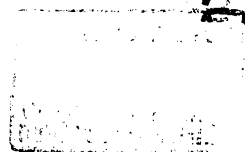


Warszawa, 7 lutego 1935 r.

URZĄD PATENTOWY



C 096 45/16



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 20871.

Kl. 22 a, 45/16

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel
(Bazylea, Szwajcaria).

Sposób wytwarzania barwników, zawierających chrom.

Zgłoszono 16 czerwca 1933 r.

Udzielono 11 grudnia 1934 r.

Pierwszeństwo: 19 lipca 1932 r. (Szwajcaria).

Wykryto, że można wytwarzać barwniki, zawierające chrom, z wydzielonych związków chromowych o - oksyazobarwników, zawierających na każdą dającą się chromować grupę cząsteczki barwnika mniej niż 1 atom chromu, a wytwarzanych przez sprzęganie dwuazowanych kwasów o - oksyamino - naftaleno - sulfonowych z naftolami, przez takie poddawanie tych związków chromowych działaniu środków alkalicznych lub środków alkalicznych, wydzielających chrom, iż powstają związki chromowe, rozpuszczalne w wodnych roztworach zasad z zabarwieniem fioletowo-błękitnym aż do błękitnego i barwiące wełnę przy farbowaniu z kąpieli, zakwaszo-

nej kwasem siarkowym, i następnem wywoływaniu barwy na odcienie błękitu marynarskiego.

Barwniki orto - oksyazowe, stosowane jako materiały wyjściowe przy wykonywaniu wynalazku niniejszego, można otrzymywać z najrozmaitszych zdwuazowanych kwasów o - oksy - amino - naftaleno - sulfonowych przez sprzęganie z najrozmaitszymi naftolami. Związkami dwuazowymi odpowiednich kwasów o - oksy - amino - naftaleno - sulfonowych są np. związki dwuazowe kwasu 1 - amino - 2 - oksynaftaleno - 4 - sulfonowego, kwasu 1 - oksy - 2 - amino - naftaleno - 4 - sulfonowego, kwasu 1 - amino - 2 - oksynaftaleno - 6 -

sulfonowego, kwasu 1 - amino - 2 - oksynaftaleno - 4,8 - dwusulfonowego, kwasu 1 - amino - 2 - oksynaftaleno - 4,6 - dwusulfonowego, kwasu 1 - amino - 2 - oksynaftaleno - 6 - chloro - 4 - sulfonowego, kwasu 1 - amino - 2 - oksynaftaleno - 6 - bromo - 4 - sulfonowego. Odpowiedniami składnikami sprzęgania są α - i β - naftol, jak również ich produkty podstawienia, np. 8 - chloro - α - naftol i 5,8 - dwuchloro - α - naftol.

Z wymienionych barwników oksy - azowych przez chromowanie najrozmaitszymi środkami chromującymi wytwarza się związki chromowe, zawierające na każdą dającą się chromować grupę cząsteczki barwnika mniej niż jeden atom chromu, przyczem do chromowania można stosować albo taką ilość środka chromującego, ażeby na każdą dającą się chromować grupę cząsteczki barwnika przypadało mniej, niż jeden atom chromu, albo też można stosować większą ilość środka chromującego i w tym przypadku chromowanie pod względem czasu, temperatury i stężenia jonów wodorowych winno być prowadzone w tak łagodnych warunkach, ażeby do każdej dającej się chromować grupy cząsteczki barwnika został wprowadzony mniej niż jeden atom chromu.

Działanie środkami alkalicznymi, do których należą również alkaliczne środki, odszczepiające chrom (chrominy alkaliczne), np. ług sodowy, potasowy, amonjak, soda, trzecio - rzędowy fosforan potasowcowy albo boraks, może być przeprowadzone w naczyniu otwartem albo pod ciśnieniem, w obecności dodatków lub bez nich, jak np. nieorganicznych lub organicznych soli potasowców.

