

Warszawa, 10 sierpnia 1935 r.

URZĄD PATENTOWY



C 096 31/02

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 21738.

Kl. 22 a, 31/02

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

Sposób wytwarzania barwników orto-disazowych.

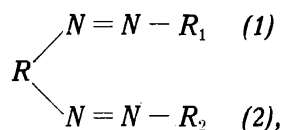
Zgłoszono 29 stycznia 1934 r.

Udzielono 24 czerwca 1935 r.

Pierwszeństwo: 2 lutego 1933 r. (Niemcy).

Stwierdzono, że otrzymuje się cenne barwniki orto-disazowe, dwuazując produkty podstawienia 2-amino-1,1'-azobenzenu i sprzęgając otrzymane związki dwuazowe z aryloidami kwasu oksyarylokarbonowego, z estrami lub aryloidami kwasu β -ketonokarbonowego lub z pochodnymi pyrazolonów. Jeżeli barwniki te wytwarza się na włóknie, wtedy stosuje się najlepiej składniki, nie zawierające grup, które czyniłyby barwniki rozpuszczalnymi, jak np. grup sulfonowych lub karboksylowych.

Barwniki, otrzymane według niniejszego wynalazku, odpowiadają prawdopodobnie następującemu wzorowi ogólnemu:



w którym R i R_1 oznaczają podstawione reszty benzenu, a R_2 — resztę arylidu kwasu oksyarylokarbonowego, resztę estru lub arylidu kwasu β -ketonokarbonowego lub pochodnej pyrazolonu.

Barwniki według niniejszego wynalazku można wytwarzać w postaci substancji lub na podłożu.

W przeciwstawieniu do barwników para-disazowych, znanych z francuskiego pa-

tentu Nr 725325 i otrzymywanych przez sprzęganie dwuazowanych związków para-aminoazowych szeregu benzenowego z arylidami kwasu 2,3-oksynaftoesowego, barwniki według niniejszego wynalazku odznaczają się znacznie lepszą trwałością na gotowanie w ługach.

Przykład I. Włókno bawełniane napawa się w sposób zwykły następującym roztworem zaprawowym: 12 części wagowych 1-(2',3'-oksynaftoyloamino)-2-metylo-4-chlorobenzenu miesza się z 36 częściami objętościowymi ługu sodowego o 34°Bé, 24 częściami objętościowymi 50%-owego oleju tureckiego sodowego, 500 częściami objętościowymi gorącej wody i dopełnia wodą do 1000 części objętościowych. Następnie wywołuje się następującym roztworem dwaazowym: 2,8 części wagowych 4-metylo-2-amino-2',4'-dwuchloroazobenzenu miesza się z 5,2 części objętościowych kwasu solnego o 22°Bé i wodą lodową, poczem zadaje się otrzymaną mieszaninę 0,7 części wagowych azotynu sodowego, rozpuszczonego w wodzie. Po skończonem dwuazowaniu dopełnia się roztwór dwuazowy wodą do 800 części objętościowych i zobojętnia zapomocą octanu sodowego. Po przemyciu i spraniu we wrzącym roztworze mydła otrzymuje się bordoczerwone zabarwienie o bardzo dobrej trwałości na pranie i działanie chloru.

Przykład II. Włókno bawełniane zaprawia się według przykładu I zapomocą 5 części wagowych 2,3-oksynaftoyloaminobenzenu, 7,5 części objętościowych ługu sodowego o 30°Bé, 10 części objętościowych 50%-owego oleju tureckiego i 5 części objętościowych 33%-owego aldehydu mrówkowego. Następnie wywołuje się następującym roztworem dwaazowym: 3,1 części wagowych 5-metylo-4-metoksy-2-amino-2',4'-dwuchloroazobenzenu dwuazuje się i zobojętnia jak w przykładzie I. Po płókanu i traktowaniu wrzącym roztworem mydła otrzymuje się czerwono-brunatne zabarwienie

o bardzo dobrej trwałości na pranie i działanie chloru.

Przykład III. 3,1 części wagowych 5-metylo-4-metoksy-2-amino-2',5'-dwuchloroazobenzenu miesza się z 5,2 części objętościowych kwasu solnego o 22°Bé i wodą lodową i zadaje otrzymaną mieszaninę 0,7 części wagowych azotynu sodowego, rozpuszczonego w wodzie. Po skończonem dwuazowaniu dodaje się wody w celu rozpuszczenia mieszaniny i sprzęga, po zakwaszeniu kwasem octowym, z 2,2 części wagowych drobno rozdzielonego o-chloroanilidu kwasu acetylooctowego. Odsączony pod ciśnieniem i przemyty barwnik stanowi żółty proszek.

