

URZĄD PATENTOWY

w WARSZAWIE

OPIIS PATENTOWY

Nr 31918

Kl. 22 a, 1

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt n. M.

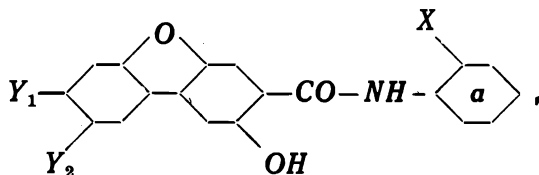
Sposób wytwarzania nierozpuszczalnych w wodzie barwników azowych

Zgłoszono 1 lipca 1939

Udzielono 12 czerwca 1943

Pierwszeństwo: 5 lipca 1938 dla zastrz. 1; 27 maja 1939 dla
zastrz. 2; 1 czerwca 1939 dla zastrz. 3; 3 czerwca 1939 dla
zastrz. 4 (Niemcy)

Stwierdzono, że otrzymuje się cenne nierozpuszczalne w wodzie barwniki azowe sprzęgając w postaci substancji lub na podłożu dowolne związki dwuazowe z tlenkiem 2-karboksyanilido-3-oksydwufenylenu o ogólnym wzorze



w którym Y_1 oznacza wodór, grupę metylową albo metoksygrupę,
 Y_2 wodór lub grupę metylową,
przy czym zawsze jeden z

tych podstawników (Y_1 albo Y_2) oznacza wodór, a

X oznacza grupę alkylową lub alkoksygrupę albo atom chloru i w którym reszta fenylo-
wa a może zawierać dalsze podstawniki, (z korzyścią) alkoksygrupę albo atomy chlorowcowe,

oba zaś składniki barwnika nie powinny zawierać grup czyniących go rozpuszczalnym w wodzie, np. grup sulfonowych lub karboksylowych.

Wytwarzając barwniki azowe, otrzymywane według wynalazku niniejszego, na włóknie otrzymuje się zabarwienia o bru-

natnym, khaki i oliwkowym odcieniu o bardzo dobrych właściwościach odpornościowych, zwłaszcza o bardzo dobrej odporności na działanie światła. W porównaniu z barwnikami azowymi, otrzymywanymi według patentu niemieckiego nr 594326, wykazują barwniki według wynalazku niniejszego znaczne przesunięcie odcienia. Ponadto odznaczają się zabarwieniem, otrzymywane za pomocą barwników według wynalazku niniejszego, w porównaniu z zabarwieniami znanymi tym, że zmieniają przy traktowaniu wrzącymi roztworami mydła swój odcień w mniejszym stopniu i wykazują lepszą odporność na tarcie. Nie można było przewidzieć, że osiągnie się takie skutki przez wprowadzenie grupy metylowej albo metoksygrupy w położenie 7 względnie grupy metylowej w położenie 6 tlenku 2-karboksyarylido-3-oksydwufenylenu.

Sposób według wynalazku niniejszego umożliwia zwłaszcza otrzymywanie khaki zabarwień o takiej odporności, jakiej dotychczas nie można było osiągnąć za pomocą barwników lodowych; sposób niniejszy stanowi więc wartościowy postęp techniczny.

Tlenek 2-karboksyanilido-7-metylo-3-oksydwufenylenu, stosowany jako substancja wyjściowa, można otrzymywać w ten sposób, że tlenek 7-metylo-3-oksydwufenylenu, który można otrzymać według patentu nr 25957, przeprowadza się według sposobów znanych w tlenek 7-metylo-2-karboksy-3-oksydwufenylenu o punkcie topnienia 293° — 294°C , a związek ten kondensuje się w sposób znany z odpowiednimi aminami szeregu benzenowego. W sposób podobny można otrzymywać tlenek 7-metoksy- względnie 6-metylo-2-karboksyanilido-3-oksydwufenylenu z opisanego w patencie nr 25957 tlenku 7-metoksy- względnie 6-metylo-3-oksydwufenylenu poprzez tlenek 7-metoksy-2-karboksy-3-oksydwufenylenu o punkcie

topnienia 286°C względnie poprzez tlenek 6-metylo-2-karboksy-3-oksydwufenylenu o punkcie topnienia 282° — 283°C .

