

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Nr 30827

Kl. 22 ^{a, 17/02} ~~e, 1~~

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt n. M.

C09b 17/00

Sposób zmniejszania zapachu nigrozyn i indulin

Zgłoszono 18 czerwca 1938

Udzielono 4 sierpnia 1942

Pierwszeństwo: 19 czerwca 1937 (Niemcy)

Wiadomo, że nigrozyny i induliny posiadają więcej lub mniej mocny nieprzyjemny zapach. Zapach ten jest wywołany przeważnie przez nieznaczną ilość zawartych w nich składników zasadowych albo przez składniki zasadowe, tworzące się częściowo dopiero z czasem. Niedogodność ta, zwłaszcza przy użyciu tego rodzaju barwników do barwienia środków żywnościowych, działa często tak ujemnie, iż użycie tych barwników staje pod znakiem zapytania. Próbowano już niedogodności tej zaradzić w ten sposób, że w celu zagłuszenia swoistego zapachu nigrozyn i indulin dodawano środków pachnących. Prowadzi to jednak tylko do wyniku przejściowego, gdyż z jednej strony środki

pachnące, których można dodawać tylko w ilości nieznacznej, ulatniają się, a z drugiej strony zwiększa się ilość składników zasadowych, powodujących swoisty zapach nigrozyn i indulin.

Wykryto obecnie, że zapach związany z nigrozynami i indulinami można usunąć na stałe, jeśli do tych barwników doda się kwasów karbonowych lub ich pochodnych i produktów podstawienia.

Jako kwasy karbonowe, ich pochodne i produkty podstawienia nadają się np. kwasy: cytrynowy, winowy, cukrowy, cynamonowy, benzoesowy, lub ich produkty podstawienia, np. kwasy oksy-, amino-, sulfobenzoesowe, kwas moczowy, mocznik.

Związków tych dodaje się w ilości nie

wystarczającej jednak do ewentualnego tworzenia soli z barwnikami, a mianowicie w ilości 2—5% w stosunku do barwnika.

W patencie niemieckim nr 50 534 opublikowano sposób wytwarzania induliny $C_{24}H_{18}N_4$. Sposób ten polega na tym, że produkty stopu induliny z zasadami o określonym składzie przeprowadza się w wolne zasady, mieszaninę tę wyciąga rozcieńczonym kwasem organicznym i barwnik, który przeszedł do roztworu, otrzymuje przez odparowywanie. Sposób ten więc polega na wytwarzaniu rozpuszczalnej w wodzie soli z zasady indulinowej $C_{24}H_{18}N_4$ i kwasu organicznego. Sposobu tego jednak nie można zastosować do zasad indulinowych o dużym ciężarze cząsteczkowym, znajdujących się zwykle w handlu, gdyż przy użyciu tych zasad tworzenie się soli rozpuszczalnych w wodzie jest wykluczone. Ponadto sposobu według patentu nr 50 534 nie można porównywać ze sposobem niniejszym ze względów następujących. W znanym sposobie kwasy organiczne stosuje się w ilości wystarczającej do wytworzenia soli. W sposobie niniejszym natomiast zapach nieprzyjemny, związany z nigrozynami, indulinami, zasadami jak również solami, udało się nadspodziewanie usunąć trwale za pomocą umiarkowanego dodatku kwasów karbonowych, ich pochodnych i produktów podstawienia. Podczas gdy w znanym sposobie stosuje się więc kwasy organiczne co najmniej w takich ilościach, aby utworzyła się sól, to w sposobie niniejszym w przypadku, gdy należy stosować wolną zasadę i kwas karbonowy, użyte ilości kwasu karbonowego w wysokim stopniu nie wystarczają do wytworzenia soli.

Korzystną jest rzeczą przeprowadzanie sposobu według wynalazku tak, aby w przypadku przeróbki barwników rozpuszczalnych w wodzie dodatków tych dodawać w ostatnim okresie wytwarzania, np.

przy odparowywaniu roztworu wodnego, jaki należy odparować po zsulfonyowaniu i zobojętnieniu. W przypadku zaś przeróbki barwników rozpuszczalnych w alkoholu, rozpuszcza się je najkorzystniej w nim, a po skutecznym dodaniu dodatków i dokładnym wymieszaniu odparowuje alkohol z powrotem.

Przykład I. Do roztworu wodnego po zsulfonyowaniu i zobojętnieniu 100 części nigrozyny, rozpuszczalnej w alkoholu (Schultz, Farbstofftabellen, VII wydanie, nr 985), dodaje się 3,5 części kwasu winowego i mieszaninę mieszając odparowuje powoli do sucha. Otrzymuje się w ten sposób nigrozynę o właściwościach nigrozyny WL (Schultz, Farbstofftabellen, VII wydanie, nr 986), która na zimno jest pozbawiona całkowicie zapachu i nawet przy gotowaniu z wodą nie wydziela dających się wyczuć ubocznych zapachów zasadowych.

Zamiast kwasu winowego można równie dobrze stosować między innymi kwasy cytrynowy, salicylowy, *p*-oksybenzoesowy, aminosulfosalicylowy, moczowy lub moczownik.

Przykład II. W taki sam sposób, jak opisano w przykładzie I, przez dodanie 4 części kwasu cynamonowego do wodnego zobojętnionego gąszczy wytworzonego po zsulfonyowaniu 100 części induliny zasady B niebieskawej (Schultz, Farbstofftabellen, VII wydanie, nr 982) i wysuszeniu otrzymuje się bezwoną indulinę o właściwościach induliny zielonkawej (Schultz, Farbstofftabellen, VII wydanie, nr 984).

Przykład III. 100 części nigrozyny rozpuszczalnej w alkoholu (Schultz, Farbstofftabellen, VII wydanie, nr 985) rozpuszcza się mieszając przez ogrzewanie w 1 000 częściach alkoholu. Następnie do tego roztworu dodaje się 5 części kwasu cytrynowego i alkohol oddestylowuje. Pozostaje nigrozyna o znanych właściwościach, która również po ponownym roz-

puszczeniu w rozpuszczalnikach lub nawet przy gotowaniu z wodą nie wykazuje wyczuwalnego szkodliwego zapachu.

Zamiast alkoholu nadają się tak samo inne rozpuszczalniki tych składników, np. aceton lub ester kwasu octowego.

Przykład IV. W ten sam sposób, jak opisano w przykładzie III, otrzymuje się przez dodanie 8 części kwasu benzoesowego do 100 części induliny rozpuszczalnej w alkoholu (Schultz, Farbstofftabellen, VII wydanie, nr 982) barwnik bezwonny.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób zmniejszania zapachu nigrozyn i indulin, znamienny tym, że do tych nigrozyn i indulin dodaje się kwasów karbowych lub ich pochodnych i produktów podstawienia w ilości nie wystarczającej do ewentualnego wytworzenia soli.

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