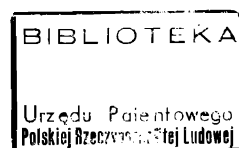


20 marca 1928 r.



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIIS PATENTOWY

Nr 6913.

Kl. 12 q 10.

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

Mkp 607c 115/00

Ms

Sposób otrzymywania trwałych związków dwuazowych.

Zgłoszono 4 lipca 1925 r.

Udzielono 5 lutego 1927 r.

Pierwszeństwo: 5 lipca 1924 r. (Niemcy).

Znanym jest fakt, że można otrzymać trwałe związki dwuazowe, jeżeli wydzieli się podstawione związki dwuazowe szeregu benzołowego, nie zawierające grupy sulfonowej, albo azotowej, z dostatecznie stężonych roztworów soli podwójnych chlorku cynku o wzorze ogólnym $2RN_2Cl + ZnCl_2$.

Pomimo danych, spotykanych w literaturze znaleziono obecnie, że można otrzymać z dobrą wydajnością i w formie krystalicznej wszystkie nieznane chlorki dwuazowe soli podwójnej chlorku cynku, z roztworów dwuazowych otrzymanych zwykłym sposobem i dostatecznie stężonych. Dotyczy to roztworów dwuazowych, zwy-

kle używanych do otrzymania nierozpuszczalnych barwników azowych, a więc podstawionych aminów szeregu benzołowego, chlorowconitro, oksarylowych aminów (nie zawierających grupy sulfonowej, albo azowej), jak również zasad szeregu dwufenylu i *p.p'* dwuamino-dwufenyloaminy. Wszystkie te związki są zbudowane według wzoru ogólnego: $2RN_2Cl + ZnCl_2$.

Wytworzone osady odsąca się od łągu macierzystego; wilgotne sole dwuazowe otrzymane w ten sposób w stałej postaci można bez trudności osuszyć dla celów handlowych, przez suszenie w cieple, przy czem niektóre z nowo otrzymanych soli dwuazowych znoszą bez przeszkody tem-

peraturę 70° C, lub też przez zmieszanie z bezwodnymi odpowiedniami solami.

Wszystkie nowe związki dwuazowe są łatwo rozpuszczalne i posiadają jeszcze tę właściwość, że wytwarzają zabarwienia, które odpowiadają zupełnie barwom świeżo przygotowanych odpowiednich roztworów dwuazowych. Z powodu ich dobrej rozpuszczalności i dobrej trwałości, można z nich przygotować preparaty soli dwuazowych, które można wysyłać i użytkować w krajach podzwrotnikowych. W ten sposób został osiągnięty duży sukces gospodarczy.

Przykład I. Przezroczysty roztwór dwuazowy, otrzymany w zwykły sposób: z 162 g 2.5 — dwuchloroaniliny, 730 g kwasu solnego (15% wag.) i 176 g azotynu sodowego (40% wag.) zadaje się 75 g chlorku cynkowego. Przytem wypada chlorek dwuazo-cynkowy, jako papka krystaliczna. Przez dodanie 160 g soli kuchennej dokończy się wypadanie osadu, który następnie oddziela się od cieczy zapomocą sączenia i wyciskania. Wilgotną wyciśniętą ciastowatą masę osusza się przy 50—60° C, a następnie po celowem rozcieńczeniu doprowadza do stanu, odpowiedniego do przesyłki. W ten sam sposób postępuje się ze solami dwuazowymi innych chlorowcoanilin.

Przykład II. Stężony roztwór dwuazowy, otrzymany w zwykły sposób: z 138 g *p*-nitroaniliny, 175 g azotynu sodowego (40% wag.) i 402 g kwasu solnego (20% wag.) zadaje się 75 g chlorku cynkowego. Z początku nie powstaje osad, ewentualnie wydziela się stopiona masa, poczem dodaje się 80 g soli kuchennej. Po krótkim mieszaniu wydziela się sól dwuazowa, jako papka krystaliczna. Po zupełnem ostudzeniu produkt odwirowuje się. Wilgotny produkt zawiera do 85% czystego związku, posiada ciężar cząsteczkowy 507, osusza się zapomocą rozcierania z siar-

czaniem glinowym, częściowo odwodnionym do 9 cząsteczek wody krystalizacyjnej.

W zupełnie analogiczny sposób otrzymuje się sole dwuazowe z *m-i-o*-nitroaniliny, z wyższych homologów i aminów chlorowconitroarylowych. Sól dwuazowa otrzymana np. z *o*-nitroaniliny jest, jak na sole dwuazowe, nadzwyczajnie trwała, nawet w wyższych temperaturach tak, że znosi bez rozkładu przez czas dłuższy temperaturę od 60—70° C.

Przykład III. Masę dwuazową, otrzymaną z 183 g 2.4-dwunitroaniliny, 70 g azotynu sodowego i 788 g kwasu siarkowego 93%, wylewa się na 1 kg lodu i sączy. Do zimnego przesączu dodaje się 75 g chlorku cynkowego i 250 g soli kuchennej. Po kilkugodzinnem staniu wydzielony produkt sączy się na zimno, przemycza nasyconym roztworem soli kuchennej i osusza przez rozcieranie z odpowiedniami bezwodnymi solami.

Przykład IV. Roztwór dwuazowy, otrzymany z 163 g *m*-nitro-*o*-anizydyny, 720 g kwasu solnego (15% wag.) i 345 g azotynu sodowego (20% wag.) zadaje się 170 g 50% roztworu chlorku cynkowego i 230 g soli kuchennej. Po kilku godzinach sączy się otrzymany produkt w zimnie. Wilgotną sól dwuazową otrzymaną w ten sposób suszy się przy 50—60° C i rozrabia odpowiedniami środkami rozcieńczającymi na mączkę używaną w handlu. Tak otrzymane preparaty soli dwuazowych są nadzwyczajnie trwałe.

Przykład V. Roztwór dwuazowy, otrzymany z 185 g eteru *o*-aminofenylowego, 540 g (15% wag.) kwasu solnego i 172 g (40% wag.) roztworu azotynu sodowego zadaje się 75 g chlorku cynkowego i 140 g soli kuchennej. Sól dwuazową wydzielaną początkowo w postaci stopionej masy, oddziela się w rozdzielaczu od roztworu soli kuchennej i suszy w temp. 50° przez co zostala się i przyjmuje postać krystaliczną; jest bardzo trwała. W podobny

sposób otrzymuje się trwałe związki dwuazowe z aminosulfonów i aminobenzofenonu.

Przykład VI. Z 244 g dwuanizydyny, 2190 g kwasu solnego (10% wag.) i 350 g roztworu azotynu sodowego (40% wag.) otrzymuje się stężony roztwór dwuazowy, w którym rozpuszcza się 150 g chlorku cynkowego. Całkowite wydzielenie produktu następuje po dodaniu 600 g soli kuchennej. Odsączoną sól dwuazową suszy się w temp. 60° C. W ten sam sposób otrzymuje się podwójne sole dwuazowe innych zasad jedno i dwuaminowych szeregu dwufenylu i *p.p'*-dwuaminodwufenyloaminu.

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e .

Sposób otrzymywania trwałych związków dwuazowych, znamienny tem, że wydziela się podstawione związki dwuazowe szeregu benzolowego, które nie zawierają grupy sulfonowej, albo azowej z dostatecznie stężonych roztworów, jako sole podwójne chlorku cynkowego o wzorze ogólnym: $2R.N_2Cl + ZnCl_2$.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy.