

3 listopada 1927 r.

URZĄD PATENTOWY



1096

1/28

OTOK

Urząd Patentowy
Warszawa

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 6284.

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

Kl. 22 ~~b~~

a, 1/28

Sposób otrzymywania zawierających azot pochodnych antrachinonowych.

Zgłoszono 16 kwietnia 1926 r.

Udzielono 12 listopada 1926 r.

Pierwszeństwo: 17 kwietnia 1925 r. (Niemcy).

Odszczepiając jedną lub obie sulfogrupy ze związków opisanych w patencie Nr 6126, które to związki należy uważać jako kwasy dwu-(metyloamino) dwuoksyanttrachinonosulfonowe, otrzymuje się nowe, cenne pod względem przemysłowym związki. Odszczepiając tylko jedną sulfogrupę, otrzymuje się kwasy jednosulfonowe o godnych uwagi własnościach farbiarskich. Np. wełnę niezaprawioną barwią w kąpieli kwaśnej równomiernie na piękne odcienie zielononiebieskie, które przy świetle sztucznym nie zmieniają swego wyglądu, jak podobne im barwniki, na odcień czerwony, lecz zachowują żywy odcień zielonkawy. Są one więc wybitnymi tak zwanymi „barwnikami nocnymi”. Ponadto zabarwienia te odporne są na działanie potu i alkaliów.

Związki otrzymane przez odszczepienie obydwóch sulfogrup są cennymi produktami wyjściowymi do otrzymywania innych związków. Np. przez acylowanie udaje się otrzymać cenne barwniki kadziowe.

Sulfogrupy można odszczepiać według metod rozmaitych np. według sposobu, stanowiącego przedmiot patentu niemieckiego Nr 190 476 lub szczególnie korzystnie według sposobu, stanowiącego przedmiot patentu Nr 6 126.

Przykład I. 10 części wagowych kwasu *p*-dwu(metyloamino) antrarfino-2.6-dwu-sulfonowego, otrzymanego w przykładzie, przytoczonym w patencie Nr 6 126, rozpuszcza się w 200 cz. wag. wody i w temperaturze 60° zadaje, mieszając dokładnie, 3,8 cz. wag. hydrosiarczynu. Roztwór zie-

lononiebieski staje się natychmiast pomarańczowym, a to dzięki utworzeniu się przez przyłączenie się dwóch atomów wodoru związku hydrosiarczynowego, który można z łatwością wydzielić zapomocą wysolenia. Następnie dodaje się 10 cz. obj. 33%-ego ługu sodowego, przyczem roztwór, wskutek odszczepienia się jednej sulfogrupy, barwi się na niebiesko i rozpoczyna się wydzielanie kwasu jednosulfonowego. W celu całkowitego wydzielenia dodaje się soli kuchennej i studzi. Kwas jednosulfonowy można również wydzielić przez zakwaszenie ciepłego roztworu i następne ostudzenie. Z wolnego kwasu jednosulfonowego można w sposób znany otrzymać bardzo pięknie krystalizującą sól anilinową.

Przykład II. 30 cz. wag. kwasu *p*-dwu (metyloamino) antrarufinodwusulfonowego w temperaturze 60° rozpuszcza się w 1000 cz. wag. wody, dodając roztwór 30 cz. wag. sody krystalicznej w 100 cz. wag. wody. Następnie dodaje się 25 cz. wag. hydrosiarczynu (82%-ego), wskutek czego zielononiebieskie zabarwienie roztworu przechodzi w pomarańczowe, poczem podnosi temperaturę do 80°, dodaje dalsze 70 cz. wag. sody krystalicznej, rozpuszczonej w 200 cz. wag. wody i ogrzewa w temperaturze 95°. Pomarańczowe zabarwienie roztworu zmienia się natenczas i przechodzi przez czerwone w niebieskie i wydziela się obficie osad. Skoro ilość tego ostatniego przestanie się zwiększać, odsącza się go, obrabia kwasem octowym, odsącza ponownie i przemywa wodą do odczynu obojętnego. Otrzymany w ten sposób *p*-dwu (metyloamino) antrarufin krystalizuje z nitrobenzolu w postaci pięknych igieł. Roztwór pirydynowy jest niebieski, bardziej zielonkawy w porównaniu z *p*-dwuaminoantraru-

finem. Roztwór w stężonym kwasie siarkowym jest żółty i po dodaniu kwasu bornego staje się zielononiebieski; widmo jego jest w porównaniu z *p*-dwuaminoantrarufinem bardziej przesunięte w kierunku czerwonego.

W sposób podobny sulfogrupę odszczepia się z kwasu *p*-dwu (metyloamino) chryzaryno-2,7-dwusulfonowego.

Przykład III. 10 cz. wag. kwasu *p*-dwu (metyloamino) antrarufinodwusulfonowego ogrzewa się w temperaturze 110° w 200 cz. wag. 90%-ego kwasu siarkowego po dodaniu 5 cz. wag. kwasu bornego dopóty, dopóki próba wzięta będzie nierozpuszczalną w wodzie gorącej. Otrzymany w ten sposób przez odszczepienie obydwóch grup sulfonowych *p*-dwu (metyloamino) antrarufin, opisany w przykładzie II, wydziela się po wlaniu do wody.

Prowadząc reakcję w temperaturze nieco niższej i przerywając ją w punkcie właściwym, można wydzielić opisany w przykładzie I kwas jednosulfonowy. Przez dodanie nieznacznej ilości około 0,2 cz. wag. chlorku cynawego, reakcję można przyspieszyć.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania nowych, zawierających azot pochodnych antrachinonowych, znamienny tem, że ze związków, otrzymanych według patentu Nr 6 126 odszczepia się w sposób właściwy jedną lub obydwie grupy sulfonowe.

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