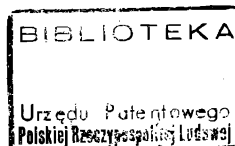


25 stycznia 1929 r.

URZĄD PATENTOWY



C07c 115/00

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

## OPIS PATENTOWY

Nr 9687.

Kl. 12 q 10.

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

## Sposób wytwarzania związków dwuazowych.

Zgłoszono 5 października 1927 r.

Udzielono 24 listopada 1928 r.

Pierwszeństwo: 5 października 1926 r. (Niemcy).

Znaleziono, że związki jednodwuazowe, które otrzymuje się z takich ciał *p*-aminoazowych, które nie zawierają grup sulfonowych lub karboksylowych, lecz w *o*-położeniu do aminogrupy zawierają grupę alkyloksylową, aralkyloksylową lub aryloksylową, dają się wydzielić ze swych wodnych roztworów w stanie stałym, przy czym posiadają dobre zdolności rozpuszczania i trwałości. Dotychczas nie było wiadomem, że można związki dwuazowe takiej budowy wydzielać w stanie stałym i że posiadają one wytrzymałość, wystarczającą dla praktycznego użytku w farbiarni, do wysyłki i do handlu. Dlatego używano, szczególnie do metod według patentów niemieckich Nr Nr 391091 i 392077, tylko takie roztwory soli dwuazowych,

które muszą być stale świeżo przygotowane i które, dając się tylko z trudem dwuazować, są dla farbiarza niewygodne i trudne do wytworzenia. Opisane stałe połączenia dwuazowe są nowymi ciałami. Są one pod względem technicznych właściwości znacznie wyższe, niż dotychczas znane połączenia dwuazowe w odpowiedni sposób wydzielone z innych ciał aminoazowych, które nie posiadają typowych grup oksalkylowych, np. wymienione w patencie niemieckim Nr 89437. Mogą one służyć do wytwarzania azowych środków barwiących na włóknie i umożliwiają dostarczanie farbiarzowi połączeń dwuazowych, które dają szczególnie wartościowe barwniki tetrazowe w stanie bezpośrednio gotowym do użytku, co dla wyrobu farb lodowych,

które należą do grupy drugorzędnych tetranych barwników, jest bardzo ważne.

Ciała *p*-aminoazowe, służące jako materiały wyjściowe dla opisanego sposobu, otrzymać można przez działanie związków dwuazowych na eter *o*-aminofenolowy, eter aminokrezolowy, eter aminohydrochinonowy, eter 1,2-aminonaftalowy i ich pochodne, które zdolne są do tworzenia związków aminoazowych, przyczem w żadnym z tych dwóch składników nie powinny być zawarte grupy sulfonowe lub karboksylowe.

Wydzielanie związków dwuazowych odbywać się może przez wyparowanie przy niskiej temperaturze lub przez strącanie np. jako sole metalowe, lub kwaśne sole arylosulfonowe, lub jako podwójna sól metalowa.

Trwałość i wartość użytkowa nowych związków dwuazowych nie jest zatem zależna w pierwszym rzędzie od sposobu ich oddzielania, lecz od budowy pierwotnych ciał aminoazowych, które wyróżniają się posiadaniem grupy alkyloksylowej, aralkyloksylowej lub aryloksylowej w położeniu orto do dającej się dwuazować grupy aminowej.

Przykład I. Roztwór dwuazowy, otrzymany z 272 części związku *p*-amino-azowego z dwuazowanymi *m*-nitroaniliny i *o*-anizydyny przez dalsze dwuazowanie w rozcieńczonym kwasie solnym, strąca się 75 częściami chłorku cynku i 1000 części soli kuchennej. Otrzymana w postaci krystalicznej oddzielona podwójna sól chlorocynkowa związku dwuazowego odfiltruje się i suszy przy 40—50°C.

Celowo rozcieńcza się ona przed lub po suszeniu odpowiednimi środkami.

Przykład II. Otrzymany z ciała *p*-aminoazowego *p*-nitrobenzeno-azo-3-amino-4-etoksy-1-metylobenzenu przez dwuazowanie w rozcieńczonym kwasie solnym roztwór chłorku dwuazoniowego wysala się solą kuchenną. Oddzielony w postaci

krystalicznej chlorek dwuazoninu odfiltruje się i suszy przy temperaturze około 40—50° i wykończy znanymi metodami.

Przykład III. Roztwór chłorku dwuazoniowego, otrzymanego tak jak w przykładzie I z 300 części związku *p*-aminoazowego, strąca się 75 częściami chłorku cynku i solą kuchenną. Oddzieloną w postaci krystalicznej podwójną sól chlorkocynkową odfiltruje się.

Przykład IV. Otrzymany z 286 części z uzyskanego dwuazowanego *o*-nitroaniliny i 3-amino-4-metoksy-1-metylobenzenu związku aminoazowego, wodny roztwór chłorku dwuazoniowego zadaje się jedną piątą swej wagi 78% kwasem siarkowym. Oddzielony w ten sposób siarczan dwuazoniowy filtruje się przy niskiej temperaturze i suszy z wilgotnym, częściowo odwodnionym siarczanem glinowym.

Przykład V. Roztwór chłorku dwuazowego otrzymany z 302 części związku *p*-amino-azowego *p*-nitrobenzeno-azo-2-amino-1,4-dwumetoksybenzeny strąca 100 częściami chłorku cynku i soli kuchennej. Oddzieloną sól podwójną chlorocynkową chłorku dwuazoniowego suszy się. W odpowiedni sposób można oddzielać chlorek dwuazonowy jako podwójną sól chłorku cynku od 320 części nitrobenzeno-azo-2-amino-1,4-dwumetoksybenzeny.

Przykład VI. Roztwór chłorku dwuazoniowego, otrzymany z 326 części dwuazowanej *o*-chloroaniliny i 1-amino-2-etoksy-naftalenu, przerabia się według poprzedniego przykładu na stałą sól dwuazową.

Przykład VII. W otrzymanym z 302 części *p*-aminoazowego *p*-nitrobenzeno-azo-2-amino-1,4-dwumetoksybenzeny roztworze chłorku dwuazoniowego rozpuszcza się 900 części bezwodnego siarczany sodowego, a następnie roztwór wyparowuje się do sucha w temperaturze około 50°C w próżni.

Przykład VIII. Roztwór chłorku dwuazoniowego, otrzymanego z 286 części

związku *p*-aminoazowego *p*-nitrobenzeno-azo-3-amino-4-*p*-metoksy - 1 - metylobenzenowego, zadaje się ciepłym stężonym roztworem 572 części benzenosulfonianu sodu. Wydzielająca się przy ostudzeniu sól dwuazowa odfiltrowuje się przy niskiej temperaturze.

Wszelkie sole dwuazowe są to bronzowo zabarwione proszki, rozpuszczalne w wodzie w kolorze brązowym.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania stałych związków

dwuazowych, znamienny tem, że otrzymane ze związków *p*-aminoazowych, które nie zawierają grup sulfonowych lub karboksylowych, lecz w położeniu o do grupy aminowej zawierają grupy alkyloksylowe, aralkyloksylowe lub aryloksylowe, związki jedno-dwuazowe oddziela się w stanie stałym jako chlorki, siarczany, podwójne sole metali lub arylo-siarczany.

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