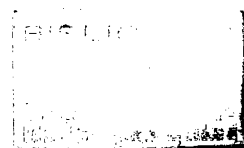


URZĄD PATENTOWY



C09 b 17/00

# RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

## OPIS PATENTOWY

Nr 1761.

Kl. 22 <sup>0,17/00</sup>

Actien-Gesellschaft für Anilin-Fabrikation  
(Berlin, Niemcy).

### Sposób otrzymywania barwników.

Zgłoszono 23 listopada 1921 r.

Udzielono 11 marca 1925 r.

Wykryto, że można otrzymać barwnik nader trwały, mogący zyskać zastosowanie w charakterze barwnika bezpośredniego lub kadziowego, drogą kondensacji przez ogrzewanie, ewentualnie w obecności środka wiążącego kwasy, *p*-dwuazynów (np. fenazyny, naftazyny), które w położeniu para łączą się w azot azimowy, zastąpione przez grupę zawierającą wodór, dającą się zastąpić metalem (np. eurhodole, porównaj Kehrman, Ber. d. deutsch. chem. Ges. 23 S. 2453, Zinke, Annalen 412, S 106), z podstawionymi w położeniu 2 chlorowcami chinonami 1,4 lub naftsultamochinonami.\*) Reakcję można ułatwić przez dodanie środków utleniających lub przepuszczanie powietrza. Przy użyciu chinonów 1,4 podstawionych w położeniu 2,3 chlorowcami, zastosowanie środków u-

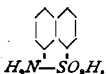
tleniających jest zbyteczne; przy użyciu eurhodolów chlorowcowanych dodanie metalu bywa korzystnym.

Przykład I. Pięć części eurhodolu z 2-oksy-1,4-naftochinonu oraz 1, 2-dwuaminobenzolu ogrzewa się w ciągu godziny do 120—130° C, mieszając i przepuszczając powietrze, z czterema częściami 2-chloro 1,4-naftochinonu, dwiema częściami bezwodnego octanu i stu częściami nitrobenzolu. Po ochłodzeniu powstały barwnik sący się, resztę otrzymuje się po

\*) Naftsultam — związek o wzorze:



otrzymywany z kwasu naftosulfanilowego o wzorze:



przez odczepienie 1 cząsteczki wody,

odpędzeniu benzolu. Proszek żółty barwnika roztwarza się w stężonym kwasie siarkowym, dając barwę brunatno-pomarańczowo-czerwoną. W kadzi o barwie pomarańczowej bawełna barwi się na kolor żółty, odporny na działanie chloru i mydła.

Przepuszczania powietrza przez mieszaninę reagującą można zaniechać, gdy dodać 6 części sublimowanego chlorku żelazowego.

Przykład II. 21 części oksytoluolfenazyny, (otrzymanej z 2-oksy-5-metylo-4-benzochinonu i 1—2 dwuaminobenzolu) ogrzewa się do 120° C w ciągu 2 godzin z 23 częściami 2.3-dwuchloro-1.4 naftochinonu, 20 cz. bezwodnego octanu sodu, 1 cz. chlorku miedziowego i 400 cz. nitrobenzolu. W roztworze, odsączonym na gorąco, po ochłodzeniu osadza się barwnik w postaci żółtych igiełek, resztę produktów kondensacji otrzymuje się po odpędzeniu rozpuszczalnika parą wodną. Barwnik tworzy z alkalicznym i hydrosiarczynem kadź o barwie żółtej.

Przykład III. 25 części eurhodolu 2-oksy-1.4 naftochinonu i 1.2-dwuaminobenzolu ogrzewa się, mieszając, do 140° z 22 cz. octanu sodu, bezwodnego i 80 cz. nitrobenzolu. Wkrótce powstaje zabarwienie brunatno-żółte, które stopniowo staje się czysto żółtem. Po godzinie barwnik przerabia się jak w przykładzie I.

Przykład IV. 25 części, użytego w przykładzie III, eurhodolu ogrzewa się stopniowo do wrzenia z 12,5 cz. chloraniliny i 200 cz. nitrobenzolu. Wydziela się obficie chlorowodor i produkt kondensacji osadza się w postaci żółtych igiełek. W kadzi czerwonej hydrosiarczynowej bawełna barwi się na kolor żółty. Przy dłuższym pozostawieniu na powietrzu, a szczególnie przez działanie chloru lub innych środków utleniających zabarwienie przechodzi w barwę mocno brunatno-żółtą.

