

3 lutego 1930 r.

COTC 115/002



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIŚ PATENTOWY

Nr 11159.

Kl. 12 q 10.

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

Sposób wytwarzania trwałych związków dwuazowych.

Patent dodatkowy do patentu Nr 9687.

Zgłoszono 5 października 1927 r.

Udzielono 22 października 1929 r.

Najdłuższy czas trwania patentu do 24 listopada 1943 r.

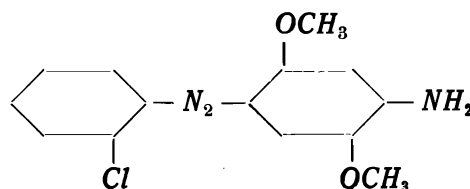
W patencie Nr 9687 opisany jest sposób wytwarzania stałych połączeń dwuazowych polegający na tem, że otrzymane z ciał *p*-aminoazowych, które nie zawierają grup sulfonowych lub karboksylowych, lecz w *o*-położeniu do aminogrupy zawierają grupę alkyloksylową, związki jednoduazowe oddziela się w stanie stałym jako chlorowce, siarczany, podwójne sole metalowe lub arylosiarczany.

Wynalazek niniejszy dotyczy kilku dalszych, dających się otrzymać związków dwuazowych, wytwarzanych według sposobu opisanego w patencie Nr 9687.

Przykład I. Otrzymany z *p*-aminoazoo - chlorobenzenu azo - 2 - amino - 1,4 - dwu-

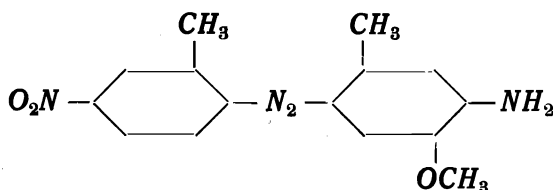
metoksybenzenu przez dwuazowanie z rozcieńczonym kwasem bromowodorowym roztwór bromku dwuazonowego wykwasza się zapomocą bromku potasowego. Oddzielony w ten sposób w postaci krystalicznej bromek dwuazowy filtruje się i suszy przy około 40°C.

2 - chlorobenzenu - azo - 4' - amino - 3',6'-dwumetyloksybenzen



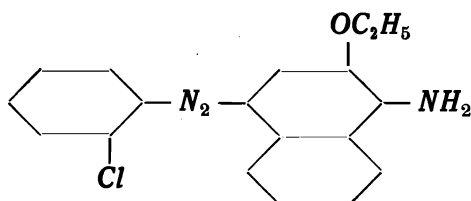
Przykład II. Otrzymany z aminoazo 6 : nitro - 3 - metylobenzenoazo - 3 - amino - 4 - metoksy - 1 - metylobenzenu przez dwuazowanie w rozcieńczonym kwasie solnym roztwór chlorodwuazonowy przerabia się tak jak w przykładzie I na stały chlorek dwuazonowy.

4 - nitro - 2 - metylobenzeno - azo - 4' - amino - 3' - metoksy - 6' - metylobenzen



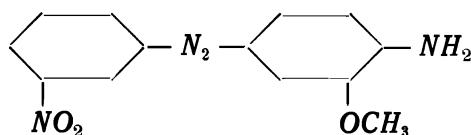
Przykład III. Otrzymany roztwór chloru dwuazowego, otrzymany przez połączenie dwuazowe o-chloroaniliny z 1-amino-2-etoksynaftalenem, przerabia się, tak jak w przykładzie I na stały chlorek dwuazonowy.

2 - chlorobenzeno - azo - 4' - amino - 3' - etoksynaftalen



W podobny sposób otrzymuje się również stały chlorek dwuazowy z p-aminoazowego: m-nitranilino-azoortoanizydyny.

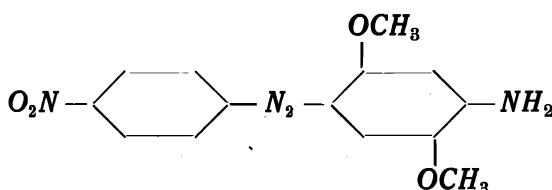
3 - nitrobenzeno - azo - 4' - amino - 3' - metoksybenzen.



Przykład IV. Otrzymany z 302 części p-aminoazowego p-nitrobenzeno-azo-2-amino-1,4-dwumetoksybenzenu roztwór chlor-

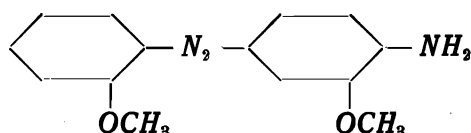
ku dwuazowego zadaje się 600 częściami 68% kwasu siarkowego, a potem do nasycenia siarczanem sodowym. Oddzielony w ten sposób roztwór chloru dwuazowego filtruje się i miesza na wilgotno z 400 częściami odwodnionego siarczanu sodowego i suszy.

4 - nitrobenzeno - azo - 4 - amino - 3'.6' - dwumetoksybenzen



Przykład V. Masa dwuazowa, otrzymana z 257 orto-amino-azoanizolu i 70 części azotynu sodowego i 2570 części 95% kwasu siarkowego, wlewa się do 10000 części wody lodowej, do której dodaje się 1600 części odwodnionego siarczanu sodowego. Oddzielający się przytem siarczan dwuazowy odfiltruje się i ostrożnie suszy.

