

Wydano 22 stycznia 1941 r.

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Nr 29493.

Kl. ~~22 b~~, 3/15.
22a, 1/34
C09b, 1/34

J. R. Geigy A.-G., Bazyleja.

Sposób wytwarzania kwaśnych barwników antrachinonowych.

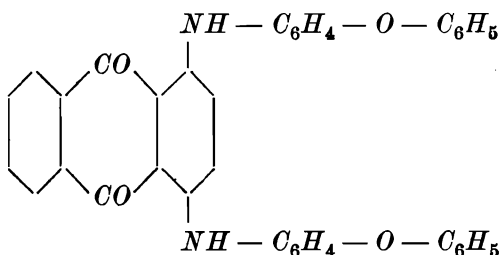
Zgłoszono 10 marca 1938 r.

Udzielono 23 grudnia 1940 r.

Pierwszeństwo: 11 marca 1937 r. (Szwajcaria).

Stwierdzono, iż można otrzymywać cenne barwniki szeregu antrachinonowego w ten sposób, że kondensuje się chinizarynę względnie leukochinizarynę lub ich mieszaniny albo inne pochodne antrachi-

nonu, zawierające w położeniu 1,4 łatwo wymienne podstawniki, jak np. chlorowiec, z eterami aminodwufenyłowymi oraz ich homologami i otrzymane zasady barwników o wzorze ogólnym



poddaje się sulfonowaniu.

Zabarwienia, otrzymywane za pomocą tych barwników na wełnie, są odporne na

pranie i folowanie. Posiadają one zwłaszcza o ile wełnę farbowano w obecności kwasu siarkowego, dobrą odporność na go-

towanie, jak również na działanie światła i zasad, wskutek czego zabarwienia te o niebieskozielonym odcieniu są bardzo cenne, ponieważ odcieni takich o podobnej odporności nie można było uzyskać za pomocą znanych barwników.

Przykład I. 200 części wagowych eteru 4-aminodwufenylowego, 40 części wagowych chinizaryny, 30 części wagowych leukochinizaryny i 30 części wagowych kwasu borowego ogrzewa się mieszając w temperaturze 150°C dopóty, aż ustanie wydzielanie się pary wodnej i początkowo niebieska barwa stopu przestanie przyjmować zielony odcień.

Po oziębieniu proszkuje się powstałą kruchą masę, wymywa przez gotowanie z rozcieńczonym kwasem solnym w celu odzyskania niezmiennego eteru aminodwufenylowego.

Otrzymaną zasadę barwnika można w dalszym ciągu oczyszczać przez traktowanie gorącym spirytusem.

Produkt otrzymany jest ciemnoniebieskim proszkiem, który rozpuszcza się w chlorobenzenie dając roztwór o jaskrawej niebieskozielonej barwie, a w stężonym kwasie siarkowym — o niebieskiej barwie.

W celu sulfonowania wprowadza się 4 części wagowe otrzymanej zasady barwnika do 20 części wagowych stężonego kwasu siarkowego w temperaturze 30°C. Po 12-godzinny mieszaniu wylewa się mieszaninę reakcyjną na lód. Wydzielony kwas sulfonowy odsysa się, rozpuszcza w ciepłym wodnym roztworze sodu i wytworzony barwnik wytrąca za pomocą małej ilości soli.

Po wysuszeniu i sproszkowaniu otrzymany barwnik jest ciemnoniebieskim proszkiem, rozpuszczającym się w wodzie z niebieskozieloną barwą. Za pomocą tego barwnika można otrzymać na wełnie w roztworze kwaśnym niebieskozielone zabarwienia, odporne na gotowanie, jak

również na działanie światła, zasad i wody morskiej.

Przykład II. 100 części wagowych eteru *o*-aminofenylo-*o*-krezyłowego, 48 części wagowych chinizaryny, 12 części wagowych leukochinizaryny i 120 części wagowych ortokrezolu ogrzewa się stale mieszając w ciągu 30 godzin do temperatury 140 — 150°C.

Po oziębieniu odpędza się ortokrezol po dodaniu małej ilości kwasu solnego w celu rozpuszczenia nadmiaru eteru *o*-aminofenylo-*o*-krezyłowego. Powstały barwnik wydziela się w postaci stałej; odsysa się go i suszy.

Otrzymany barwnik rozpuszcza się trudno w alkoholu, łatwo — w chlorobenzenie dając roztwór o niebieskozielonej barwie, a w stężonym kwasie siarkowym — o ciemnoniebieskiej barwie.

Przy staniu z kwasem siarkowym otrzymany barwnik przechodzi, jako zasada, w kwas sulfonowy, którego sól sodowa rozpuszcza się trudno w zimnej wodzie i którą można oczyścić przez przemycanie zimną wodą.

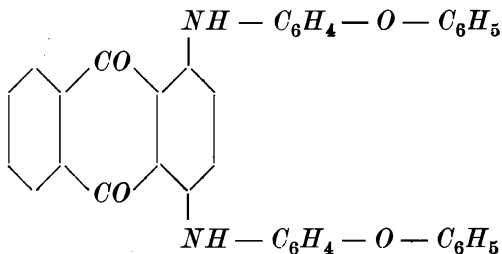
Wytworzony barwnik otrzymuje się jako ciemnozielony proszek, który rozpuszcza się w stężonym kwasie siarkowym, dając roztwór o niebieskiej barwie, a w gorącej wodzie — o niebieskozielonej barwie. W celu farbowania wełny korzystnie jest zmieszać sól sodową otrzymanego barwnika z pirofosforanem czterosodowym. Otrzymuje się zabarwienia odporne na gotowanie i posiadające w ogóle doskonałą odporność.

Przykład III. 40 części wagowych eteru *o*-aminofenylo-*o*-krezyłowego, 5 części wagowych 1,4-dwuchloroantrachinonu, 4 części wagowe octanu sodu i 0,1 części wagowej octanu miedzi ogrzewa się w ciągu 12 godzin do 180 — 190°C i po oziębieniu dodaje spirytusu. Wytworzoną zasadę barwnika wytrąca się w postaci czystej. Otrzymany związek jest taki sam,

jak barwnik otrzymywany sposobem według przykładu II.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania kwaśnych barwników antrachinonowych, znamienny tym, że pochodne antrachinonu, zawierające w położeniu 1,4 łatwo wymienne podstawniki, jak np. chlorowiec, poddaje się reakcji z eterami aminodwufenyłowymi oraz ich homologami i tak otrzymane zasady barwników o wzorze ogólnym



poddaje się sulfonowaniu.

J. R. Geigy A.-G.
Zastępca: inż. St. Głowacki,
rzecznik patentowy.