



6096 9/04



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 44546

Kl. 22 ^{a, 9/04} ~~1~~

Instytut Przemysłu Organicznego *)

Warszawa, Polska

Sposób otrzymywania półestrów kwasu siarkowego leukozwiązków barwników kadziowych (indygosoli)

Patent trwa od dnia 5 grudnia 1959 r.

Znane są różne sposoby otrzymywania soli leukoestrów barwników kadziowych.

Jeden z nich polega na działaniu SO_3 lub kwasu chlorosulfonowego, względnie innego związku odszczepiającego SO_3 , w obecności trzeciorzędowej zasady organicznej, jak pirydyna, dwumetyloanilina, chinolina i inne, na zredukowany do postaci leuko barwnik kadziowy, wyodrębniony uprzednio z masy reakcyjnej i wysuszony w atmosferze obojętnego gazu. Sposób ten daje się stosować do otrzymywania indygosoli barwników kadziowych, tworzących względnie trwałe leuko pochodne.

Następny znany sposób wytwarzania soli leukoestrów barwników kadziowych polega na działaniu w jednej operacji na niezredukowany barwnik kadziowy w środowisku pirydyny,

lub innej zasady organicznej, drobno sproszkowanym metalem jak Fe, Cu lub inne, kwasem chlorosulfonowym, SO_3 itp. Sposób ten znany w wielu odmianach posiada największe znaczenie użytkowe.

W jednej z odmian tego sposobu jako środowisko reakcji oraz substancję przenoszącą SO_3 stosuje się N,N-dwumetyloformamid lub związki pokrewne.

Inny znany sposób otrzymywania indygosoli polega na prowadzeniu reakcji w alkalicznym środowisku wodnym między zredukowanym barwnikiem kadziowym i połączeniem SO_3 z trzeciorzędową aminą aromatyczną, mającą stałą dysocjacji co najmniej 10^{-7} , jak na przykład N-etylomorfolina i inne.

W sposobie według wynalazku do przeprowadzenia leukozwiązku barwnika kadziowego w ester stosuje się przyrządzony oddzielnie produkt przyłączenia SO_3 do pirydyny lub jednego z jej homologów, posiadający wzór $\text{C}_5\text{H}_5\text{N} \cdot \text{S}_2\text{O}_6$, zwany „pirydyną-bis- SO_3 ”.

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest mgr inż. Jerzy Jaros.

Związek ten jest środkiem działającym znacznie skuteczniej aniżeli stosowane dotychczas mieszaniny estyfikujące, otrzymywane wprost w reakcji estyfikacji działaniem kwasu chlorosulfonowego lub SO_3 na pirydynę i inne aminy, będące środowiskiem reakcji estyfikacji.

Sposób według wynalazku pozwala na podniesienie wydajności procesu estyfikacji, zwłaszcza barwników ulegających z trudnością przemianie na leukoester znanymi dotąd metodami.

Przykład. Do roztworu 1 mola barwnika kadziowego Brunatu RRD w 40 molach bezwodnej pirydyny, zredukowanego uprzednio działaniem pyłu metalu (Fe , Cu i inne) i gazowego HCl , lub wodorem gazowym w obecności katalizatora, albo inną ze znanych metod wprowadza się w temperaturze $10-15^\circ\text{C}$., 2,5–3,0 moli związku „pirydyna-bis- SO_3 ”, otrzymanego z równocząsteczkowych ilości czystego i wysuszonego bezwodnika kwasu N-pirydyno-sulfonowego ($\text{C}_5\text{H}_5\text{N}.\text{SO}_3$) i świeżego ciekłego SO_3 przez ogrzanie w ciągu $1/2$ godziny do temperatury około 100°C .

Po dodaniu całej ilości reagenta „pirydyna-bis- SO_3 ”, temperaturę podnosi się w ciągu 3–4 godzin od 15° do $30-40^\circ\text{C}$ i utrzymuje się w tej temperaturze do zakończenia estyfikacji. Następnie masę reakcyjną przerabia się jednym ze zwykłych znanych sposobów, aż do wyodrębnienia soli półestru leukozwiązku barwnika kadziowego i nadania jej postaci produktu handlowego.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania półestrów kwasu siarkowego leukozwiązków barwników kadziowych (indygosoli) drogą estyfikacji, znamienny tym, że do estyfikowania leukozwiązku barwnika kadziowego stosuje się wytworzony oddzielnie z równocząsteczkowych ilości bezwodnika kwasu N-pirydyno-sulfonowego i SO_3 związek o wzorze $\text{C}_5\text{H}_5\text{N}.\text{S}_2\text{O}_3$, zwany „pirydyna-bis- SO_3 ”.

Instytut Przemysłu Organicznego