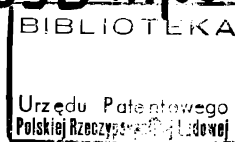


10 września 1929 r.

URZĄD PATENTOWY



C09b 17/00



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIŚ PATENTOWY

Nr 10385.

Kl. 22 ^{α, 17/00}

J. R. Geigy A. - G.
(Bazylea, Szwajcaria).

Sposób wytwarzania odpornych na alkalia kwaśnych barwników rzędu fenonaftosafraniny.

Patent dodatkowy do patentu Nr 8265.

Zgłoszono 10 lutego 1928 r.

Udzielono 30 kwietnia 1929 r.

Pierwszeństwo: 19 lutego 1927 r. (Niemcy).

Najdłuższy czas trwania patentu do 10 stycznia 1943 r.

W patencie głównym opisane były czy-
sto niebieskie barwniki kwaśne na wełnę
rzędu fenonaftosafraniny, które obok bar-
dzo dobrej odporności na działanie świa-
tła i własności wyrównywania posiadają
cenną własność zupełnej odporności na al-
kalja. Dowiedziono w patencie tym, że
przyczyna odporności na alkalia polega na
położeniu orto jednej sulfogrupy względem
mostkowego azotu (16 położenie), gdyż
stosowanie jedynie całkowicie określonych
sulfokwasów asymetrycznie *N*-alkylizowa-
nych *p*-fenylenodiaminów ma skutek po-
wyższy.

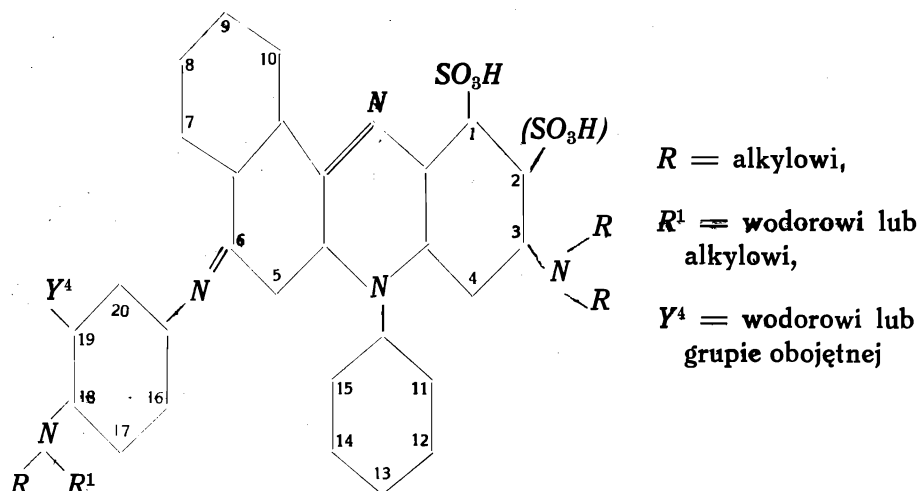
Nieoczekiwanie spostrzeżono, że te sa-

me odporne na działanie alkaliów barwni-
ki wytwarzać można kwasem sulfonowym
w orto- (16-) położeniu też w ten sposób,
że pewne w przyłączonej asymetrycznie
N-alkylizowanej *p*- reszcie fenylenodiami-
ny niesulfonowane fenonaftosafraniny trak-
tuje się środkami sulfurującymi.

Skutek tego sulfonowania w położeniu
16 wpływa jednak nietylko na tworzenie
odpornych na alkalia barwników, lecz rów-
nież na znaczne ulepszenie barwy, gdyż z
mętnych i barwiących na czerwono-nie-
bieski kolor produktów przed sulfonowa-
niem powstały bardzo czyste i zielonawo-
niebieskie barwniki po sulfonowaniu.

Jako materiały wyjściowe nadają się jednosulfokwasy lub dwusulfokwasy feno-

naftosafraniny, które wyprowadzają się z następującego wzoru ogólnego.