Przykład IV. Roztwór dwuazowy, wymieniony w przykładzie III, sprzęga się z 1,8 części wagowych drobno rozdzielonego 1-fenilo-3-metylo-5-pyrazolonu. Odsączony pod ciśnieniem i przemyty barwnik stanowi czerwony proszek.

Przykład V. Włókno bawełniane napawa się roztworem zaprawowym według przykładu II. Wywoływanie odbywa się następującym roztworem dwaazowym: 3,2 części wagowych 5-metylo-4-metoksy-2-amino-2'-chloro-4'-nitroazobenzenu dwuazuje się i zobojętnia, jak w przykładzie I. Po płókanu i traktowaniu wrzącym roztworem mydła otrzymuje się głęboko brunatne zabarwienie, dające się bardzo dobrze wywabiać i wykazujące bardzo dobrą trwałość na pranie i działanie chloru.

Stosując do napawania 1-(2',3'-oksynaftoyloamino)-2-metylobenzen zamiast 2,3-oksynaftoyloaminobenzenu, otrzymuje się ciemny oliwkowobrunatny odcień, a przy stosowaniu 1-(2',3'-oksynaftoyloamino)-4-metoksybenzen — głęboki żółtawy brunat. Obydwa wybarwienia dają się bardzo dobrze wywabiać i wykazują bardzo dobrą trwałość na pranie i działanie chloru.

W poniższej tabeli podano szereg dalších barwników orto-disazowych, otrzymanych według niniejszego wynalazku.

związek dwuazowy z	sprzęgnięty z następującym aryli- dem kwasu 2,3-oksynaftoesowego	odcień
5-metylo-4-metoksy-2-amino-4'- chloroazobenzenu	anilidem	czerwono-brunatny
5-metylo-4-metoksy-2-amino-2'- metoksyazobenzenu	"	żółtawo-brunatny
5-metylo-4-metoksy-2-amino-4'- metoksyazobenzenu	"	" "
5-metylo-4-metoksy-2-amino- 2',4'-dwumetyloazobenzenu	"	czerwonawo-brunatny
5-metylo-4-metoksy-2-amino-3'- nitro-4'-metoksyazobenzenu	"	żółtawo-brunatny
5-metylo-4-metoksy-2-amino-2'- metoksy-5'-nitroazobenzenu	"	głęboko brunatny
5-metylo-4-metoksy-2-amino-4'- nitroazobenzenu	"	żółtawo-brunatny
5-metylo-4-metoksy-2-amino- 2',6'-dwuchloro-4'-nitroazoben- zenu	"	głęboko czerwonawo- brunatny
5-metylo-4-metoksy-2-amino-2'- metoksy-4'-nitroazobenzenu	"	" "
5-metylo-4-metoksy-2-amino- 2',5'-dwumetoksy-4'-nitroazo- benzenu	"	żółtawo-brunatny
5-metylo-4-metoksy-2-amino-2'- metylo-4'-nitroazobenzenu	"	głęboko czerwonawo- brunatny
5-metylo-4-metoksy-2-amino-3'- metylo-4'-nitroazobenzenu	"	żółtawo-brunatny
5-metylo-4-metoksy-2-amino- 2',4'-dwunitroazobenzenu	"	głęboko oliwkowo- brunatny
5-metylo-4-etoksy-2-amino-2'- chloro-4'-nitroazobenzenu	"	głęboko brunatny
4,5-dwumetylo-2-amino-4'-nitro- azobenzenu	"	czerwono-brunatny
5-chloro-4-metoksy-2-amino-2'- chloro-4'-nitroazobenzenu	"	głęboko czarno- brunatny
4,5-dwumetoksy-2-amino-2'-chlo- ro-4'-nitroazobenzenu	"	oliwkowo-brunatno- czarny
5-metylo-4-metoksy-2-amino- 2',4'-dwuchloroazobenzenu	<i>p</i> -anizydydem	czerwono-brunatny
" " "	<i>p</i> -chloroanilidem	" "
" " "	β -naftyloamidem	" "
" " "	3-metylo-4-anizydydem	" "

