

Warszawa, 7 października 1936 r.

URZĄD PATENTOWY

C 096 29/30



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 23591.

Kl. 22 a, 29/30

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

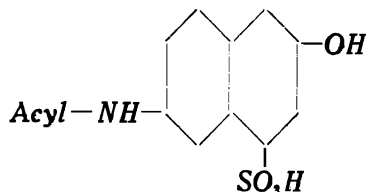
Sposób wytwarzania dających się chromować barwników o-oksyzawowych.

Zgłoszono 29 października 1935 r.

Udzielono 29 lipca 1936 r.

Pierwszeństwo: 10 listopada 1934 r. (Niemcy).

Wykryto, że otrzymuje się cenne, dające się chromować barwniki o-oksyzawowe, jeżeli związki o-oksyzawo-dwuazoniowe sprzęga się z podstawionymi przy azocie pochodnymi acylowymi kwasu 2-amino-6-oksynaftaleno-8-sulfonowego o wzorze:



Nowe te barwniki po chromowaniu dają cenne zabarwienia o doskonałej trwałości.

Kwas 2-amino-6-oksynaftaleno-8-sulfonowy i jego pochodne nie były dotychczas stosowane w technice. Ten kwas sulfonowy można wytwarzać sposobami znanymi, np.

przez odszczepienie grupy dwuazowej od pochodnej nitrowej kwasu 1-dwuazo-2-naftolo-4-sulfonowego i redukcję powstającego kwasu nitro-naftolo-sulfonowego (patrz. Ruggli Helv. chim. acta XII, 1929, str. 1034 i Bategay Bl. (4) 41, 145).

Następujące przykłady i tabele wyjaśniają przedmiot wynalazku niniejszego.

Przykład I. 16,8 kg 6-nitro-4-metylo-2-amino-fenolu dwuazuje się, jak zwykle, i sprzęga w roztworze, słabo zalkalizowanym sodą, z 28,4 kg kwasu 2-acetyloamino-6-oksyzawo-naftaleno-8-sulfonowego, wytworzonego sposobami znanymi przez zacetylowanie kwasu 2-amino-6-oksyzawo-naftaleno-8-sulfonowego. Po skończonym sprzęganiu barwnik odsącza się i suszy. Jest on czarnym proszkiem, który w rozcieńczonym kwasie oc-

towym rozpuszcza się, dając roztwór zabarwiony fiołkowo; w rozcieńczonym roztworze sody wytwarza roztwór, zabarwiony niebiesko, w stężonym zaś kwasie siarkowym — roztwór zabarwiony błękitno-czerwono. Barwnik ten barwi wełnę z kąpieli kwaśnej na błękitno; po chromowaniu otrzymuje się zabarwienie błękitno-szare o doskonałej trwałości.

Przykład II. 22,4 kg kwasu 4-chloro-2-amino-fenolo-6-sulfonowego dwuazuje się i sprzęga z zalkalizowanym sodą roztworem 28,4 kg kwasu 2-acetyloamino-6-oksynaftaleno-8-sulfonowego, otrzymanego według przykładu I. Po skończonym sprzęganiu barwnik wysala się i odsacza. Otrzymany barwnik jest ciemnym proszkiem. Rozpuszcza się on w rozcieńczonym kwasie octowym, dając roztwór zabarwiony czerwono; w rozcieńczonym roztworze sody wytwarza roztwór fiołkowy, w stężonym kwasie siarkowym — również roztwór fiołkowy; barwi on wełnę z kąpieli kwaśnej na czerwono-fiołkowo, a po chromowaniu — na błękitno; odporność tego barwnika jest bardzo dobra.

Jeżeli w przykładzie I lub II zamiast kwasu 2-acetyloamino-6-oksynaftaleno-8-sulfonowego zastosuje się kwas 2-chloro-acetyloamino - 6 - oksynaftaleno - 8 - sulfonowy, to otrzymuje się barwniki o właściwościach podobnych.

