

5 grudnia 1929 r.

C 09 b 3/66

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIŚ PATENTOWY

Nr 10899.

Leopold Cassella & Co G. m. b. H.
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Kl. 22 ~~b~~

a, 3/66

Sposób otrzymywania żółto-pomarańczowych barwników kadziowych.

Patent dodatkowy do patentu Nr 7450.

Zgłoszono 10 sierpnia 1928 r.

Udzielono 12 sierpnia 1929 r.

Pierwszeństwo: 11 sierpnia 1927 r. (Niemcy).

Najdłuższy czas trwania patentu do 27 kwietnia 1942 r.

W patencie Nr 7450 opisano sposób otrzymywania barwników kadziowych koloru pomarańczowego, działając chlorowcami (chlorem lub bromem) na antantron w łagodnych warunkach.

Obecnie stwierdzono, że otrzymuje się technicznie łatwo chlorowane pochodne antantronu w stanie czystym, jeżeli traktować chlorem antantronu, rozpuszczony w kwasie siarkowym o średniej zawartości wody (celowo stosuje się kwas o 85—95%).

Chlorowanie zachodzi bardzo gładko. Dalsza korzyść tego sposobu polega na tem, że czysty barwnik tworzy krystaliczny siaraczan, prawie nierozpuszczalny w użytym kwasie siarkowym, wydzielając się na zim-

no, gdy substancje uboczne rozpuszczają się w pozostałym kwasie siarkowym.

Sposób ten można z korzyścią złączyć z samem wytworzeniem antantronu. W takim przypadku przeprowadza się kondensację kwasu 1,1-dwunaftylo-8,8-dwukarbonowego w kwasie siarkowym i chloruje się wytworzony antantron, nie wydzielając go, jak podano powyżej, dodając do roztworu wody, aż do utworzenia się kwasu siarkowego o mniej więcej 85 do 95%.

Przykład I. 1 część antantronu rozpuszcza się w 10 cz. stężonego kwasu siarkowego i dodaje tyle wody, aż powstaje kwas siarkowy 90%. Potem dodaje się odpowiedni przenośnik (katalizator) chlorowca jak

jod, żelazo, chlorek żelazowy, siarczan żelazowy i t. d. i wprowadza, dobrze mieszając, przy 45 do 50° tak długo chlor, aż przesącz oziębionej próbki nie zawiera więcej materiału wyjściowego. Potem oziębia się i wyodrębnia wydzielony produkt jako kryształki o barwie czarno-fioletkowej w zwykły sposób, np. sącąc lub wirując. Osad przemycza się 85% kwasem siarkowym aż przesącz staje się bezbarwnym, potem wkłada go się do wody, celem usunięcia kwasu siarkowego, wymywa kwas i suszy. Otrzymuje się proszek o barwie pomarańczowej, rozpuszczający się w kwasie siarkowym barwą zieloną i barwiący włókno roślinne z fioletowej hydrosiarczynowej kadzi po wywieszeniu lub wymydleniu na kolor jaskrawo żółto-pomarańczowy.

By skombinować otrzymywanie samego antantronu z tem sposobem, postępuje się następująco:

Przykład II. 1 część kwasu 1,1-dwunaftylo-8,8'-dwukarbonowego (otrzymanego podług patentu niemieckiego Nr 445 390) wprowadza się do 9 części kwasu siarkowego jednowodzianu i pozostawia masę reagującą na pewien czas. Przytem powstaje antantron w roztworze o zielonej barwie. Do tego roztworu dolewa się powoli tyle wody, aż powstaje 90% kwas siarkowy. Dal-

sze traktowanie chlorem, oraz przeróbka następuje, jak opisano w przykładzie I. Tak otrzymany barwnik jest praktycznie identyczny z produktem, wytworzonym według przykładu I.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Odmiana sposobu według patentu Nr 7450, znamienna tem, że przeprowadza się chlorowanie antantronu w kwasie siarkowym o średniej zawartości wody, celowo w mniej więcej 85 — 95% w kwasie siarkowym.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że dla otrzymania antantronu wykonuje się kondensację kwasu 1,1-dwunaftylo-8,8'-dwukarbonowego w kwasie siarkowym, rozcieńcza roztwór wodą, by wydzielić antantron aż powstaje 85—95% kwas siarkowy i działa na ten roztwór chlorem.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tem, że wydzielony siarczan chlorowanego antantronu wyodrębnia się z pokryształicznego kwasu siarkowego w zwykły sposób.

Leopold Cassella & Co G. m. b. H.
Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy.