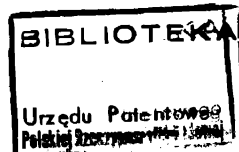


Warszawa, 6 listopada 1936 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 23788.

Kl. 22 a, ~~29~~/36

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

**Sposób wytwarzania barwników azowych do barwienia i drukowania
estrów i eterów celulozy.**

Patent dodatkowy do patentu Nr 23575.

Zgłoszono 19 listopada 1935 r.

Udzielono 25 sierpnia 1936 r.

Pierwszeństwo: 23 listopada 1934 r. (Niemcy).

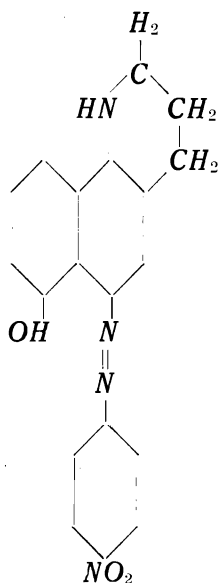
Najdłuższy czas trwania patentu do 28 lipca 1951 r.

Sposób wytwarzania barwników azowych szczególnie odpowiednich do barwienia i drukowania estrów celulozy według patentu Nr 23 575 polega na tem, że *py* - 3 - oksy - czterohydro - 7 - oksynafto - chinolinę sprzęga się w środowisku kwaśnem z aromatycznymi składnikami dwuazowania. W ten sposób otrzymuje się barwniki, które barwią estry i etery celulozy na przezroczyste odcienie błękitne do zielonych o dobrej odporności na działanie światła i bardzo dobrze dają się wywabiać.

Obecnie wykryto, że otrzymuje się barwniki o właściwościach podobnych do właściwości barwników według patentu Nr 23 575, jeżeli zamiast *py* - 3 - oksy - czterohydro - 7 - oksynaftochinoliny sprzęga się z odpowiednimi składnikami dwuazowania *py* - czterohydro - 7 - oksynaftochinoliny.

Przykład I. 13,8 części wagowych *p* - nitroaniliny w wodnym roztworze kwasu solnego dwuazuje się w zwykły sposób roztworem 6,9 części wagowych azotynu so-

dowego w wodzie; przezroczysty roztwór dwuazowy wlewa się powoli do wodnego roztworu 23,5 części wagowych chlorowodoru *py* - czterohydro - 7 - oksynaftochinoliny, utrzymywanego w stanie kwaśnym zapomocą kwasu mineralnego; sprzęganie następuje natychmiast i po upływie krótkiego czasu zostaje zakończone. Barwnik ten o wzorze:



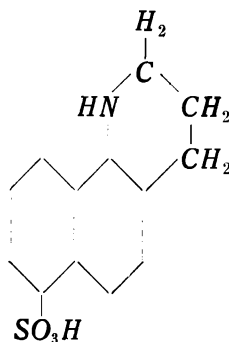
wyodrębniony w zwykły sposób, barwi jedwab octanowy z kąpeli mydlanej na odcienie błękitne z odcieniem zielonkawym, które są odporne na działanie światła i dają się dobrze wywabić.

Py - czterohydro - 7 - oksynaftochinoliny można otrzymać w sposób następujący:

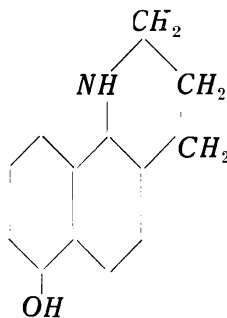
50 części wagowych soli sodowej kwasu α - nafto - chinolino - 7 - sulfonowego (otrzymanego przez działanie gliceryny, nitrobenzenu i kwasu siarkowego na kwas 1 - naftyloamino - 5 - sulfonowy według Skraup'a) uwodornia się w 300 — 400 częściach wagowych wody w obecności katalizatora niklowego w temperaturze 140 — 180°C wodorem pod ciśnieniem 150 atm nadciśnienia. Po skończonem pochłanianiu

wodoru mieszaninę reakcyjną pozostawia się do ostygnięcia, oddziela katalizator i wyodrębnia powstały kwas cztero - hydro - naftochinolino - sulfonowy przez zakwaszenie kwasem solnym i odsączenie wytrąconego kwasu.