Przykład I. 1 część wagową tlenku 2' - (2-metylo-4-metoksyfenyloaminokarboylu) - 7'-metylo-3'-oksydwufenylenu o punkcie topnienia 254° — 255°C rozpuszcza się w 4 częściach objętościowych alkoholu, 0,47 części objętościowych ługu sodowego o 34° Bé i 6 częściach objętościowych wody i dopełnia otrzymany roztwór wodą, do której dodano 18,3 części objętościowych ługu sodowego o 34° Bé i zwykle stosowanych koloidów ochronnych, do 1000 części objętościowych. Tak otrzymanym roztworem zaprawowym traktuje się w ciągu $\frac{1}{2}$ godziny 50 części wagowych przędzy bawełnianej, wyżyma i wywołuje w ciągu $\frac{1}{2}$ godziny w roztworze dwuazowym, otrzymanym w sposób zwykły z 2 części wagowych 1-amino-2-metylo-4-chlorobenzenu i dopełnionym wodą do 1000 części objętościowych. Następnie płucze się, namydla i suszy. Otrzymuje się zabarwienie o khaki odcieniu, wykazujące bardzo dobrą odporność przy traktowaniu na mokro, bardzo dobrą odporność na tarcie i wysmienitą odporność na działanie światła.

Przykład II. 36 części wagowych tlenku 2' - (2-metylo-4-metoksyfenyloaminokarboylu) - 7'-metylo-3'-oksydwufenylenu rozpuszcza się w wodzie z dodatkiem ługu sodowego. Po dodaniu octanu sodowego zadaje się otrzymany roztwór roztworem dwuazowym, otrzymanym z 14,1 części wagowych 1-amino-2-metylo-4-chlorobenzenu. Wytworzony żółto-brunatny barwnik odsacza się pod ciśnieniem, przemycza i suszy. Wytwarzając barwnik ten w sposób zwykły, najlepiej w postaci pasty, otrzymuje się na podłożu żółto-brunatną lękę o dobrych właściwościach.

Przykład III. 1 część wagową tlenku 2' - (2-chloro-4-metoksyfenyloaminokarboylu) - 7'-metylo-3'-oksydwufenylenu o punk-

cie topnienia 262°—263°C rozpuszcza się w 4 częściach objętościowych alkoholu, 0,4 części objętościowych ługu potasowego o 50° Bé i 6 częściach wagowych wody, a otrzymany roztwór dopełnia się wodą, którą zadano przedtem 18 częściami objętościowymi ługu sodowego o 34° Bé i zwykle stosowanymi koloidami ochronnymi, do 1000 części objętościowych. Tak otrzymaną kąpielą zaprawową traktuje się 50 części wagowych przędzy bawełnianej w ciągu 1/2 godziny, wyżyma i wywołuje w ciągu 1/2 godziny w roztworze dwuazowym, otrzymanym

w sposób zwykły z 2 części wagowych 1-amino-2-metylo-3-chlorobenzenu i dopełnionym wodą do 1000 części objętościowych. Następnie płucze się, namydla i suszy. Otrzymuje się zabarwienie o odcieniu zielonawego khaki, wykazujące bardzo dobrą odporność przy traktowaniu na mokro, bardzo dobrą odporność na tarcie oraz wysmienitą odporność na działanie światła.

W następującej tabeli podano szereg innych barwników azowych, które można otrzymać według wynalazku niniejszego i które wykazują podobne właściwości.

składnik dwuazowy	składnik sprzęgania	odcień zabarwienia
1. 1-amino-2-metoksy-5-nitrobenzen	tlenek 2' - (2-metylo-4-metoksyfenyloaminokarboylo) - 7'-metylo-3'-oksydwufenylenu	ciemnobrunatny z oliwkowatym odcieniem
2. 1-amino-2-metoksy-5-chlorobenzen	" "	ciemnobrunatny
3. 1-amino-2-metylo-3-chlorobenzen	" "	zielonkawobrunatny
4. 1-amino-2-metylo-5-chlorobenzen	" "	" "
5. eter 2-amino-4,4'-dwuchlorodwufenylowy	" "	brunatny
6. 1-amino-3-chlorobenzen	" "	oliwkowobrunatny
7. 1-amino-2-chloro-5-tróji fluorometylobenzen	" "	khaki
8. 1-amino-2-metylo-4-chlorobenzen	tlenek 2' - (2,5-dwumetoksyfenyloaminokarboylo) - 7'-metylo-3'-oksydwufenylenu o punkcie topnienia 230°—231°C	żółtawobrunatny
9. 1-amino-2-metoksy-5-chlorobenzen	" "	zielonkawobrunatny
10. 1-amino-2-nitrobenzen	" "	oliwkowy
11. 1-amino-4-nitrobenzen	" "	"
12. 1-amino-2,5-dwuchlorobenzen	tlenek 2' - (2-metoksyfenyloaminokarboylo) - 7'-metylo-3'-oksydwufenylenu o punkcie topnienia 247°—249°C	khaki
13. 1-amino-2-metylo-5-nitrobenzen	" "	"
14. 1-amino-2-chlorobenzen	tlenek 2' - (2-metylofenyloaminokarboylo) - 7'-metylo-3'-oksydwufenylenu o punkcie topnienia 268°—269°C	oliwkowobrunatny
15. 1-amino-2,4-dwumetylo-5-benzoyloaminobenzen	" "	khaki
16. 1-amino-2-metylo-3-chlorobenzen	" "	zielonkawokhaki

