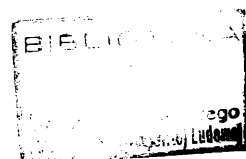


4 sierpnia 1925 r.

2

URZĄD PATENTOWY



C09 b 1/00

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 1762.

Badische Anilin — & Soda - Fabrik.
(Ludwigshafen, Niemcy).

Kl. 22 ~~b~~

a, 1/00

Sposób otrzymywania niebieskiego barwnika kadziowego szeregu antracenowego.

Zgłoszono 27 lipca 1922 r.

Udzielono 11 marca 1925 r.

Pierwszeństwo: 4 sierpnia 1921 r. (Niemcy).

Wiadomo, że stapiając β -aminoantrachinon z potasem kaustycznym lub ługiem potasowo-sodowym, otrzymuje się niebieski barwnik kadziowy, którego własności można niekiedy podnieść, obrabiając go alkalicznym środkiem redukującym, jak np. hydrosiarczynem. Wybarwienia, otrzymane zapomocą barwnika nieobrobionego lub obrobionego i poddane w ciągu kwadransa działaniu roztworu podchlorynu o temperaturze 20°, którego stężenie odpowiada $\frac{1}{4}$ — $\frac{1}{2}$ % chloru czynnego, zielenieją. Ponadto wiadomo, że barwnik wspomniany można działaniem środka, wydzielającego chlorowiec, przeprowadzić w barwnik niebieski, zawierający chlorowiec,

który od produktu wyjściowego różni się większą odpornością na działanie chloru.

Obecnie wykryto, że można otrzymać barwnik niebieski, zawierający chlorowiec, wyróżniający się od barwników pozbawionych chlorowca przede wszystkim większą odpornością na działanie chloru, a ponadto niezwykłą jasnością odcieni, skoro sposób znany otrzymywania barwnika niebieskiego indantrenowego przeprowadzić w warunkach szczególnych, opisanych poniżej. Nowy barwnik różni się przede wszystkim od znanego niebieskiego indantrenowego tem, że 1%-we wybarwienie na bawełnie po ćwierćgodzinnem traktowaniu rozcieńczonym roztworem podchlorynu o tempe-

raturze 20° C, którego stężenie odpowiada $\frac{1}{4}$ — $\frac{1}{2}$ % chloru czynnego, pozostaje niebieskiem.

Przy otrzymywaniu nowego barwnika wychodzi się np. z β -aminoantrachinonu, który otrzymuje się w sposób szczególny, poczem tenże stapia się z ługiem potasowym lub potasowo-sodowym i poddaje w obecności alkaliów działaniu środków redukujących, jak np. hydrosiarczynu. Otrzymywanie β -aminoantrachinonu, nadającego się do tego celu można skutecznie w ten sposób, iż β -aminoantrachinon zadaje się kwasem mineralnym, np. rozpuszcza się go w stężonym kwasie siarkowym i do roztworu dodaje tyle kwasu rozcieńczonego lub wody, dopóki praktycznie nie przestaną się wydzielać części składowe, które przy stapianiu powodują powstawanie produktów nieodpornych na działanie chloru. Wypadły siarczan β -aminoantrachinonu rozkłada się wodą, poczem β -aminoantrachinon, po odstaniu się, oddziela się, jak zwykle i suszy. Obrabianie to można powtórzyć.

Można otrzymać najbardziej odpowiedni β -aminoantrachinon, jeśli techniczny β -aminoantrachinon będzie się zadawało kwasem mineralnym nieco mniej stężonym, dopóki część nierozpuszczona po stopieniu jej z alkalijskimi nie da produktu, któryby po wybarwieniu nim bawełny i po działaniu na to wybarwienie w sposób opisany rozcieńczonym podchlorynem pozostał niebieski.

Można ponadto postępować w ten sposób, iż, wychodząc z β -aminoantrachinonu, zawierającego składniki, które podczas stapiania z alkalijskimi powodują powstawanie produktów nietrwałych na działanie chloru, produkty te rozkłada się podczas stapiania, np. przedłużając czas stapiania, podnosząc temperaturę, dodając środków utleniających i t. d.

