dobrymi środkami do wytwarzania rezerw.

Przykład VII. Odpowiadającą jednej cząsteczce gramowej ilość kwasu bis-(3-aminobenzenu-1-sulfonylo)-benzydino-*m.m'*-dwusulfonowego rozpuszcza się na gorąco z 10-krotną prawie ilością wody z dodatkiem 100 cz. wag. kredy. Do dokładnie wymieszanego roztworu wprowadza się jeszcze około 400 cz. wag. kredy i w temperaturze 80—85°C 554 cz. wag. 3-nitrobenzenosulfochloru (125% ilości teoretycznie potrzebnej). Temperaturę mieszaniny podnosi się zwolna do 90°C i utrzymuje ją przez pewien czas, a następnie podnosi się ją w ciągu pół godziny do wrzenia, poczem pozwala się masie reakcyjnej ostygnąć, odciąga gąszcz z ponad produktu reakcji w postaci spiekającej się masy i

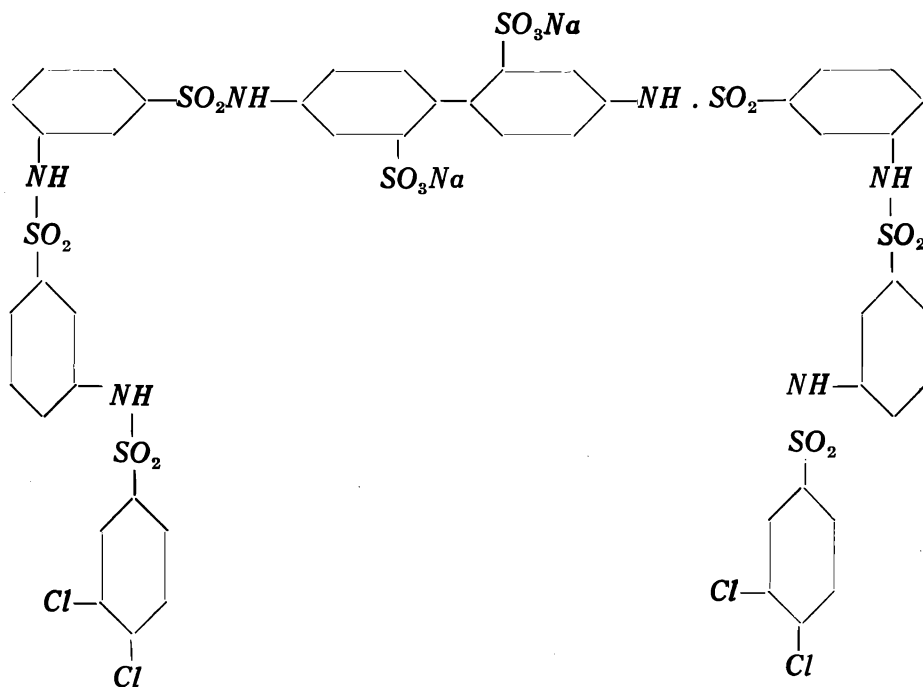
pozostałość traktuje się w temperaturze około 60—70°C nadmiarem kwasu solnego. Po usunięciu kwaśnego, zawierającego chlorek wapnia gąszcz pozostaje zabarwiony na brunatno, na zimno kruchy, stały osad, który rozpuszcza się na gorąco w około 20-krotnej ilości wagowej wody. Do powstałego roztworu, ogrzanego do około 90°C, zadanego 100 cz. obj. surowego kwasu solnego, wprowadza się 1000 cz. wag. mączki żelaznej i dokładnie wymieszaną mieszaninę reakcyjną utrzymuje w temperaturze wrzenia w ciągu 2—3 godzin. Gąszcz redukcyjny alkalizuje się silnie około 600 cz. obj. ługu sodowego o 38° Bé, odsącza roztwór od mułu żelaznego i wlewa do nadmiaru zimnego rozcieńczonego kwasu solnego. Strącony przytem kwas bis-(3-aminobenzenu-1-sulfonylo-3'-aminobenzenu-1'-sulfonylo)-benzydino-*m.m'*-dwusulfonowy o wzorze:



przedstawia po wysuszeniu prawie biały proszek, rozpuszczalny w wodzie gorącej, z trudnością zaś rozpuszczalny w wodzie zimnej, a stanowiący zabarwiony zlekka żółtawo związek czteroazowy.