W charakterze środków, oddzielających chrom, nadają się np.: chlorek chromu, fluorek chromu, siarczan chromu, chromki alkaliczne, siarczyny chromu, octan chromu, mrówczan chromu, szczawian chromu, benzolo-siarczan chromu, związ-

ki chromawo - chromowe oraz związki zespolone, otrzymywane działaniem związków organicznych, zawierających grupę wodorotlenową, na alkaliczne zawiesiny tlenku chromowego.

Barwniki, zawierające chrom, otrzymywane według sposobu niniejszego i barwiące wełnę na cenne odcienie błękitu marynarskiego, wybarwia się korzystnie sposobem według patentów francuskich Nr 702387 oraz 760812. W przeciwieństwie do znanych dotychczas barwników tej grupy, barwiących włókna zwierzęce na podobne odcienie, barwniki według wynalazku dają zabarwienia zupełnie równe i pod każdym względem trwałe, zwłaszcza zaś na ścieranie, nawet przy barwieniu na odcienie mocne (np. 5 — 8% - we wybarwienia). Dzięki sposobowi niniejszemu udaje się bardzo tanie niebiesko barwiące barwniki, znane jako trwałe cyjaniny chromowe, przeprowadzać w tanie i trwałe barwiące na błękit marynarski związki chromowe, co dotychczas nie było możliwe do osiągnięcia zapomocą znanych sposobów chromowania.

Przykład I. 41,6 części wagowych barwnika azowego, otrzymanego ze zdwuazowanego kwasu 1 - amino - 2 - oksynaftaleno - 4 - sulfonowego i β - naftolu (soli sodowej), rozpuszcza się z dodatkiem 13 części wagowych ługu sodowego (30% - wego) i 10 części wagowych cukru w 800 częściach wagowych wody, poczem zadaje roztworem chromowym, wytworzonym z 7,8 wagowych części Cr_2O_3 , 14 części wagowych kwasu mrówkowego (85% - wego) oraz 3,1 części wagowych krystalicznego kwasu szczawiowego, i gotuje pod chłodnicą zwrotną aż do zaniku barwnika wyjściowego, co można poznać po tem, że słabo ogrzana próbka, pobrana z mieszaniny reakcyjnej i zalkalizowana sodą, po wylaniu na bibułę i potraktowaniu rozcieńczonym kwasem mineralnym, nie wykazuje zmiany barwy; wówczas wytworzony produkt wysala się i odsącza. Otrzymany

barwnik wprowadza się w postaci papki do roztworu 80 części wagowych ługu sodowego (30%-wego) w 300 częściach wagowych wody i gotuje przez 2 godziny. Następnie przesącza się, zobojętnia 10%-wym kwasem solnym i wysala. Związek chromowy, otrzymany po odsączeniu i wysuszeniu, jest łatwo rozpuszczalny w wodzie, a w rozcieńczonym ługu sodowym rozpuszcza się z zabarwieniem fioletowo-niebieskim. Barwi on wełnę z kąpieli kwaśnej na odcienie błękitu marynarskiego o doskonałej trwałości.

Związek chromowy o takich samych własnościach, lecz o jeszcze większej trwałości na ścieranie, otrzymuje się, o ile przeróbkę prowadzi się w taki sposób, że alkaliczną mieszaninę reakcyjną zadaje się 4 częściami wagowymi kwasu szczawiowego oraz taką ilością 10%-wego kwasu solnego, aż mieszanina reakcyjna wykaże odczyn obojętny, następnie krótko się ją gotuje, odsącza od osadu chromowego i przesącz odparowuje w próżni do sucha.

Przykład II. 41,6 części wagowych barwnika azowego, wytworzonego ze zdwiazowanego kwasu 1-amino-2-oksynaftaleno-4-sulfonowego i β -naftolu zawiesza się w 600 częściach wagowych wody, zadaje roztworem chromowym, wytworzonym z 7,9 cz. wagowych Cr_2O_3 i 17 części wagowych kwasu mrówkowego (85%-wego), i gotuje aż do zaniku barwnika początkowego, następnie produkt reakcji wysala się i odsącza. Powstały barwnik wprowadza się w postaci pasty do roztworu 90 części wagowych ługu sodowego (30%-wego) w 300 częściach wagowych wody. Po rozpuszczeniu albo ogrzewa się roztwór barwnika w ciągu 3 godzin na łaźni parowej, przesącza go, zobojętnia 10%-wym kwasem solnym i wysala, albo też po ogrzaniu na łaźni parowej dodaje się do powstałego roztworu 5 części wagowych kwasu winowego, przesącza, przesącz zobojętnia 10%-wym kwasem solnym i odparowuje w próżni do sucha.