Nowy barwnik niebieski można też otrzymać w ten sposób, że błękit indantre-

nowy, otrzymany w sposób znany, ewentualnie traktowany alkalicznym środkiem redukującym, poddaje się obróbce szczególnej. Rozpuszcza się go np. w stężonym kwasie siarkowym i do roztworu dodaje dotąd rozcieńczonego kwasu siarkowego lub wody, dopóki praktycznie nie przestaną się wydzielać produkty nietrwałe na działanie chloru obok barwnika odpornego na to działanie. Otrzymuje się barwnik trwały o szczególnie pożądanym własnościach, skoro tę obróbkę przeprowadzić kilkakrotnie. Otrzymuje się również taki sam barwnik, skoro β -aminoantrachinon, otrzymany w sposób opisany, stopić z potażem i powstały przytem i ewentualnie obrobiony alkalicznym środkiem redukującym niebieski barwnik kadziowy poddać w sposób tu wskazany działaniu kwasu siarkowego. To kilkakrotne kolejne obrabianie kwasem siarkowym można zastosować do barwnika, otrzymanego z β -aminoantrachinonu, zawierającego składniki, prowadzące do powstawania produktów odpornych na działanie chloru, które to produkty rozkłada się w stopie w sposób opisany powyżej.

Niekiedy jest celowem poddać barwniki otrzymane temi sposobami powtórnemu działaniu środków redukujących.

Przykład I. Techniczny β -aminoantrachinon rozpuszcza się w 8 częściach wagowych kwasu siarkowego 66° Bé, przy czem należy zważać, aby temperatura nie wzrosła ponad 35°C. Poczem roztwór, mieszając, rozcieńcza się $4\frac{1}{2}$ cz. kwasu siarkowego 50° Bé, wskutek czego poczynają się wydzielać natychmiast siarczany w postaci blaszek białoszarych. Po ostudzeniu masę krystaliczną odsącza się i, rozkładając wodą, przeprowadza się go w β -aminoantrachinon, poczem suszy. Otrzymany tak β -aminoantrachinon stapia się z 4 cz. wagowymi ługu potasowego. Barwnik otrzymany zadaje się roztworem hydrosiarczynu sodowego. Po pewnym czasie wy-

dziela się barwnik w postaci związku wodorotlenowego, który po odsączeniu i przemyciu wodą alkaliczną, zawierającą hydro-siarczyn, utlenia się np. powietrzem i przeprowadza w nowy barwnik.

Przykład II. 100 części technicznego β -aminoantrachinonu wprowadza się do 500 cz. kwasu siarkowego 66° Bé. Po pewnym czasie wlewa się to do 5000 cz. wody i osad wypadły odsacza. Działanie to powtarza się. Otrzymany w ten sposób β -aminoantrachinon przerabia się dalej, jak w przykładzie I.

Przykład III. Stapia się 150 cz. ługu potasowego i w temp. 210° C, dodaje 50 części technicznego β -aminoantrachinonu. Stop trzyma się w temperaturze 225 — 230° C w ciągu 7 godzin, poczem dalej barwnik przerabia się, jak w przykładzie I. Niekiedy można barwnik otrzymany poddać jeszcze działaniu kwasu siarkowego, jak to opisano w przykładzie I.

Przykład IV. 1 cz. produktu znanego w handlu pod nazwą indantrenu niebieskiego E S dodaje się do 8 części kwasu siarkowego 66° Bé. Do roztworu otrzymanego wlewa się kwas siarkowy 60° Bé dotąd, dopóki praktycznie nie przestaną się wydzielać składniki nietrwałe na działanie chloru. W tym wypadku wystarcza 3 cz. kwasu siarkowego 60° Bé. Obrabianie można powtórzyć.

Przykład V. 1 cz. barwnika otrzymanego według przykładu I rozpuszcza się w 8 cz. kwasu siarkowego 66° Bé i osadza się 4 cz. kwasu siarkowego 60° Bé.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania niebieskiego barwnika kadziowego szeregu antracenowego zapomocą stapiania β -aminoantrachinonu z alkaliczami, znamienny tem, że, wychodząc z β -aminoantrachinonu, praktycznie wolnego od domieszek, powodujących podczas stapiania alkalicznego wytwarzanie się produktów nieodpornych na działanie chloru, barwnik powstały poddaje się działaniu środków redukujących.

2. Odmiana sposobu według zastrz. 1, znamienna tem, że wychodzi się z β -aminoantrachinonu, zawierającego jeszcze składniki, powodujące podczas stapiania alkalicznego powstawanie produktów, nieodpornych na działanie chloru i że produkty te zostają podczas stapiania alkalicznego niszczone z ewentualnem poddaniem otrzymanego produktu ponownemu działaniu środków redukujących.

3. Odmiana sposobu według zastrz. 2, znamienna tem, że składniki barwnika, powodujące jego nieodporność na działanie chloru, zamiast rozkładać podczas stapiania z alkaliczami, usuwa się dopiero z barwnika gotowego i ewentualnie produkt otrzymany obrabia się środkami redukującymi.

4. Odmiana sposobu według zastrz. 1 i 2, znamienna tem, że barwnik tak otrzymany poddaje się działaniu sposobu według zastrz. 3.

Badische Anilin-
& Soda-Fabrik.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.