składnik dwuazowy	składnik sprzęgania	odcień zabarwienia
17. 1-amino-3-chlorobenzen	tlenek 2' - (2-chloro-4-metoksyfenyloaminokarboylo) - 7'-metylo-3'-oksydwufenylenu	zielonkawokhaki
18. 1-amino-3,5-bis(6)fluorometylobenzen	" "	oliwkowobrunatny
19. 1-amino-2-metylo-4-chlorobenzen	" "	khaki
20. 1-amino-2-metoksy-5-chlorobenzen	tlenek 2' - (2-chloro-5-metoksyfenyloaminokarboylo) - 7'-metylo-3'-oksydwufenylenu o punkcie topnienia 233°—235°C	ciemnobrunatny
21. 1-amino-2-metylo-3-chlorobenzen	" "	khaki
22. 1-amino-2-metoksy-5-chlorobenzen	tlenek 2' - (2,5-dwumetoksyfenyloaminokarboylo) - 6'-metylo-3'-oksydwufenylenu o punkcie topnienia 160°—161°C	ciemnobrunatny
23. 1-amino-2,5-dwuchlorobenzen	" "	brunatny
24. 1-amino-2-chloro-4-benzoyloamino-5-metoksybenzen	" "	czerwonawobrunatny
25. 1-amino-2-metylo-3-chlorobenzen	tlenek 2' - (2,5-dwumetoksyfenyloaminokarboylo) - 6'-metylo-3'-oksydwufenylenu o punkcie topnienia 160°—161°C	brunatny
26. 1-amino-2-metylo-4-chlorobenzen	" "	brunatny
27. 1-amino-2-metylo-4-chlorobenzen	tlenek 2' - (2-metylo-4-metoksyfenyloaminokarboylo) - 6'-metylo-3'-oksydwufenylenu o punkcie topnienia 226°—228°C	brunatny
28. 1-amino-2-metoksy-5-chlorobenzen	" "	ciemnobrunatny
29. 1-amino-2,5-dwuchlorobenzen	" "	zielonkawobrunatny
30. 1-amino-2-chlorobenzen	" "	oliwkowobrunatny
31. 1-amino-2-chloro-4-benzoyloamino-5-metoksybenzen	" "	brunatny
32. 1-amino-2-metylo-5-chlorobenzen	" "	"
33. 1-amino-2-metylo-3-chlorobenzen	" "	"
34. 1-amino-2,5-dwuchlorobenzen	tlenek 2' - (2-metoksyfenyloamino-karboylo) - 6'-metylo-3'-oksydwufenylenu o punkcie topnienia 198°—199°C	brunatny
35. 1-amino-2-metylo-4-chlorobenzen	" "	"
36. 1-amino-2-metoksy-5-chlorobenzen	" "	ciemnobrunatny
37. 1-amino-2-chloro-4-benzoyloamino-5-metoksybenzen	" "	czerwonawobrunatny