100 części wagowych cztero - hydrowanego kwasu α - naftochinolino - 7 - sulfonowego o wzorze:



stapia się z 4 — 5-krotną ilością wodorotlenku potasowego w temperaturze 230 — 240°C. Ochłodzony stop rozpuszcza się w wodzie i zobojętnia kwasem solnym, przy czem *py* - czterohydro - 7 - oksynaftochinolina o przypuszczalnym wzorze:

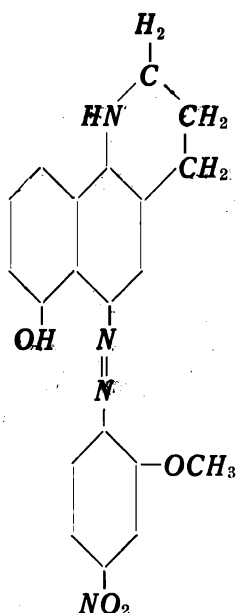


wypada w postaci kryształów prawie bezbarwnych. Chlorowodorek tego związku, dość trudno rozpuszczający się w wodzie, krystalizuje w postaci blaszek żółtawych.

Przykład II. 16,8 części wagowych 5 - nitro - 2 - anizydyny miesza się z 40 czę-

ściami wagowymi stężonego kwasu solnego i 40 częściami wagowymi wody, przyczem następuje wytworzenie chlorowodoru. Dwuazuje się stężonym roztworem wodnym 6,9 części wagowych azotynu sodowego, odsącza niewielkie ilości zanieczyszczeń i wlewa powoli przezroczysty roztwór dwuazowy do wodnego roztworu 23,5 części wagowych chlorowodoru py - cztero - hydro - 7 - oksy - nafto - chinoliny; po upływie krótkiego czasu sprzęganie jest zakończone.

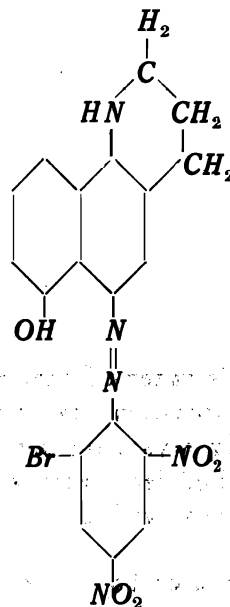
Wolny kwas mineralny zobojętnia się ługiem sodowym i wyosabnia przez odsączenie bawnik o wzorze:



Jedwab octanowy barwi się związkiem tym z kąpieli mydlanej na przezroczyste odcienie jasnoniebieskie, dające się dobrze wywabić.

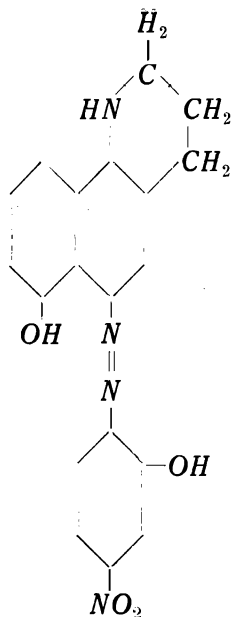
Przykład III. 26,2 części wagowych 2,4 - dwunitro - 6 - bromo - aniliny dwuazuje się w 100 częściach wagowych stężonego kwasu siarkowego o 60° Bé zapomocą ilości kwasu nitrozylosiarkowego, odpowiadającej 6,9 części wagowych azo-

tynu sodowego; otrzymany roztwór dwuazowy, mocno zakwaszony kwasem siarkowym, wlewa się do wodnego roztworu 23,5 części wagowych chlorowodoru py - cztero - hydro - 7 - oksynaftochinoliny; sprzęganie zostaje zakończone po dodaniu roztworu dwuazowego. Barwnik o wzorze:



wyosabiany w zwykły sposób, barwi jedwab octanowy z kąpieli mydlanej na kolor zielony o dobrych właściwościach. Barwnik o podobnych właściwościach otrzymuje się przez zastąpienie 2,4 - dwunitro - 6 - bromo - aniliny — 2,4 - dwunitro - 6 - chloro - aniliną.

Przykład IV. 15,5 części wagowych 5 - nitro - 2 - amino - fenolu w roztworze w kwasie solnym dwuazuje się wodnym roztworem 6,9 części wagowych azotynu sodowego. Zawiesinę związku dwuazowego wlewa się do wodnego roztworu 23,5 części wagowych chlorowodoru py - cztero - hydro - 7 - oksynafto - chinoliny. Po 12-godzinnem mieszaniu sprzęganie zostaje zakończone, a wytrącony barwnik o wzorze:



wyosabnia się przez odsączenie. Jedwab octanowy, zabarwiony związkiem tym w sposób zwykły, wykazuje czyste zabarwienie błękitne z odcieniem zielonkawym, dające się dobrze wywabiać.

eterów celulozy według patentu Nr 23 575, zamienny tem, że *py* - cztero - hydro - 7 - oksynaftochinolinę sprzęga się z aromatycznymi składnikami dwuazowania w roztworze kwaśnym.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania barwników azowych do barwienia i drukowania estrów i

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: K. Czempiński,
rzecznik patentowy.

