

10 października 1932 r.

2

URZĄD PATENTOWY



C 09b 7/00

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIIS PATENTOWY

Nr 16489.

Kl. 22 ^{a, 7/00} ~~7/00~~

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

**Sposób otrzymywania trwałych, w wodnych alkaliach trudnorozpuszczalnych związków
odtlenionych z barwników szeregu tioindygowego.**

Zgłoszono 1 kwietnia 1930 r.

Udzielono 4 czerwca 1932 r.

Pierwszeństwo: 15 kwietnia 1929 r. (Niemcy).

Wiadomo, że barwniki indygoidowe dają się zapomocą alkalicznych środków odtleniających przeprowadzić w tak zwane leuko-związki, rozpuszczające się wogóle łatwo w alkaliach wodnych i przemieniające się znowu łatwo nawet już pod działaniem tlenu powietrza w barwniki. Dotychczas wytwarza się leuko-związki w roztworze wodno-alkalicznym, t. j. w postaci kadzi, stosowanej następnie w sposób zwykły do barwienia wyrobów tkackich.

Obecnie wykryto, że barwniki symetryczne lub asymetryczne szeregu tioindygowego, podstawione w cząsteczce co naj-

mniej jeden raz przez chlorowec, grupę alkylową lub alkoksy-grupę, można w pewnych warunkach przeprowadzić w produkty odtlenione, które różnią się od znanych leuko-związków wybitną trwałością na powietrzu lub na działanie tlenu i są trudno-rozpuszczalne lub nierozpuszczalne w alkaliach wodnych.

Trwałe związki odtlenione wymienionego typu można otrzymać w myśl wynalazku, przeprowadzając redukcję barwników wymienionych w obecności mniejszych ilości alkaliów, aniżeli się je stosuje w technice przy wytwarzaniu roztworu kadziowe-

go. Ilość alkaliów, stosowana przy sposobie według wynalazku waha się w pewnych granicach. Przy niektórych barwnikach można używać prawie tyle alkaliów, ile się ich stosuje zwykle przy wytwarzaniu roztworu kadziowego. W tych przypadkach jest koniecznem, o ile masa reakcyjna się jeszcze nie wydzieliła, strącać trwałe leuko-związki przez dodatkowe traktowanie masy reakcyjnej zapomocą kwasu.

Przy innych barwnikach tego samego szeregu wystarczają o wiele mniejsze ilości alkaliów, aniżeli się je stosuje w technice do wytwarzania roztworu kadziowego. W tych przypadkach leuko-związki wydzielają się prawie zawsze bezpośrednio, t. j. bez następnego traktowania kwasem.

Jako alkalicznie działające środki można stosować, np. ług sodowy, ług potasowy, sodę lub amoniak, jako kwasy dla traktowania dodatkowego, np. kwas siarkawy. Przy barwnikach o formie, dającej się początkowo trudno odtlenić, poleca się dodawać do mieszaniny reakcyjnej alkohol lub podobnie działający środek.

Otrzymane w ten sposób trwałe związki odtlenione przedstawiają ciała bardzo odporne. Nie przemieniają się one ponownie w barwnik, na przykład, pod działaniem tlenu powietrza. Są one dalej praktycznie nierozpuszczalne w alkaliach wodnych.

Przykład I. 1 kg 4,4'-dwumetylo-6,6'-dwuchlorotioindyga zarabia się na pastę wodną 50 litrami wody i ogrzewa po dodaniu 1200 g ługu sodowego o 40°Bé do 70—75°C. Skoro temperatura ta zostaje osiągnięta, dodaje się 1 kg podsiarczyny bezwodnej i miesza się w ciągu pewnego czasu. Wydziela się brunatno zabarwione ciało prawdopodobnie o ketonowym wzorze strukturalnym.

Otrzymany trwałe produkt odtlenienia 4,4' - dwumetylo - 6,6' - dwuchlorotioindyga jest praktycznie nierozpuszczalny w alkaliach wodnych nawet i na ciepło, natomiast

rozpuszcza się w dużych ilościach alkoholu lub kwasu octowego lodowatego; w stężonym kwasie siarkowym rozpuszcza się łatwo, zabarwiając go zielono.

Przykład II. Wykonanie jak w przykładzie I, a ług sodowy zastępuje się przez 1,5 kg sody kalcynowej. Po następnym dwugodzinnem mieszaniu przy 90°C reakcja jest skończona.

Przykład III. Zastępując w przykładzie I ług sodowy przez 2 kg 20%-owego amoniaku i mieszając mieszaninę reakcyjną 3½ godziny przy 70 — 75°C, otrzymuje się ten sam wynik.

Przykład IV. 1 kg 6,6-dwuetoksytioindyga zarabia się na ciasto z 1200 g ługu sodowego o 40°Bé i 50 litrami wody i ogrzewa do 70 — 75°C. Po dodaniu 700—1000 g podsiarczyny miesza się jeszcze przez czas krótki i wpuszcza kwas siarkawy aż do kwaśnego odczynu na lakmus. Wydzielony produkt odtleniony jest nierozpuszczalny w alkaliach wodnych.

Z takim samym skutkiem można zamiast kwasu siarkawego wprowadzać kwas węglowy, dopóki cała ilość alkaliów nie zostanie przeprowadzona w dwuwęglan.

Przykład V. 1 kg 4,4'-dwumetylo-5,6,5',6'-czterochlorotioindyga ogrzewa się z 1 kg ługu sodowego o 40°Bé i 50 litrami wody do temperatury 60—65°C. Następnie dodaje się 600 g podsiarczyny sodowej i miesza się przez czas krótki przy 60—65°C. Wydzielony związek odtleniony odsącza się i przemywa aż do odczynu obojętnego. Jest on praktycznie nierozpuszczalny w alkaliach wodnych. W sposób podobny otrzymuje się trwałe związki odtlenione 6,6'-dwuchlorotioindyga i 6,6'-dwuchloro-4-metylotioindyga.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania trwałych, w wodnych alkaliach trudnorozpuszczalnych związków odtlenionych z barwników sze-

regu tioindygowego, znamienny tem, że poddaje się redukcji takie barwniki symetryczne lub asymetryczne szeregu tioindygowego w roztworze alkalicznym, które są podstawione co najmniej jeden raz przez chlorowiec, grupę alkylową lub alkoksogrupę, przyczem alkalja stosuje się w mniejszych ilościach, aniżeli się je używa

przy wytwarzaniu roztworu kadziowego z barwników wymienionych.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.