składnik dwuazowy	składnik sprzęgania	odcień zabarwienia
38. 1-amino-2,5-dwuchloro-benzen	tlenek 2' - (2,5-dwumetoksy-4-chlorofenyloaminokarboylo) - 6'-metylo-3'-oksydwufenylenu o punkcie topnienia 234 ^o —236 ^o C	brunatny
39. 1-amino-2-metoksy-5-chloro-benzen	" "	ciemnobrunatny
40. 1-amino-2-metylo-3-chloro-benzen	" "	brunatny
41. 1-amino-2-metylo-4-chloro-benzen	tlenek 2' - (2-chloro-4-metoksyfenyloaminokarboylo) - 6'-metylo-3'-oksydwufenylenu o punkcie topnienia 225 ^o —227 ^o C	żółtawobrunatny
42. 1-amino-2-metoksy-5-chloro-benzen	" "	czerwonobrunatny
43. 1-amino-2,5-dwuchlorobenzen	" "	żółtawobrunatny
44. 1-amino-2-metylo-4-chloro-benzen	tlenek 2' - (2-chloro-5-metoksyfenyloaminokarboylo) - 6'-metylo-3'-oksydwufenylenu o punkcie topnienia 215 ^o —217 ^o C	" "
45. 1-amino-2-metoksy-5-chloro-benzen	" "	czerwonobrunatny
46. 1-amino-3-chlorobenzen	" "	khaki z żółtym odcieniem
47. 1-amino-2-metylo-4-chloro-benzen	tlenek 2' - (2-metoksy-4-chlorofenyloaminokarboylo) - 6'-metylo-3'-oksydwufenylenu o punkcie topnienia 234 ^o —235 ^o C	khaki
48. 1-amino-2,5-dwuchlorobenzen	tlenek 2' - (2-metoksy-4-chlorofenyloaminokarboylo) - 6'-metylo-3'-oksydwufenylenu o punkcie topnienia 234 ^o —235 ^o C	"
49. 1-amino-2-chlorobenzen	" "	khaki z żółtym odcieniem
50. 1-amino-2-metylo-5-chloro-benzen	" "	khaki
51. 1-amino-2-metylo-3-chloro-benzen	" "	"
52. 1-amino-2-chloro-5-tróji fluoro-metylobenzen	" "	"
53. 1-amino-2-metylo-5-nitrobenzen	" "	"
54. 1-amino-2-metylo-5-chloro-benzen	tlenek 2' - (2,5-dwumetoksyfenyloaminokarboylo) - 7'-metoksy-3'-oksydwufenylenu o punkcie topnienia 234 ^o —236 ^o C	brunatny
55. 1-amino-2-metoksy-5-chloro-benzen	" "	ciemnobrunatny
56. 1-amino-2-metylo-3-chloro-benzen	" "	brunatny
57. 1-amino-2-metylo-5-nitro-benzen	" "	"
58. 1-amino-2-metylo-4-chloro-benzen	tlenek 2' - (2-metylo-4-metoksyfenyloaminokarboylo) - 7'-metoksy-3'-oksydwufenylenu o punkcie topnienia 250 ^o —251 ^o C	"

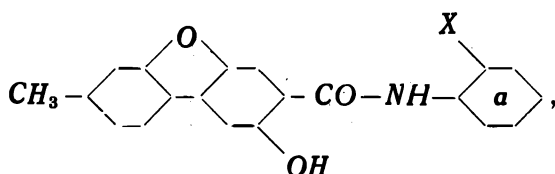
składnik dwuazowy	składnik sprzęgania	odcień zabarwienia
59. 1-amino-2-metoksy-5-chloro-benzen	tlenek 2' - (2-metylo-4-metoksyfenyloaminokarboylo) - 7'-metoksy-3'-oksydwufenylenu o punkcie topnienia 250°—251°C	ciemnobrunatny
60. 1-amino-2,5-dwuchlorobenzen	" "	brunatny
61. 1-amino-4-nitrobenzen	" "	"
62. 1-amino-2-metylo-3-chloro-benzen	" "	"
63. 1-amino-2-chloro-4-benzoylo-amino-5-metoksybenzen	" "	czerwonawobrunatny
64. 1-amino-2-metylo-5-nitrobenzen	" "	brunatny
65. 1-amino-2-metylo-4-chloro-benzen	" "	"
66. 1-amino-2-metoksy-5-nitrobenzen	" "	"
67. 1-amino-2-metylo-4-chloro-benzen	tlenek 2' - (2,5-dwumetoksy-4-chlorofenyloaminokarboylo) - 7'-metoksy-3'-oksydwufenylenu o punkcie topnienia 273°—274°C	"
68. 1-amino-2-metoksy-5-chloro-benzen	" "	ciemnobrunatny
69. 1-amino-2,5-dwuchlorobenzen	" "	brunatny
70. 1-amino-2-metylo-3-chloro-benzen	" "	"
71. 1-amino-2,5-dwuchlorobenzen	tlenek 2' - (2-metylofenyloaminokarboylo) - 7'-metoksy-3'-oksydwufenylenu o punkcie topnienia 267°C	"
72. 1-amino-2-metoksy-5-chloro-benzen	" "	czerwonobrunatny
73. 1-amino-2,5-dwuchlorobenzen	tlenek 2' - (2-metoksyfenyloaminokarboylo) - 7'-metoksy-3'-oksydwufenylenu o punkcie topnienia 232°—233°C	brunatny
74. 1-amino-2-metylo-3-chloro-benzen	" "	"
75. 1-amino-2-metylo-4-chloro-benzen	" "	"
76. 1-amino-2-metoksy-5-chloro-benzen	" "	ciemnobrunatny
77. 1-amino-2-chloro-4-benzoylo-amino-5-metoksybenzen	" "	czerwonawobrunatny
78. 1-amino-2-metylo-4-chloro-benzen	tlenek 2' - (2-metoksy-4-chlorofenyloaminokarboylo) - 7'-metoksy-3'-oksydwufenylenu o punkcie topnienia 273°C	brunatny
79. 1-amino-2-metoksy-5-chloro-benzen	" "	ciemnobrunatny
80. 1-amino-2,5-dwuchlorobenzen	" "	brunatny
81. 1-amino-2-metylo-3-chloro-benzen	" "	"

