

25 października 1928 r.

URZĄD PATENTOWY



096 29/20

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIŚ PATENTOWY

Nr 8823.

Kl. 22 a ~~22~~ 29/20

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

Sposób otrzymywania barwników azowych.

Zgłoszono 2 lipca 1927 r.

Udzielono 26 kwietnia 1928 r.

Pierwszeństwo: 9 lipca 1926 r. dla zastrz. 1; 5 sierpnia 1926 r. dla zastrz. 2 (Niemcy).

Z amin aromatycznych, które jako dwuazoskładnik dają zapomocą sprzęgania z aryloamidem kwasu 2-oksynaftaleno-3-karbonowego lub jako aryloamidokładnik dają zapomocą sprzęgania z dwuazozwiązkami trwałe barwniki azowe, wyróżniają się szczególnie dobrymi własnościami niektóre aminy jak np. chlorowco-o-toluidyna.

Obecnie wykryto, że również niektóre chlorowco-ksylidyny dają barwniki o szczególnie dobrych własnościach, a mianowicie 1.3-dwumetylo-4-amino-6-chlorowcobenzeny i 1.3-dwumetylo-4-amino-2.6-dwuchlorowco benzeny.

Dalej wykryto, że również i zasady, zawierające w położeniu 6 zamiast chlorow-

ca atom wodoru lub grupę alkylową dają również barwniki szczególnie trwałe.

Zasady dwuchlorowcowe nie były dotychczas znane. Można je otrzymać np. zapomocą chlorowania asymetrycznej *m*-ksylidyny w kwasie siarkowym. Należy przyjąć, że oba atomy chlorowcowe w danym wypadku zajmują położenie 2 i 6.

Barwniki otrzymane z zasad i aryloamidów kwasu 2-oksynaftaleno-3-karbonowego można otrzymać w sposób zwykły bądź na włóknie, bądź jako takie, bądź też w postaci substratu.

Zasady rzeczzone przy otrzymywaniu barwników azowych na włóknach, w sposób opisany np. w patencie Nr 1734, dają barwniki azowe bardzo trwałe.

Barwniki te są odporne szczególnie na działanie chloru, światła i na gotowanie w ługu.

I tak np. dwuazowizki, otrzymane zapomocą sprzęgania 1,3-dwumetylo-4-amino-6-chlorobenzenu z 5-chloro-2-metoksy-1-anilidem lub 4-chloro-2-metylo-1-anilidem kwasu 2-oksynaftaleno-3-karbonowego dają żywe, czyste lub żółtawe odcienie czerwone, bardzo odporne na gotowanie w ługu.

Barwniki otrzymane z 1,3-dwumetylo-4-amino-6-bromobenzenu i odpowiedniego aryamidu są podobne do barwników otrzymanych z chloro pochodnych.

Związek dwuazowy 1,3 - dwumetylo-4-amino-2,6-dwuchlorobenzenu daje np. po sprzęgnięciu go na włóknie z o-toluidynem lub 5-chloro-2-metylo-1-anilidem kwasu 2-oksynaftaleno-3-karbonowego czerwien, 4-chloro-2-metylo-1-anilidem - szkarłat, z β -naftyloamidem żółtawy, bordo i t. d. Wszystkie te zabarwienia są bardzo odporne na gotowanie w ługu.

Przykład I. Włókna bawełniane obrabia się w sposób znany następującą zaprawą: 10 części wagowych 4'-chloro-2'-metylo-1'-anilidu kwasu 2 - oksynaftaleno - 3-karbonowego, 2 cz. obj. 50% oleju tureckiego, 20 cz. obj. ługu sodowego o 34° Bé, 500 cz. wody gorącej dopełnia się wodą do 1000 cz. obj. Wywołuje się następującym roztworem dwuazowym: 3,8 cz. wag. chlorowodorku 1,3-dwumetylo-4-amino-6-chlorobenzenu dwuazuje się w 5,2 cz. obj. kwasu solnego i 1,44 cz. wag. azotynu sodowego, rozpuszczonego w wodzie. Po uskuteczniom dwuazowaniu odczyn kwaśny na kongo zobojętnia się 4 cz. wag. rozpuszczonego octanu sodowego.

