

8 czerwca 1932 r.

C09b 5/44

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 15986.

Kl. 22 ~~b~~

a, 5/44

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

Sposób wytwarzania niebieskich barwników kadziowych.

Patent dodatkowy do patentu Nr 13493.

Zgłoszono 25 stycznia 1930 r.

Udzielono 17 marca 1932 r.

Pierwszeństwo: 10 maja 1929 r. (Niemcy).

Najdłuższy czas trwania patentu do 7 kwietnia 1946 r.

W patencie Nr 13493 opisano sposób wytwarzania odpornej na działanie chloru *N*-dwyhydro-1.2.2'.1'-antrachinoazyny, polegający na tem, że nietrwałą na działanie chloru *N*-dwyhydro-1.2.2'.1'-antrachinoazynę poddaje się w roztworze kwasu siarkowego działaniu dwutlenku manganu lub podobnie działających środków utleniających, np. tlenków manganu, odpowiadających wyższemu stopniowi utleniania, niż *MnO*.

Stwierdzono obecnie, że również przy oddziaływaniu dwutlenku manganu lub podobnie działających środków utleniających

w roztworze kwasu siarkowego na chlorowco-pochodne *N*-dwyhydro-1.2.2'.1'-antrachinoazyny osiąga się znaczne polepszenie tych barwników pod względem czystości i odporności na działanie chloru. Przy otrzymywaniu tych barwników można często w pierw wytworzyć pochodne chlorowcowe, a następnie poddać je utlenianiu zapomocą wspomnianych środków utleniających w jednym procesie.

Przykład I. 2 części wagowe technicznej, nietrwałej na działanie chloru *N*-dwyhydro-1.2.2'.1'-antrachinoazyny rozpuszcza się w 20 częściach wag. kwasu siar-

kowego 66°Bé, wlewa 1 część wag. wody i dodaje powoli, dobrze mieszając, 0,3 części wag. nitrozy (roztwór kwasu nitrozylosiarkowego w kwasie siarkowym), z których 400 g odpowiada 47 g HNO_2 , poczem wprowadza się przy 50—60°C chlor tak długo, aż utworzy się monochloro-*N*-dwyhydro-1.2.2'.1'-antrachinonoazyna, przyczem podczas tej reakcji dodaje się ponownie nitrozę. Następnie usuwa się nadmiar chloru możliwie całkowicie zapomocą strumienia suchego powietrza, doprowadza około 0,5 części wag. wody, dodaje 1 część wag. drobno zmielonego naturalnego dwutlenku manganu, najkorzystniej zawieszonego w 5 częściach kwasu siarkowego 66°Bé i miesza się tak długo przy temperaturze 50—60°C, aż pobrana próba nie wykazuje dalszego polepszenia trwałości barwnika na działanie chloru. Barwnik, wydzielony częściowo w postaci siarczanu azyny, rozpuszcza się, np. przez dodanie 8 części 10% oleum, i wprowadza się kwaśny roztwór do lekko ogrzanej wody. W celu otrzymania barwnika jako hydroazyny można np. barwnik przed dodaniem jego roztworu w kwasie siarkowym do wody redukować zapomocą środków redukujących, jak np. surowego kwasu karbolowego. Otrzymany barwnik barwi bawełnę w czystych i trwalszych na działanie chloru odcieniach, niż produkt nie poddawany dodatkowej obróbce zapomocą dwutlenku manganu.

Przykład II. 10 części wagowych dwuchloro-*N*-dwyhydro-1.2.2'.1'-antrachinonoazyny rozpuszcza się w 100 częściach kwasu siarkowego 66°Bé, poczem do roztworu tego dodaje się kroplami powoli 5 części wody oraz 2 części dwutlenku manganu, najkorzystniej zawieszonego w 10 częściach kwasu siarkowego 66°Bé. Następnie mieszaninę tę miesza się około 5 godzin przy temperaturze 55—60°C, rozcieńcza 8 częściami 10% oleum i wprowadza do dużego nadmiaru wody o temperaturze 60°C. Otrzymany barwnik daje — po odsączeniu, wypłokaniu wodą i przerobieniu na ciasto — zabarwienia czystsze i trwalsze na działanie chloru, niż produkt użyty jako materiał wyjściowy.

Zastrzeżenie patentowe.

Odmiana sposobu według patentu Nr 13493, znamienna tem, że chlorowcopochodne *N*-dwyhydro-1.2.2'.1'-antrachinonoazyny poddaje się w roztworze kwasu siarkowego działaniu dwutlenku manganu lub podobnie działających środków utleniających, np. tlenków manganu, odpowiadających wyższemu stopniowi utleniania niż MnO .

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy.