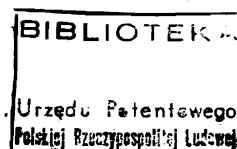
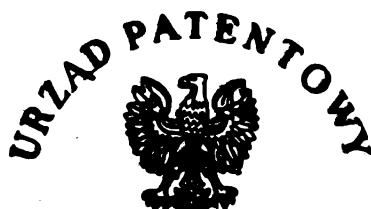


C0916 9/04



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 45842

Kl. 22 ^{a, 9/04} ~~6-1~~

Instytut Przemysłu Organicznego*)

Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania indygosoli z barwników kadziowych łatwo redukujących się

Patent trwa od dnia 9 sierpnia 1960 r.

Jeden z najdawniej znanych sposobów przetwarzania barwników kadziowych w sole estrów kwasu siarkowego leukozwiązków tych barwników (indygosole) polega na działaniu na barwnik kadziowy kwasem chlorosulfonowym i proszkiem metalu w środowisku III-rzędowej zasady organicznej, jak pirydyna, pikoliny, dwumetyloformamid i inne. Postępuje się przy tym następująco: kwas chlorosulfonowy wkrapla się do III-rzędowej zasady organicznej, utrzymując temperaturę w granicach 0—20°C przez intensywne chłodzenie, po czym do masy reakcyjnej dodaje się dobrze zmielony i starannie wysuszony barwnik kadziowy oraz proszek metalu, np. żelaza, a następnie podnosi się temperaturę do 50—55°C i utrzymuje ją aż do zakończenia procesu.

Sposób ten dla niektórych barwników ka-

dziowych, zwłaszcza należących do łatwo redukujących się, np. z grupy pochodnych tioindyga, nie daje zadowalających wyników na skutek występowania bliżej niewyjaśnionych jeszcze reakcji ubocznych, przez co wydajność indygosolu zmniejsza się.

Wiadomo, że im temperatura reakcji jest wyższa, tym produkty reakcji ubocznych występują w większej ilości, a otrzymywany indygosol jest bardziej zanieczyszczony. Obniżenie temperatury reakcji nieco wprawdzie poprawia wydajność indygosolu, jednak zarazem znacznie przedłuża czas trwania procesu i czyni go przez to ekonomicznie nieopłacalnym.

Sposób według wynalazku pozwala na otrzymanie również i z barwników kadziowych łatwo redukujących się indygosole z wysoką wydajnością w stosunkowo krótkim czasie, unikając przy tym reakcji ubocznych. Polega on na tym, że kwas chlorosulfonowy wprowadza się szybko do III-rzędowej zasady orga-

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest mgr inż. Jerzy Jaros.

nicznej w temperaturze około 100°C, a następnie po dodaniu barwnika kadziowego ogrzewa masę reakcyjną do temperatury 100—110°C w ciągu około pół godziny w celu osiągnięcia spęczenia barwnika i homogenizacji masy, po czym oziębia do temperatury 20—50°C, dodaje porcjami proszku metalu, a następnie po całkowitym przereagowaniu barwnika kadziowego podniesie ją do 50—65°C w celu doestryfikowania tej części barwnika kadziowego, która ulega redukcji.

Temperatura masy reakcyjnej przy dodawaniu proszku metalu oraz podczas właściwej reakcji powinna mieścić się w przedziale 20—50°C i być tym niższa, im łatwiej przerabiany barwnik ulega redukcji, to znaczy im potencjał redukcyjno-oksydacyjny barwnika kadziowego mierzony w środowisku pirydyny przy użyciu elektrody platynowej w odniesieniu do elektrody Ag/Ag^+ (0,0475 molowy roztwór $AgNO_3$ w pirydynie) jest mniejszy w wartościach bezwzględnych od — 0,25 V (określenie potencjału redox według W. Marshalla i R. H. Petersa Jour. Soc. Dyers and Colour. tom 68, 1952 rok str. 289).

Dalsza przeróbka masy reakcyjnej po zakończeniu podstawowej reakcji jest identyczna, jak w znanych metodach wytwarzania indygosoli, to jest po zalkalizowaniu i oddestylowaniu zasady organicznej oddziela się gotowy leukoester w postaci soli sodowej od szlamu przez sączenie wodnego roztworu na gorąco.

Przykład. Pod powierzchnię 75 części wagowych bezwodnej pirydyny wprowadza się 17,5 części wagowych kwasu chlorosulfonowego tak, aby temperatura masy reakcyjnej dochodziła do około 100°C, a następnie dodaje się 10 części wagowych wysuszonego i zmielonego 100%-go bis (4,5-benzo) tionaftenindyga, po czym, ciągle mieszając zawiesinę, utrzymuje się temperaturę około 110°C przez około pół godziny, aż masa reakcyjna zgęstnieje na skutek spęczenia barwnika. Wówczas obniża się temperaturę do około 40°C i dodaje porcjami 6 części wagowych proszku żelaza. Temperaturę

reakcji 40—42°C utrzymuje się przez 1—2 godziny, aż masa stanie się rzadka, poczym podnosi się temperaturę do 55—60°C i utrzymuje przez następne 3—4 godziny, aż do zakończenia reakcji, gdy masa ponownie zgęstnieje na skutek wydzielania się żółtego krystalicznego produktu reakcji oraz kompleksowego związku chlorku żelazawego z pirydyną. Wówczas masę reakcyjną przenosi się do roztworu 27 części wagowych sody w 350 częściach wagowych wody o temperaturze 70°C i po ustaniu wydzielania się dwutlenku węgla ochładza zawiesinę do 30°C i oddestylowuje pirydynę pod próżnią. Z pozostałości po destylacji odsąca się surowy indygosol, przenosi placek filtracyjny do około 650 części wagowych wody i po dodaniu 1 części wagowej węgla aktywnego odsąca produkt reakcji od szlamu w temperaturze 90°C. Gotowy produkt wysala się z przesączu i suszy pod próżnią w temperaturze 65°C. Wydajność soli sodowej leukoestru kwasu siarkowego bis(4,5-benzo)tionaftenindyga wynosi ponad 90%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania indygosoli z barwników kadziowych łatwo redukujących się przy zastosowaniu III-rzędowej zasady organicznej i kwasu chlorosulfonowego, znamieny tym, że kwas chlorosulfonowy wprowadza się szybko do III-rzędowej zasady organicznej pod jej powierzchnię w temperaturze około 100°C, po czym dodaje się barwnika kadziowego i temperaturę masy reakcyjnej utrzymuje się jeszcze przez około pół godziny w granicach 100—110°C, a następnie masę reakcyjną chłodzi się do temperatury 20—50°C i dodaje proszku metalu, zwłaszcza żelaza, utrzymując temperaturę w tych granicach do całkowitego przereagowania barwnika kadziowego, po czym temperaturę podwyższa się do 50—65°C i utrzymuje aż do zakończenia reakcji.

Instytut Przemysłu
Organicznego