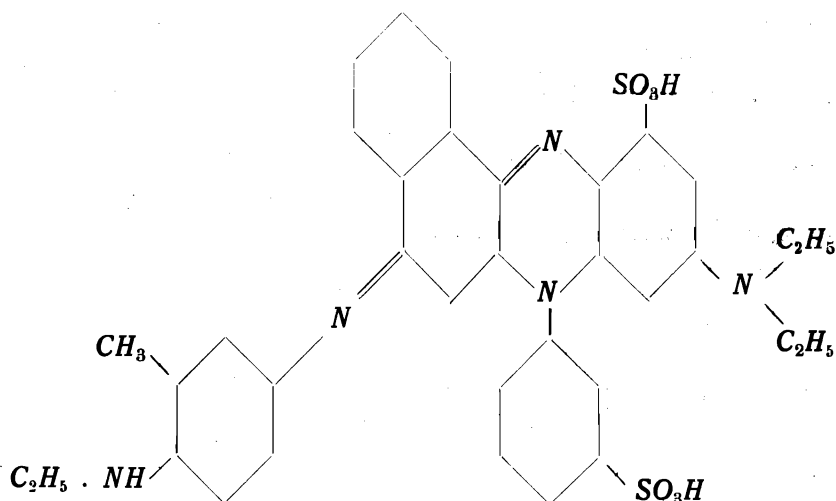
przyczem druga sulfogrupa znajdować się może w położeniach 8 albo 9 albo 11 do 15. Dobre wyniki daje podstawianie obojętnej ciała w położeniu 19, które sulfogrupę zdoła łatwo skierować do położenia para (—16—), jak np. alkyl, chlor, oksalkyl. Podczas gdy grupa isorosindulinaminów w położeniu 3 ma być dwualkylizowana, grupa aminowa przy utlenionym rdzeniu fenylendiaminy może być dwualkylizowana albo jednoalkylizowana; wyłączone są barwniki z wolną grupą aminową.

Na tworzenie się kwaśnych barwników na wełnę rzędu fenonaftosafraniny zapomocą sulfonowania podobnych materiałów wyjściowych, jak tutaj, wskazano już w niemieckich opisach patentowych Nr 97 365 i 97 396. Stosuje się tam dawno znany skutek sulfonowania do rozpuszczenia trudnorozpuszczalnych barwników i mówi jedynie, że otrzymane barwniki są łatwo rozpuszczalne i barwią wełnę w kwaśnej kąpieli. Stwierdzono, że otrzymane według opisów tych niebieskie barwniki kwaśne dają kolory wrażliwe na alkalia, których odcienie mało odróżniają się od barw-

ników wyjściowych. Poza tem barwniki wyjściowe, otrzymane sposobem niniejszego patentu, w obu powyższych opisach patentowych nietylko nie są opisane, lecz również produkty sulfonowane nie są opisane i tylko ogólnikowo wspomniane, lecz nie zastrzeżone. Również sulfokwasy wytworzone według francuskiego patentu Nr 573 368, przykład 3, są barwnikami, zabarwiającymi na kolory wrażliwe na alkalia, pomimo że tam ze względu na sulfogrupę stojącą w orto położeniu względem azotu azyny według znanych analogij można było spodziewać się zabarwień odpornych na alkalia. We wszystkich tych przypadkach chodzi o barwniki fenonaftosafraniny, których wolna grupa aminowa znajduje się w przyczepionej reszcie *p*-fenylendiaminy. Sulfonowanie takich pochodnych jest tu jednak niemożliwe tak, że nie można tu stosować jednakowych sposobów.

Sulfonowania dokonywa się zapomocą słabo dymiącego kwasu siarkowego albo nawet jednowodzianu kwasu siarkowego.

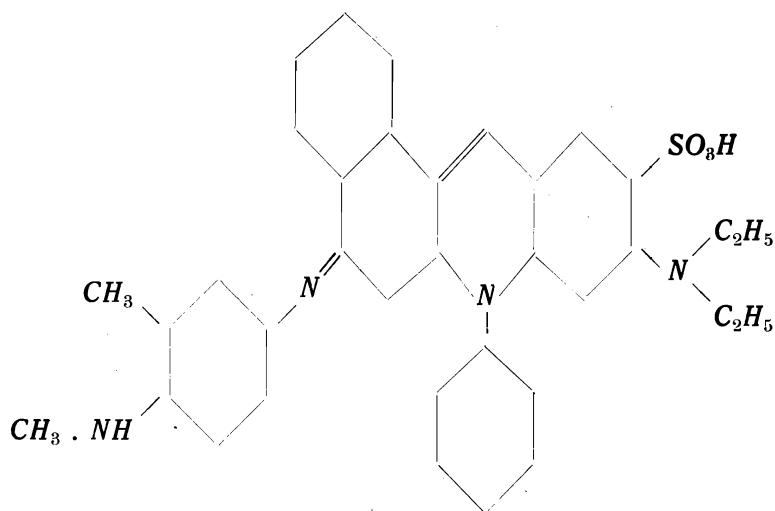
Przykład I. 20 części rozpuszczalnego w wodzie barwnika wzoru



