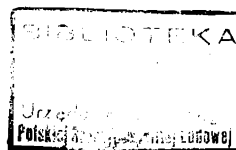


4 sierpnia 1925 r.

URZĄD PATENTOWY



C09 b, 5/44

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 1764.

Kl. 22 ~~b~~

a, 5/44

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

**Sposób otrzymywania pochodnych N — dwuhydro — 1.2. 1' 2' antrachinonazyny, odpor-
nych na działanie chloru.**

Zgłoszono 4 grudnia 1923 r.
Udzielono 14 marca 1925 r.

Wykryto, że można otrzymać chlorowane pochodne N—dwuhydro — 1.2.1'2' — antrachinonazyny, które, będąc praktycznie całkowicie odporne na działanie chloru w porównaniu ze znanymi obecnie chlorowco-pochodnymi, również odpornymi na działanie chloru, wykazują tę wyższość, iż dają zadawalające zabarwienia w wodzie, zawierającej wapno, skoro N — dwuhydro — 1.2.1'2' — antrachinonazynę poddać uprzednio łagodnemu chlorowaniu, a następnie bromowaniu.

Szczególnie korzystnym okazało się przepuszczanie chloru ponad suchym indantrenem, najpraktyczniej w obecności przenośników. Otrzymane w ten sposób produkty rozpuszcza się w kwasie siarko-

wym, dodając brom w warunkach odpowiednich.

Ponadto wykryto, że można otrzymać barwniki praktycznie całkowicie odporne na działanie chloru, skoro dwuhydroantrachinonazynę uprzednio bromować w roztworze kwasu siarkowego, poczem dopiero ją chlorować, podczas gdy przez samo bromowanie w roztworze kwasu siarkowego otrzymuje się produkty, nie odpowiadające wszystkim własnościom produktów odpornych na działanie chloru, a przez samo chlorowanie w kwasie siarkowym otrzymuje się produkty jeszcze gorsze. Stosowanie kwasu siarkowego, jako rozpuszczalnika, w przeciwieństwie do innych rozpuszczalników, używanych dotychczas

dootrzymywania chlorowcopochodnych, jest korzystnem nie tylko ze względu na jego taniość, lecz również i dlatego, że barwniki otrzymuje się w postaci bardzo sproszkowanej, podczas gdy dotychczas dla osiągnięcia pożądanego stopnia rozdrobnienia należało wogóle skutecznie oddzielić zabieg (rozpuszczenie w kwasie siarkowym i wytrącenie barwnika wodą).

Przykład I. 44 części błękitu indantrenowego RS rozpuszcza się w 500 cz. kwasu siarkowego 66° Bé, poczem dodaje się roztwór, składający się z 1,5 cz. azotynu sodowego, rozpuszczonego w 10 cz. kwasu siarkowego 66° Bé i w ciągu kilku godzin przepuszcza się w temperaturze 60° C słaby strumień chloru. Następnie wkrapla się, mieszając i dodając ponownie nieco azotynu, rozpuszczonego w kwasie siarkowym, 16 cz. bromu i pozostawia się w ciągu jeszcze 10 godzin w temperaturze 60° C. Dopiero wtedy wlewa się do wody, sączy, przemywa płynem obojętnym i przygotowuje pastę. Otrzymuje się bromochloroindantren o nadzwyczajnej odporności na działanie chloru, który to barwnik podczas barwienia jest nieczuły na wapno.

Przykład II. Przez mieszaninę, zawierającą 100 cz. błękitu indantrenowego RS, 15 cz. odwodnionego octanu sodowego i 5 cz. chlorku żelazowego przepuszcza się w temperaturze 70° C 40 cz. chloru dopóty, dopóki chlor nie zostanie całkowicie zużyty, co trwa 6—7 godzin. Produkt reakcji rozpuszcza się w 10-krotnej ilości (na wagę) jednowodzianu kwasu siarkowego, poczem wkrapla się 43 cz. bromu, nagrzewa do 60° C i pozostawia w tej temperaturze w

ciągu godziny. Mieszaninę po przereagowaniu wlewa się do wody, wytrącony barwnik odsacza, przemywa obojętnie i pastuje. Barwnik ze względu na swe własności podobny jest do barwnika, otrzymanego w przykładzie I.

Przykład III. Rozpuszcza się 88,4 cz. indantrenu błękitnego RS w 1000 cz. kwasu siarkowego 66° Bé i dodaje 6 cz. azotynu sodowego, rozpuszczonego w 40 cz. kwasu siarkowego 66° Bé, poczem wkrapla się 16 cz. bromu, nagrzewa powoli do 60° C, utrzymując tę temperaturę przez kilka godzin. Po ponownem dodaniu niewielkiej ilości azotynu sodowego, rozpuszczonego w kwasie siarkowym, przez roztwór ten w ciągu około 6—7 godzin przepuszcza się słaby strumień chloru, utrzymując w dalszym ciągu tę samą temperaturę. W celu dalszej przeróbki mieszaninę przereagowaną wlewa się do wody, odsacza, przemywa obojętnie i robi pastę. Barwnik otrzymany barwi w kadzi bawełnę, dając zabarwienie praktycznie odporne na działanie chloru.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania odpornych na działanie chloru pochodnych *N*-dwyhydro-1.2.1'2'-antrachinonazyny, znamienny tem, że tę ostatnią łagodnie się chloruje, a następnie bromuje lub też najprzód bromuje się w roztworze kwasu siarkowego, poczem dopiero chloruje.

Badische Anilin — & Soda - Fabrik
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.