Przykład V. 27 części eurhodolu z

2.3-dwuchloro-1.4-naftochinonu i 1,2-dwuaminobenzolu gotuje się kilka godzin z 23 częściami 2.3-dwuchloro-1.4-naftochinonu, 15 częściami bezwodnego octanu sodu, 12 cz. bronzu miedzianego i 300 częściami etylobenzolu. Rozpuszczalnik odpędza się z parą wodną i produkt reakcji wygotowuje w rozcieńczonym ługu sodowym. Pozostałość koloru żółtego zostaje uwolniona od miedzi przez rozpuszczenie w alkalicznym roztworze hydrosiarczynu. Barwnik barwi bawełnę na kolor żółty w kadzi hydrosiarczynowej.

W podobny sposób przebiegają reakcje przy kondensacji związków podobnych. Tak np. przez kondensację 2.3-dwuchloro-1.4-naftochinonu z eurhodolem z 2.3-dwuchloro-1.4-naftochinonu i 1.2-dwuaminonafталiny otrzymuje się barwnik o barwie pomarańczowo-żółtej.

Przykład VI. 3 części naftsultamo-3.4-fenazyny, 2,3 części 2.3-dwuchloro-1.4-naftochinonu, 2 cz. bezwodnego octanu sodu i 80 cz. nitrobenzolu ogrzewa się w ciągu dwóch godzin w 140—150° C. Po ochłodzeniu powstały barwnik pod postacią igiełek o kolorze brunatno-żółtym sączy się. W kadzi hydrosiarczynowej bawełna barwi się na jasny kolor żółty o odcieniu zielonawym, odporny na działanie chloru i mydła.

Przykład VII. 25 części stosowanego w przykładzie 3 eurhodolu ogrzewa się w 120° C w ciągu godziny z 30 cz. 2.3-dwuchlor-4-naftsultamochinonu, 20 cz. bezwodnego octanu sodu i 600 cz. nitrobenzolu. Po ochłodzeniu barwnik się odsąca. W kwasie siarkowym rozpuszcza się, dając roztwór o barwie pomarańczowo-czerwonej. W kadzi hydrosiarczynowej o kolorze brunatno-czerwonym siarczynu bawełna barwi się na kolor o odcieniu żółto-brunatnym, który pod działaniem chloru przechodzi w pomarańczowy.

Ten sam barwnik można otrzymać, gdy w poprzednim przykładzie dwuchloro-

naftsultamochinon zastąpić jednochloro-sultamochinonem.

Przykład VIII. 3 cz. naftsultamo-3.4-fenazyny 2,6 cz. chloraniliny, 2 cz. bezwodnego octanu sodu i 80 cz. nitrobenzolu w ciągu godziny ogrzewa się w 100°. Powstaje roztwór czerwony, w którym osadzają się kryształy, które po ochłodzeniu odsączamy. Produkt kondensacji tworzy kadt hydrosiarczynową o barwie oliwkowo-brunatnej, która barwi bawełnę na kolor żółty. Ponieważ barwnik powstał przez kondensację równych ilości cząsteczkowych aziny i chloraniliny, więc posiada jeszcze dwa atomy chloru w pierścieniu benzołowym, co czyni go zdolnym do dalszej kondensacji z oksyazinami i tym podobnymi związkami.

Przykład IX. 9 cz. otrzymanego według przykładu VIII barwnika ogrzewa się w 120—140° C, mieszając w ciągu dwóch godzin, z 6 cz. naftsultamo-3.4-fenazyny, 4 cz. octanu sodu i 200 cz. nitrobenzolu. Po ochłodzeniu barwnik wykrystalizowany

odsącza się. W kadzi o kolorze oliwkowo-brunatnym bawełna barwi się na kolor brunatno-żółty, pod działaniem chloru przechodzi w pomarańczowy.

#### Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania barwników, znamieny tem, że związki *p*-dwuazynowe (fenazyna, naftazyna), które w położeniu para w stosunku do azotu (azonowego) zastąpione są przez grupę, posiadającą wodór, dający się zastąpić metalem (np. eurhodole, naftsultamofenazyny), poddają się kondensacji przez ogrzewanie z 1.4-chinonami lub naftsultamochinonami, podstawionemi w położeniu 2 chlorowcami, ewentualnie w obecności środków, wiążących kwasy, metalu oraz środka utleniającego.

Actien-Gesellschaft  
für Anilin-Fabrikation.  
Zastępca: M. Skrzypkowski,  
rzecznik patentowy.