składnik dwuazowy	składnik sprzęgania	odcień zabarwienia
82. 1-amino-2-metylo-4-chloro-benzen	tlenek 2' - (2-chloro-4-metoksyfenylo-aminokarbonylo) - 7'-metoksy-3'-oksydwufenylenu o punkcie topnienia 252°—253°C	brunatny
83. 1-amino-2-metoksy-5-chloro-benzen	" "	brunatny z fioletowym odcieniem
84. 1-amino-2-metylo-3-chloro-benzen	" "	brunatny

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania nierozpuszczalnych w wodzie barwników azowych, znamienny tym, że sprzęga się w postaci sub-

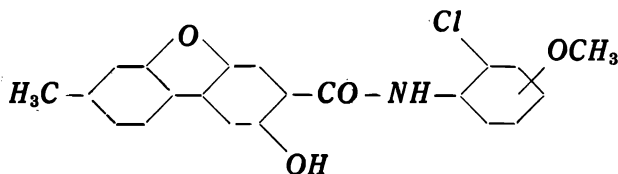
stancji lub na podłożu dowolne związki dwuazowe z tlenkiem 2-karboksyanilido-7-metylo-3-oksydwufenylenu o wzorze ogólnym



w którym litera *X* oznacza grupę alkylową lub alkoksygrupę i w którym reszta fenyłowa *a* zawierać może dalsze podstawniki, z korzyścią alkoksygrupy albo atomy chlorowcowe, przy czym oba składniki barwnika nie powinny zawierać grup czy-

niących go rozpuszczalnym w wodzie.

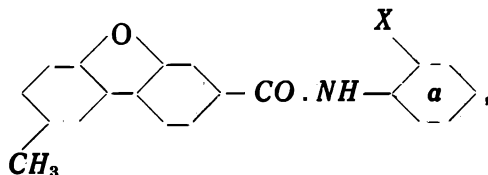
2. Odmiana sposobu według zastrz. 1, znamienna tym, że sprzęga się w postaci substancji lub na podłożu dowolne związki dwuazowe z tlenkiem 2-karboksyanilido-7-metylo-3-oksydwufenylem o wzorze



przy czym składniki dwuazowe nie powinny zawierać grup powodujących rozpuszczalność w wodzie.

3. Odmiana sposobu według zastrz. 1—2, znamienna tym, że sprzęga się tu

w postaci substancji lub na podłożu dowolne składniki dwuazowe z tlenkiem 2-karboksyanilido-6-metylo-3-oksydwufenylenu o wzorze ogólnym



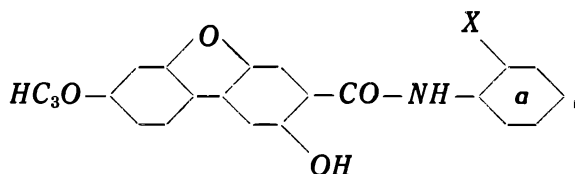
w którym litera *X* oznacza grupę alkylową lub alkoksygrupę albo atom chloru i w którym reszta fenyłowa *a* zawierać może

dalsze podstawniki, z korzyścią alkoksygrupy albo atomy chlorowcowe, przy czym oba składniki barwnika nie powinny za-

wierać grup czyniących go rozpuszczalnym w wodzie.

4. Odmiana sposobu według zastrz. 1—3, znamienna tym, że sprzęga się

w postaci substancji lub na podłożu dowolne związki dwuazowe z tlenkiem 2-karboksyanilido-7-metoksy-3-oksydwufenylenu do wzorze ogólnym



w którym litera *X* oznacza grupę alkylo-
wą lub alkoksygrupę albo atom chloru
i w którym reszta fenyłowa *a* zawierać
może dalsze podstawniki, z korzyścią al-
koksygrupy albo atomy chlorowcowe,
przy czym oba składniki barwnika nie

powinny zawierać grup czyniących go roz-
puszczalnym w wodzie.

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: M. Skrzypkowski
rzecznik patentowy