Odpowiadającą jednej cząsteczce gramowej ilość kwasu bis-(3-aminobenzeno-1-sulfonylo-3'-aminobenzeno-1'-sulfonylo)-benzydino-*m.m'*-dwusulfonowego rozpuszcza się na gorąco w około 15-krotnej ilości wody, dodając 220 cz. wag. kredy i po dodaniu dalszych 400 cz. wag. kredy wprowadza się do roztworu w temperaturze około 85—95°C, mieszając dokładnie, 638 cz. wag. 1,2-dwuchlorobenzeno-4-sulfochlorku. Po ukończeniu zadawaniu ogrzewa się jeszcze przez pół godziny do wrzenia, po-

czem daje się mieszaninie reakcyjnej ostygnąć, odciąga znajdującą się nad roztworem pozostałość i zarabia ją w temperaturze 60—70°C nadmiarem rozcieńczonego kwasu solnego. Otrzymany, zawierający chlorek wapnia roztwór usuwa się i produkt kondensacji przeprowadza na gorąco do roztworu dodając sody do odczynu alkalicznego. Roztwór uwolniony zapomocą przesączenia od strąconego węglanu wapniowego, zakwasza się rozcieńczonym kwasem octowym. Otrzymany bis-(1,2-dwuchlorobenzeno-4-sulfonylo-3'-aminobenzeno-1'-sulfonylo-3''-aminobenzeno-1''-sulfonylo)-benzydino-*m.m'*-dwusulfonian sodowy o wzorze:



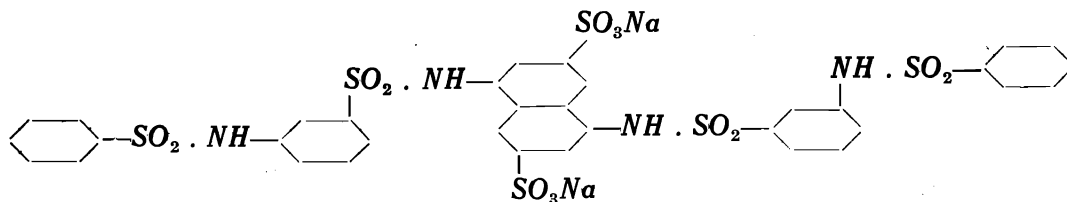
osadza się prawie ilościowo, i można go uwolnić zapomocą odsączenia od ochłodzonego roztworu wodnego. Jest to produkt, łatwo rozpuszczalny w cieplej wodzie, który posiada w wysokim stopniu własność zabezpieczania wełny lub jedwabiu w tkaninach mieszanych od zabarwienia barwnikami substancywnymi.

W przykładach III—VII produkt wyjściowy, kwas benzydino-*m.m'*-dwusulfonowy można, rozumie się, zastąpić kwasem toluidyno-*m.m'*-dwusulfonowym lub kwasem dwuaminostilbenodwusulfonowym albo też pochodnymi dwuaminoarylowymi o innych mostkach między pierścieniami aryłowymi. Można również zamiast pochod-

nych dwuaminodwufenylowych stosować jako ciała wyjściowe pochodne dwuamino-benzenowe, jak kwas 2.6-toluylenodwuamino-4-sulfonowy lub kwas 2.4-toluylenodwuamino-6-sulfonowy i wiele innych. Otrzymane przytem produkty kondensacji posiadają również własność wytwarzania doskonałych rezerw na wełnie lub jedwabiu przy barwieniu substancywnymi barwnikami.