Po wypraniu i wygotowaniu otrzymuje się zabarwienie średnio czerwone, bardzo odporne.

Przykład II. Włókna bawełniane zaprawia się w sposób zwykły następującą zaprawą: 12 cz. wag. 2'-metylo-4'-chloro-

1'-anilidu kwasu oksynaftaleno-3-karbonowego, 36 cz. obj. ługu sodowego o 34° Bé i 24 cz. obj. 50%-ej mieszaniny ługu sodowego z olejem tureckim 500 cz. wody gorącej dopełnia się wodą do 100 części objętościowych.

Następnie wywołuje się następującym roztworem dwuazowym: 3,1 cz. wag. 1,3-dwumetylo-4-amino-2-chlorobenzenu zabiera się 5,2 cz. obj. kwasu solnego o 22° Bé i lodową wodą, poczem mieszaninę tę zadaje się 1,44 cz. wag. azotynu sodowego rozpuszczonego w wodzie. Po uskuteczniom dwuazowaniu mieszaninę reakcyjną dopełnia się wodą do 1000 cz. obj. i odczyn kwaśny na kongo zobojętnia octanem sodowym. Po wypraniu i wygotowaniu w mydle otrzymuje się niebieskawą czerwień, bardzo odporną na działanie ługu i chloru. 1,3-dwumetylo-4-amino-2-chlorobenzen można otrzymać podobnie jak i odnośny związek bromowy, który można otrzymać według przepisu Nölting'a, Braun'a i Thesmar'a (Ber. d. D, Chem. Ges. tom 34, str. 2254).

Przykład III. Włókna bawełniane nasyca się jak zwykle następującym roztworem zaprawowym: 10 cz. wag. α -naftalidu kwasu 2-oksynaftaleno-3-karbonowego, 20 cz. obj. 100% oleju tureckiego i 30 cz. obj. ługu sodowego 34° Bé rozpuszcza się w 500 cz. wody wrzącej i roztwór dopełnia wodą do 1000 cz. obj. Wywołuje się zapomocą następującego roztworu dwuazowego: 4,5 cz. wag. chlorowodorku 1,3-dwumetylo - 4 - amino - 6 - dwuchlorobenzenu dwuazuje się na zimno 6 cz. obj. kwasu solnego o 22° Bé i 1,44 cz. wag. rozpuszczonego azotynu sodowego.

Roztwór dwuazowy zadaje się 2,5 cz. wag. rozpuszczonego węglanu sodowego i 4 cz. wag. rozpuszczonego octanu sodowego aż do zniknięcia odczynu kwaśnego na kongo. Po wypraniu i wygotowaniu w mydle otrzymuje się bardzo odporną niebieskawą czerwień.

Przykład IV. Skoro 1,3-dwumetylo-4-amino-2-chlorobenzen w przykładzie II zastąpić 3,4 cz. wag. 1 - 3,6 - trójmetylo-4-amino-2-chlorobenzenem, natenczas otrzymuje się również czerwień niebieskawą, odporną na działanie ługu i chloru.

1,3 - 6-trójmetylo-4-amino-2-chlorobenzen można otrzymać i zapomocą chlorowania 1-3-6-trójmetylo-4-amino benzenu w kwasie siarkowym. Po przekrystalizowaniu go z eteru naftowego posiada on punkt topliwości 66—67°.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania barwników azowych, znamienny tem, że azo - związki

1,3-dwumetylo-4-amino - 6 - chlorowcobenzenu lub 1,3 - dwumetylo - 4 - amino - 2 - 6-dwu chlorowcobenzenu sprzęga się z aryloamidami kwasu 2-oksynaftaleno-3-karbonowego.

2. Odmiana sposobu według zastrz. 1, znamienna tem, że azo-związki 1,3-dwumetylo-4-amino-2-chlorowcobenzenu lub 1,3-dwumetylo-6-alkylo-4-amino -2-chlorowcobenzenu sprzęga się aryloamidami kwasu 2-oksynaftaleno-3-karbonowego.

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: K. Czempński,
rzecznik patentowy.