2 - metoksybenzeno - azo - 4' - amino - 3' - metoksybenzen

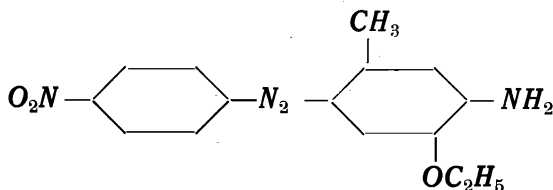


Przykład VI. Roztwór dwuazowy siarczanu, otrzymany z 300 części związku amino - azowego: p-nitrobenzeno-azo-3-amino-4-etoksy-1-metylobenzenu, 75 części azotynu sodowego i 6000 części 78%-owego kwasu siarkowego wlewa się do 900 części wody lodowej. Oddzielający się siarczan dwuazowy odfiltruje się, miesza jeszcze w stanie wilgotnym z 240 częściami częściowo odwodnionego siarczanu glinowego i 480 częściami odwodnionego siarczanu sodowego i suszy.

W ten sam sposób wytwarza się siarczan dwuazowy związku p-amino-azowe-

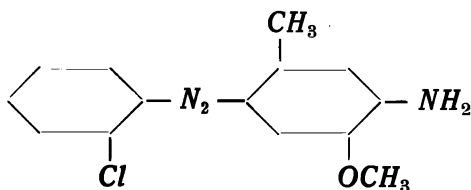
go: *o*-chlorobenzeno-azo-1-amino-2-etoksy-naftalenu.

4 - nitrobenzeno - azo - 4' - amino - 3' - etoksy-6'-metylobenzen



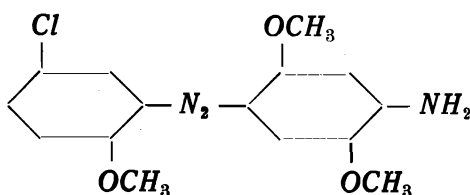
Przykład VII. Roztwór chlorku dwuazowego, otrzymany z 276 części *p*-amino - azo - *o* - chlorobenzeno - azo - 3 - amino-4-metoksy-1-metylobenzenu, strąca się 150 częściami czterochlorku cyny i trochę soli kuchennej. Oddzieloną podwójną sól dwuazową chlorku filtruje się i suszy.

2 - chlorobenzeno - azo - 4' - amino - 3' - metoksy-6'-metylobenzen



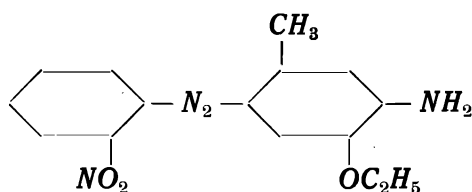
Przykład VIII. Roztwór dwuazowy chlorku, otrzymany z 322 części *p*-amino-azo - 5 - chloro - 2 - metoksybenzeno - azo-2-amino-1,4-dwumetoksybenzeny, zadaje się ciepłym stężonym roztworem 250 części *p*-chlorobenzenowego siarczany sodu. Oddzielony dwuazowy siarczan chlorobenzenowy filtruje się i suszy.

2 - metoksy - 5 - chlorobenzeno - azo - 4'-amino-3'6'-dwumetoksybenzen



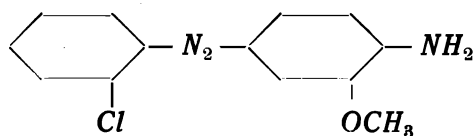
Przykład IX. Roztwór dwuazowy chlorku, otrzymany z 300 części *p*-amino-azo-*o*-nitrobenzeno - azo - 3 - amino - 4 - etoksy-1-metylobenzenu, zadaje się roztworem 250 części 2,7-naftaleno-dwusiarczany sodu. Wydzieloną sól dwuazową (dwaazo-2,7-naftaleno-dwusiarczan) filtruje się, suszy i nadaje mu się postać zwykłą w handlu zapomocą odpowiedniego środka rozcieńczającego.

2 - nitrobenzeno - azo - 4' - amino - 3' - etoksy-6'-metylobenzen



Przykład X. W odpowiedni sposób jak w przykładzie IX przerabia się 262 części *p*-amino-azo: *o*-chlorobenzeno-azo-anizydyny na stałą sól z 250 częściami 1,5-naftaleno-dwusiarczany sodu.

2 - chlorobenzeno - azo - 4' - amino - 3' - metoksybenzen



Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania trwałych związków dwuazowych według patentu Nr 9687, znamienny tem, że stosuje się następujące związki *p*-aminoazowe:

o - chlorobenzeno - azo - 2 - amino 1,4-dwumetoksybenzen,

6 - nitro - 3 - metylobenzeno - azo - 3 - amino-4-metoksy-1-metylobenzen,

o - chlorobenzeno - azo - 1 - amino - 2-etoksynaftalen,

p - nitrobenzeno - azo - 2 - amino - 1,4-
dwumetoksybenzen,
o-amino-azo-anizol,
p - nitrobenzeno - azo - 3 - amino - eto-
ksy-1-metylobenzen,
o - chlorobenzeno - azo - 3 - amino - 4-
metoksy-1-metylobenzen,
5 - chloro - 2 - metoksybenzeno - azo-
2-amino-1,4-dwumetoksybenzen,

o - nitrobenzeno - azo - 3 - amino - 4-
etoksy-1-metylobenzen,
o-chlorobenzeno-azo-o-anizydyna.

I. G. F a r b e n i n d u s t r i e
A k t i e n g e s e l l s c h a f t.
Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy.