

2
1 Września 1927 r.



2
C 096, 29/38
BILLET
Urząd Patentowy
Instytut Badań i Tworów

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 6012.

Kl. 22 a 29/38

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Leverkusen, Niemcy).

Sposób otrzymywania barwników azowych.

Zgłoszono 4 stycznia 1926 r.

Udzielono 2 października 1926 r.

Pierwszeństwo: 8 stycznia 1925 r. (Niemcy).

Pyrazolony z aminodwuarylosulfonów, ich pochodne, jak i kwasy sulfonowe, karbonowe, oksykarbonowe i t. d. nie były stosowane dotychczas do otrzymywania barwników.

Obecnie wykryto, że otrzymywane ze związków tych barwniki azowe pod względem trwałości przewyższają znacznie barwniki, otrzymywane ze znanych pyrazolonów.

Barwniki rzeczzone barwią wełnę na odcienie żółte, których zapomocą pyrazolonów znanych nie można było otrzymać i które odznaczają się odpornością w foluszu, na działanie potu, zdolnością równomiernego pokrywania i odpornością na działanie światła. To samo dotyczy ich zastosowania jako laki farbiarskiej.

W danym wypadku otrzymuje się rozpuszczalne w wodzie barwniki, które w postaci farby klejowej są odporne na zmywanie i wykazują nadzwyczajną odporność na działanie światła. Pyrazolony te, szczególnie zaś pyrazolony, zawierające resztę kwasu o-oksykarbonowego, nadają się również jako składniki barwników chromowych, barwiących wełnę. Z produktów rzeczonych można otrzymać barwniki, barwiące trwale wełnę na kolor żółty o odcieniu zielonawym ponadto zaś dające trwałe odcienie czerwone.

Przykład I. 175 części wagowych kwasu o-sulfanilowego diuazuje się jak zwykle i w obecności octanu sodowego sprzęga z 408 części wagowych metylopyrazolonu, otrzymanego z kwasu 4'-metylo-2-amino-

dwufenylosulfono-4-sulfonowego. Po ukończeniu reakcji barwnik wysala się, prasuje i suszy. Barwnik ten wytwarza na wełnie zabarwienie żółte o odcieniu zielonym, odznaczające się odpornością na folusz, na działanie potu, jak również i na działanie światła.

Pyrazolon otrzymuje się zapomocą redukcji produktu kondensacji, otrzymanego z kwasu 4-toluolo-1-sulfinowego i kwasu 2-nitro-1-chlorobenzolo-4-sulfonowego; otrzymaną w ten sposób aminę przeprowadza się w sposób znany w hydrazynę i tę ostatnią zapomocą estru octooctowego — w pyrazolon. Otrzymany pyrazolon jest proszkiem bezbarwnym, rozpuszczalnym z łatwością w alkaliach, trudniej — w wodnym roztworze octanu sodowego i łączącym się ze związkami dwuazowemi.

Zastępując kwas o-sulfanilowy kwasem p-sulfanilowym, otrzymuje się barwnik o odcieniu bardziej czerwonym, posiadający te same własności.

Przykład II. 107 części wagowych otolidyny dwuazuje się w obecności octanu sodowego i sprzęga z 408 części wagowych metylpyrazolonu, otrzymanego z kwasu 4'-metylo-2-aminodwufenylosulfono-4-sulfonowego.

Barwnik przerabia się dalej w sposób zwykły. Jego własności są prawie takie same, jak i w przykładzie I.

Przykład III. 327 części wagowych kwasu 4'-metylo-2-aminodwufenylosulfono-4-sulfonowego dwuazuje się i w obecności octanu sodowego sprzęga z 430 części wagowych kwasu pyrazolonokarbonowego, otrzymanego z kwasu 4'-metylo-2-aminodwufenylosulfono-4-sulfonowego.

Otrzymany związek wysala się, oddziela i suszy; w postaci farby klejowej barwi na kolor żółty o odcieniu zielonkawym. Zabarwienia te są odporne na działanie wapna, względnie wody i bardzo odporne na działanie światła.

Kwas pyrazolonokarbonowy otrzymuje

się z estru szczawiuocetowego i hydrazyny kwasu 4'-metylo-2-aminodwufenylosulfono-4-sulfonowego, przytoczonej w przykładzie I. Kwas ten jest proszkiem bezbarwnym, łatwo rozpuszczalnym w alkaliach i roztworze octanu sodowego; sprzęga się, wytwarzając barwnik ze związkami dwuazowemi.

Zastępując kwas 4'-metylo-2-aminodwufenylosulfono-4-sulfonowy 4'-metylo-2-amino-2-dwufenylosulfonem, który otrzymuje się zapomocą redukcji produktu kondensacji kwasu 4-toluolo-1-sulfinowego i 2-nitro-1-chlorobenzolu, otrzymuje się barwnik o własnościach podobnych.

Metylpyrazolon otrzymany z 4'-metylo-2-aminodwufenylosulfonu jest bezbarwnym proszkiem krystalicznym, mającym punkt topliwości w temperaturze 178 — 180°.

Przykład IV. 171, 5 części wagowych 4-chloro-2-nitroaniliny dwuazuje się jak zwykle i w nieobecności octanu sodowego sprzęga z 408 części wagowych pyrazolonu, opisanego w przykładzie I. Barwnik obrabia się dalej w sposób znany. Użyty, jako farba klejowa daje barwę czerwono-żółtą, bardzo odporną na działanie wapna i światła.

Przykład V. 327 części wagowych kwasu 4'-metylo-2-aminodwufenylosulfono-4-sulfonowego dwuazuje się jak zwykle i w obecności octanu sodowego sprzęga z 430 części wagowych kwasu pyrazolonokarbonowego, otrzymanego z kwasu 4'-metylo-4-aminodwufenylosulfono-2-sulfonowego. Barwnik wysala się i obrabia dalej, jak zwykle. W postaci farby klejowej barwi na kolor zielonkawo-żółty. Własności tego związku są podobne do własności barwnika, otrzymanego w przykładzie III.

Kwas pyrazolonokarbonowy otrzymuje się przez redukcję produktu kondensacji kwasu 4-toluolo-1-sulfinowego i kwasu 4-nitro-1-chlorobenzolo-2-sulfonowego i przeprowadzenie otrzymanej w ten sposób a-

miny w hydrazynie, a tej ostatniej — zapomocą estru szczawioowoctowego — w kwas pyrazolonokarbonowy. Związek ten jest proszkiem bezbarwnym, łatwo rozpuszczalnym w alkaliach i wodnym roztworze octanu sodowego; sprzęga się, dając barwniki ze związkami dwuazowemi.

Przykład VI. 175 części wagowych kwasu o-sulfanilowego dwuazuje się i sprzęga w obecności octanu sodowego z 474 części wagowych pyrazolonu, otrzymanego z kwasu 2-amino-4-oksydwufenylosulfono-4,3'-sulfokarbonowego. Otrzymany barwnik obrabia się dalej w sposób znany; barwi on wełnę na kolor żółty o odcieniu zielonkawym, który po chromowaniu nie ulega widocznym zmianom stając się bardzo odporny.

Kwas 2-amino-4'-oksydwufenylosulfono-4,3'-sulfonokarbonowy otrzymuje się zapomocą redukcji produktu kondensacji kwasu salicylosulfinowego z kwasem 2-nitro-1-chloro-benzolo-4'-sulfonowym. Metylopyrazolon z kwasu 2-amino-4'-oksydwufenylosulfono-4,3'-sulfokarbonowego jest bezbarwnym proszkiem, łatworozpuszczalnym w alkaliach i wodnym roztworze octanu sodowego, łączy się ze związkami dwuazowemi.

Zastępując w przykładzie tym kwas o-sulfanilowy kwasem p-sulfanilowym lub o-toluidyną, otrzyma się produkty o właściwościach podobnych.

Przykład VII. 143,5 cz. wag. 4-chloro-2-aminofenolu dwuazuje się i w roztworze sodoalkalicznym sprzęga z pyrazolonem, przytoczonym w przykładzie VI.

Barwnik obrobiony w sposób zwykły barwi wełnę na odcienie pomarańczowe, które po chromowaniu przechodzą w trwały kolor czerwony. Zabarwienie to jest odporne na działanie potu.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania barwników azowych, znamienny tem, że aromatyczne związki dwuazowe sprzęga się z metylopyrazolonem, względnie z kwasami pyrazolonokarbonowymi, otrzymanemi z aminodwuarylosulfonów lub ich pochodnych.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.