Otrzymany barwnik rozpuszcza się w rozcieńczonym ługu sodowym z fiołkowo-błękitnym zabarwieniem i barwi wełnę z kąpieli kwaśnej na trwałe odcienie błękitu marynarskiego.

Przykład III. 41,6 części wagowych barwnika azowego, wytworzonego ze zdwiazowanego kwasu 1-amino-2-oksynaftaleno-4-sulfonowego i β -naftolu, miesza się z 800 częściami wagowymi wody, następnie dodaje mrówczanu chromowego w ilości, odpowiadającej 7,8 częściom wagowym Cr_2O_3 , i gotuje pod chłodnicą zwrotną aż do zaniku barwnika wyjściowego. Następnie powstały związek chromowy wydzieła się w zwykły sposób przez wysolenie. Wówczas wprowadza się go do roztworu 90 części wagowych ługu sodowego (30%-wego) i 5 części wagowych cukru w 600 częściach wagowych zimnej wody. Po trzygodzinnym gotowaniu pod chłodnicą zwrotną fiołkowo-błękitny roztwór zobojętnia się 10%-wym kwasem solnym, odsącza od niewielkich ilości pozostałości i wysala barwnik w temperaturze 40—50°C. Po odsączeniu i wysuszeniu otrzymuje się związek chromowy w postaci fiołkowo-czarnego proszku, który z kąpieli kwaśnej barwi wełnę na trwałe odcienie błękitu marynarskiego.

Przykład IV. 41,6 części wagowych barwnika azowego, wytworzonego ze zdwiazowanego kwasu 1-amino-2-oksynaftaleno-4-sulfonowego i α -naftolu, zawiesza się w 1000 częściach wagowych wody i po dodaniu roztworu mrówczanu chromowego w ilości, odpowiadającej 8,36 częściom wagowym Cr_2O_3 , gotuje się mieszaninę reakcyjną przez 2½ godziny pod chłodnicą zwrotną, poczem powstały, częściowo rozpuszczalny związek chromowy wydzieła się przez dodanie soli kuchennej i odsącza. Otrzymany produkt, po odsączeniu, wprowadza się do roztworu 70 części wagowych 30%-wego ługu sodowego w 600 częściach wagowych wody i, mieszając, gotuje pod

chłodnicą zwrotną przez 3 godziny. Po ostudzeniu do 50°C zubożetnia się produkt reakcji 10%-wym kwasem solnym i, ewentualnie po przesączeniu, odparowuje do sucha w próżni na kąpeli wodnej.

Otrzymany, łatwo rozpuszczalny w wodzie błękitny związek chromowy barwi wełnę w kąpeli kwaśnej na błękitne, do marynarsko-błękitnych, odcienie o doskonałej trwałości.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania barwników, zawierających chrom, z wydzielonych związków chromowych o-oksy-azobarwników, które na każdą dającą się chromować grupę cząsteczki barwnika zawierają mniej niż 1 atom chromu i które otrzymuje się przez

sprzęganie dwuazowanych kwasów o-oksy-aminonaftaleno-sulfonowych z naftolami, znamienny tem, że wymienione związki chromowe poddaje się w taki sposób działaniu środków alkalicznych względnie środków alkalicznych, wydzielających chrom, iż powstają związki chromowe, rozpuszczalne w wodnych roztworach zasad z zabarwieniem fioletowo-błękitnem aż do błękitnego, a przy farbowaniu z kąpeli, zakwaszonej kwasem siarkowym, i następnem wywołaniu barwy barwią wełnę na odcienie błękitu marynarskiego.

Gesellschaft
für Chemische Industrie
in Basel.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.