związek dwuazowy z	sprzęgnięty z następującym aryli- dem kwasu 2,3-oksynaftoesowego	odcień
5-metylo-4-metoksy-2-amino-2'- nitro-4'-metyloazobenzenu	anilidem	czerwono-brunatny
5-metylo-4-metoksy-2-amino-2'- nitro-4'-metyloazobenzenu	<i>p</i> -anizydydem	" "
" " "	<i>p</i> -chloroanilidem	" "
" " "	β -naftyloamidem	" "
" " "	3-metylo-4-anizydydem	" "
" " "	2-metylo-4-anizydydem	" "
" " "	<i>p</i> -toluidydem	" "
5-metylo-4-metoksy-2-amino-2'- metoksy-4'-nitroazobenzenu	<i>p</i> -anizydydem	brunatny
" " "	3-metylo-4-anizydydem	"
" " "	2-metylo-4-anizydydem	czarno-brunatny
5-metylo-4-metoksy-2-amino- 2',5'-dwuchloroazobenzenu	<i>p</i> -anizydydem	czerwono-brunatny
" " "	<i>p</i> -toluidydem	" "
5-metylo-4-metoksy-2-amino-2'- metylo-4'-nitroazobenzenu	<i>o</i> -toluidydem	" "
" " "	β -naftyloamidem	ciemnoczerwono- brunatny
" " "	<i>p</i> -anizydydem	ciemnobrunatny
" " "	2-metylo-4-anizydydem	" "
" " "	3-metylo-4-anizydydem	" "
5-metylo-4-metoksy-2-amino-2'- chloro-4'-nitroazobenzenu	2-metylo-4-anizydydem	" "
" " "	3-metylo-4-anizydydem	czarno-brunatny
" " "	2,5-dwumetoksy-anilidem	ciemnobrunatny
" " "	<i>o</i> -anizydydem	czarno-brunatny
" " "	β -naftyloamidem	ciemnobrunatny
" " "	5-chloro-2-toluidydem	czarno-brunatny
" " "	α -naftyloamidem	ciemnobrunatny
" " "	<i>m</i> -nitroanilidem	" "
" " "	<i>p</i> -chloroanilidem	" "
5-metylo-4-metoksy-2-amino-4'- nitroazobenzenu	<i>p</i> -anizydydem	brunatny
" " "	3-metylo-4-anizydydem	"
" " "	<i>p</i> -toluidydem	"
5-metylo-4-metoksy-2-amino-2'- nitro-4'-chloroazobenzenu	anilidem	czerwono-brunatny
" " "	2,5-dwumetoksyanilidem	ciemnoczerwono- brunatny
" " "	<i>o</i> -anizydydem	" "

związek dwuazowy z	sprzęgnięty z następującym aryli- dem kwasu 2,3-oksynaftoesowego	odcień
5-metylo-4-metoksy-2-amino-2'- nitro-4'-chloroazobenzenu	<i>p</i> -anizydydem	czerwono-brunatny
" " "	<i>p</i> -chloroanilidem	czerwono-brunatny
" " "	<i>p</i> -toluidydem	" "
5-metylo-4-metoksy-2-amino-2'- nitro-4'-metoksyazobenzenu	anilidem	miedziowo-brunatny
" " "	<i>p</i> -anizydydem	czerwono-brunatny
" " "	3-metylo-4-anizydydem	" "
" " "	<i>p</i> -chloroanilidem	miedziowo-brunatny
" " "	<i>p</i> -toluidydem	" "
5-metylo-4-metoksy-2-amino-2'- metoksy-5'-nitroazobenzenu	<i>p</i> -anizydydem	czerwonawo-brunatny
" " "	3-metylo-4-anizydydem	" "
" " "	<i>o</i> -toluidydem	khaki
" " "	<i>p</i> -chloroanilidem	czerwono-brunatny
5-metylo-4-metoksy-2-amino- 2',6'-dwuchloro-4'-nitroazo- benzenu	<i>p</i> -anizydydem	ciemnobrunatny
" " "	3-metylo-4-anizydydem	" "
" " "	β -naftyloamidem	" "
" " "	<i>m</i> -nitroanilidem	" "
" " "	<i>p</i> -chloroanilidem	" "
5-metylo-4-metoksy-2-amino-4'- chloro-azobenzenu	2-metylo-4-anizydydem	" "
" " "	<i>p</i> -anizydydem	czerwono-brunatny
" " "	β -naftyloamidem	" "
" " "	<i>m</i> -nitroanilidem	ciemnoczerwono- brunatny
5-metylo-4-metoksy-2-amino- 2',4'-dwumetyloazobenzenu	<i>p</i> -anizydydem	czerwono-brunatny
" " "	3-metylo-4-anizydydem	" "
5-metylo-4-etoksy-2-amino-2'- chloro-4'-nitroazobenzenu	<i>o</i> -toluidydem	ciemnobrunatny
" " "	<i>p</i> -anizydydem	brunatny
" " "	3-metylo-4-anizydydem	czarno-brunatny
" " "	<i>p</i> -chloroanilidem	ciemnobrunatny
4,5-dwumetylo-2-amino-4'-nitro- azobenzenu	<i>o</i> -toluidydem	ciemnoczerwono- brunatny
" " "	<i>p</i> -anizydydem	" "
" " "	3-metylo-4-anizydydem	" "
" " "	<i>p</i> -toluidydem	" "