doprowadza się do czterokrotnej ilości oleum 20%-owego przy 30°C i utrzymuje przez przeciąg 3 — 4 godzin przy temperaturze 50 — 70°C. Masę do sulfonowania wprowadza się do mieszaniny lodu i soli kuchennej i odsącza wydzielony kwas trójsulfonowy. Kwas ten rozpuszcza się w odpowiedniej ilości roztworu sodu i osadza solą kuchenną. Proszek koloru brązu rozpuszcza się bardzo łatwo w wodzie na nie-

biesko w stężonym kwasie siarkowym na zielono i barwi wełnę w kąpeli siarkowo-kwaśnej w czystych zielonawo-niebieskich kolorach o znakomitej odporności na alkalia, podczas gdy barwnik wyjściowy barwi w kolorach mętniejszych, czerwono-niebieskich wrażliwych na alkalia.

Przykład II. Kwas 2-sulfonowy 3-dwuetylifenonaftosafraniny budowy



sulfonuje się tak, że kwas jednosulfonowy wprowadza się do 5-cio krotnej ilości oleum 20%-owego i następnie nagrzewa przez przeciąg 6 — 7 godzin do 80 — 90°C.

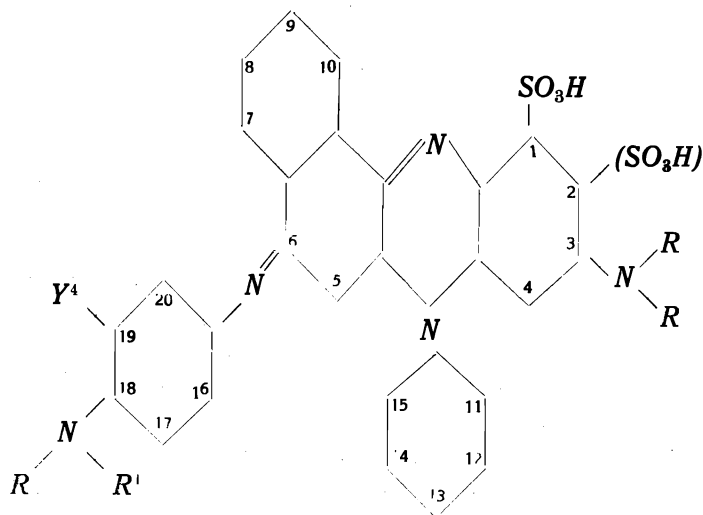
Masę sulfonową wlewa się do lodu, ssie wolny kwas dwusulfonowy 2.16 i zamienia na sól sodową. Barwnik barwi wełnę w kwaśnej kąpeli w kolorach czysto niebie-

skich o znakomitej odporności na działanie alkaliów i światła i jest identyczny z barwnikiem przykładu I patentu głównego.

Zastrzeżenie patentowe.

Odmiana sposobu według patentu Nr

8 265 do wytwarzania odpornych na alkalia kwaśnych barwników rzędu fenonaftosafraniny, znamienna tem, że traktuje się środkami sulfonującymi sulfokwasy trzy lub cztery alkylofenonaftosafraniny wzoru powszechnego,



R = alkylowi,

R' = wodorowi lub alkylowi,

Y^4 = wodorowi lub grupie obojętnej

w których jedna sulfogrupa znajduje się w 1 albo 2 położeniu, druga sulfogrupa w położeniach 8 albo 9, 11 do 15.

J. R. Geigy A.-G.
Zastępca: Inż. M. Zoch,
rzecznik patentowy.