Przykład VIII. 318 cz. wag. kwasu 1.5-naftylenodwuamino - 3.7 - dwusulfonowego rozpuszcza się na gorąco w około 15-krotnej ilości wagowej wody, przy pomocy 160 cz. wag. sody. Po dodaniu około 250 cz. wag. kredy wprowadza się do roztworu, dokładnie wymieszanego w temperaturze 85°C, 886 cz. wag. 3-nitrobenzeno-sulfochloru (200% teorji). Przez pewien czas utrzymuje się mieszaninę reakcyjną w temperaturze 85—95°C, poczem jeszcze około pół godziny w stanie wrzenia. Ochłodzony roztwór zakwasza się kwasem solnym do odczynu kwaśnego przy próbie na kongo i produkt kondensacji osadza jeszcze w dalszym ciągu przez dodanie soli kuchennej. Odsącza się, przemycwa rozcieńczonym kwasem solnym i redukuje w temperaturze wrzenia obliczoną ilością stężo-

nego roztworu chlorku cynawego w kwasie solnym. Na zimno wydziela się kwas bis-(3-aminobenzeno-1-sulfonylo) - 1'.5' - naftylenodwuamino - 3'.7' - dwusulfonowy, który można rozpuścić ponownie, dodając sody do odczynu alkalicznego i z przesączonego roztworu osadzić kwasem octowym. Odpowiadającą jednej cząsteczce gramowej ilości tego produktu rozpuszcza się na gorąco, dodając około 100 cz. wag. kredy w 10-krotnej ilości wagowej wody i do dokładnie wymieszanego roztworu wprowadza się w temperaturze 85—95°C 459 cz. wag. benzenosulfochloru (130% teorji). Po ukończeniu przekształceniu mieszaninę ogrzewa się, mieszając dokładnie jeszcze około pół godziny do wrzenia, poczem daje się ostygnąć i oddziela gąszcz od pozostałego w postaci zbitej masy produktu reakcji. Produkt ten rozpuszcza się w wodzie na gorąco z dodatkiem sody do odczynu alkalicznego i z uwolnionego zapomocą odessania od węglanu wapnia roztworu osadza go kwasem octowym. Otrzymuje się bis-(benzeno-sulfonylo-3'-amino-benzeno-1'-sulfonylo)-1''.5'' - naftylenodwuamino-3''.7''-dwusulfonian sodowy o wzorze:



początkowo w postaci gęstej cieczy, krzepnącej następnie na zimno w postaci kryształicznej. Otrzymany produkt po wysuszeniu, stanowi biały proszek, dobrze rozpuszczalny w gorącej wodzie, lecz wydzielający się częściowo ponownie przy ochładzaniu roztworu. Wykazuje on w wysokim stopniu własność zabezpieczania wełny lub jedwabiu w kąpeli farbiarskiej od zabarwiania barwnikami substancywnymi.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania produktów kondensacji dwuamin aromatycznych i chlorowcopochodnych aromatycznych kwasów sulfonowych lub karbonowych, znamieny tem, że na aromatyczne aminy, nie zawierające grup nitrowych ani wodorotlenowych, lecz posiadające co najmniej jedną grupę sulfonową, działa się takimi aro-

matycznymi chlorowcopochodnemi kwasów sulfonowych albo karbonowych, które, wykazując budowę dowolną, pozbawione są wolnych grup wodorotlenowych lub aminowych, lecz w położeniu meta względem grupy chlorowcokwasowej zawierają atom chlorowca lub grupę nitrową, w tym ostatnim jednak przypadku grupy nitrowe w dających się tak otrzymać produktach kondensacji redukuje się na grupy aminowe, a otrzymane związki kondensuje ponownie z aromatycznymi chlorowcopochodnemi kwasów sulfonowych albo karbonowych, przyczem tę zasadę dobudowywania, w ce-

lu otrzymywania tego rodzaju ciał o wyższym ciężarze cząsteczkowym, można powtarzać wielokrotnie pod warunkiem, aby aromatyczne chlorowcopochodne kwasowe, wprowadzane do ostatniej kondensacji, były wolne od grup nitrowych, aminowych i wodorotlenowych, lecz poza tem mogą one być podstawione dowolnie.

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