związek dwuazowy z	sprzęgnięty z następującym aryli- dem kwasu 2,3-oksynaftoesowego	odcień
5-chloro-4-metoksy-2-amino-2'-chloro-4'-nitroazobenzenu	<i>p</i> -anizydydem	ciemnoczerwono-brunatny
" " "	3-metylo-4-anizydydem	" "
" " "	α -naftyloamidem	ciemny fioletowo-brunatny
" " "	<i>p</i> -chloroanilidem	ciemnobrunatny
" " "	<i>m</i> -nitroanilidem	czarno-brunatny
4,5-dwumetoksy-2-amino-2'-chloro-4'-nitroazobenzenu	2-metylo-4-anizydydem	oliwkowy
5-metylo-4-metoksy-2-amino-4'-chloro-5'-metylo-2'-sulfodwumetyloamidoazobenzenu	<i>p</i> -chloroanilidem	czerwono-brunatny
" " "	<i>p</i> -anizydydem	" "
5-metylo-4-metoksy-2-amino-2'-nitro-4'-trójfluorometyloazobenzenu	anilidem	brunatny
" " "	<i>o</i> -anizydydem	ciemnobrunatny
5-metylo-4-metoksy-2-amino-2'-metylosulfonylo-5'-trójfluorometyloazobenzenu	"	czerwono-brunatny
5-nitro-4-metoksy-2-amino-2'-nitroazobenzenu	2-metylo-4-anizydydem	brunatno-czerwony
5-nitro-4-metoksy-2-amino-2'-chloroazobenzenu	<i>p</i> -anizydydem	" "
5-metylo-4-metoksy-2-amino-2',4'-dwubromoazobenzenu	anilidem	czerwono-brunatny
5-metylo-4-metoksy-2-amino-2'-etoksy-4'-nitro-5'-metyloazobenzenu	<i>o</i> -anizydydem	żółtawo-brunatny
5-metylo-4-metoksy-2-amino-4'-fenoksyazobenzenu	anilidem	" "
4,5-dwumetylo-2-amino-2'-chloro-4'-nitroazobenzenu	"	czarno-brunatny
5-metylo-4-metoksy-2-amino-4'- <i>N</i> -metylo-etylosulfoamidoazobenzenu	<i>o</i> -anizydydem	czerwono-brunatny
5-metylo-4-metoksy-2-amino-2'-fenylosulfonylo-4'-nitroazobenzenu	anilidem	brunatny
estru metylowego kwasu 5-metylo-4-metoksy-2-aminoazobenzenu-2'-karbonowego	anilidem	czerwono-brunatny

związek dwuazowy z	sprzęgnięty z następującym aryli- dem kwasu 2,3-oksynaftoesowego	odcień
5-metylo-4-metoksy-2-amino-2'- chloro-5'-nitroazobenzenu	1''-(3'-oksy-7,8-benzokarbazolo- 2'-karbonyloamino)-2''-metylo- 4''-metoksybenzenem	niebiesko-szary
5-metylo-4-metoksy-2-amino-2'- metylo-5'-chloroazobenzenu	" " "	khaki-oliwkowy
5-metylo-4-metoksy-2-amino-2'- metoksy-5'-nitroazobenzenu	1-(2'-oksykarbazolo-3'-karbonylo- amino)-4-chlorobenzenem	żółto-brunatny
5-metylo-4-metoksy-2-amino-2'- nitro-4'-metoksyazobenzenu	1 - (2' - oksyantraceno - 3' - kar- bonyloamino) - 2 - metylo-ben- zenem	oliwkowy
4,5-dwumetoksy-2-amino-2'-chlo- ro-4'-nitroazobenzenu	" " "	czarno-zielony
5-metylo-4-metoksy-2-amino-2'- chloro-4'-metyloazobenzenu	1 - (2' - oksyantraceno - 3' - kar- bonyloamino) - 2 - metyloben- zenem	oliwkowo-zielony
5-metylo-4-metoksy-2-amino-2'- nitro-4'-chloroazobenzenu	1''-(3'-oksy-7,8-benzokarbazolo- 2' - karbonyloamino)-4''-meto- ksybenzenem	kreci

Zastrzeżenie patentowe.

ketonokarbonowego lub z pochodnemi py-
razolonów.

Sposób wytwarzania barwników orto-
disazowych, znamienny tem, że dwuazuje
się produkty podstawienia 2-amino-1,1'-azo-
benzenu i sprzęga w postaci substancji lub
na podłożu z arylidami kwasu oksyarylokar-
bonowego, z estrami lub arylidami kwasu

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