Przykład III. 23,4 kg kwasu 4-nitro-2-amino-fenolo-6-sulfonowego dwuazuje się, jak zwykle. Roztwór dwuazoniowy dodaje się do zalkalizowanego sodą roztworu 34,3 kg kwasu 2-benzoylo-amino-6-oksynaftaleno-8-sulfonowego, wytworzonego przez zbenzoylowanie w znany sposób kwasu 2-amino-6-oksynaftaleno-8-sulfonowego w obecności octanu sodowego. Po skończonym sprzęganiu wytworzony barwnik odsacza się. Otrzymany barwnik stanowi czarny proszek; rozpuszcza się on w wodzie, zakwaszonej kwasem octowym, z zabarwieniem czerwonym; w wodzie, zalkalizowanej sodą, — z zabarwieniem fiołkowym, w stę-

żonym zaś kwasie siarkowym — z zabarwieniem błękitno-czerwonym. Barwi on wełnę z kąpieli kwaśnej na kolor błękitny, a po chromowaniu — na oliwkowy. Zabarwienie chromowane wykazuje bardzo dobrą odporność.

Przykład IV. 14,4 kg 4-chloro-2-amino-fenolu dwuazuje się w sposób zwykły. Roztwór dwuazoniowy wlewa się do roztworu 34,3 kg kwasu 2-benzoylo-amino-6-oksynaftaleno-8-sulfonowego, otrzymanego według przykładu III w 200 litrach wody, 14 kg sody i 100 litrach pirydyny. Po skończonym sprzęganiu wydzielony barwnik odsacza się i suszy. Tworzy on proszek fiołkowo-czarny, który w wodzie, zakwaszonej kwasem octowym, rozpuszcza się z zabarwieniem czerwonym; w wodzie, zalkalizowanej sodą, rozpuszcza się z zabarwieniem błękitnym, w stężonym zaś kwasie siarkowym — z zabarwieniem fiołkowym; barwi on wełnę z kąpieli kwaśnej czerwono, a po chromowaniu — na trwały kolor błękitny.

Przykład V. 15,4 kg 5-nitro-2-amino-fenolu dwuazuje się w sposób zwykły. Roztwór dwuazoniowy, którego kwas mineralny zubojećnia się dwuwęglanem, wlewa się do roztworu 39,5 kg kwasu 2-*p*-tolueno-sulfoyllo-amino-6-oksynaftaleno-8-sulfonowego (otrzymanego przez tolueno-sulfonowanie kwasu 2-amino-6-oksynaftaleno-8-sulfonowego w roztworze kwaśnym w sposób znany) w 250 litrach wody, 10 kg dwuwęglanu i 100 litrach pirydyny.

Po skończonym sprzęganiu wytworzony barwnik odsacza się. Otrzymany barwnik jest to czarny proszek; rozpuszcza się on w wodzie, zakwaszonej kwasem octowym, z zabarwieniem błękitno-czerwonym, a w wodzie, zalkalizowanej sodą, rozpuszcza się z zabarwieniem zielono-błękitnym; w stężonym kwasie siarkowym rozpuszcza się z zabarwieniem błękitno-czerwonym. Barwi on wełnę z kąpieli kwaśnej na fiołkowo, a po chromowaniu daje trwałe zabarwienie szare z odcieniem zielonkawym.

składnik dwuazowy	składnik sprzęgania	roztwór w wodzie		roztwór w stężonym kwasie siarkowym, zabarwienie	zabarwienia na wełnie	
		zakwaszony kwasem octowym, zabarwienie	zalkalizo- wany sodą, zabarwienie		kąpiel kwaśna	po chromowaniu
1) 4-chloro- 2-amino- fenol	kwas 2-a- cetylo-ami- no-6-oksy- naftaleno- 8-sulfono- wy	czerwone	fiółkowe	fiółkowe	czerwono- fiółkowe	błękitno- szare
2) 4, 6-dwu- chloro-2- amino-fe- nol	„	„	„	błękitno- czerwone	fiółkowe	szare
3) 4-nitro-2- amino-fe- nol	„	„	czerwono- fiółkowe	„	„	oliwkowe
4) 5-nitro-2- amino-fe- nol	kwas 2-a- cetylo-ami- no-6-oksy- naftaleno- 8-sulfono- wy	„	błękitne	„	„	szare z od- cieniem zielonka- wym
5) kwas pi- kramino- wy	„	fiółkowe	fiółkowe	„	„	oliwkowe
6) kwas 2- -amino- fenolo-4- -sulfono- wy	„	błękitno- czerwone	błękitne	„	błękitno- czerwone	błękitno- fiółkowe
7) kwas 6- metylo- 2-amino- fenolo-4- -sulfono- wy	„	czerwone	„	„	czerwone	czerwona- wo- błękit- ne

składnik dwuazowy	składnik sprzęgania	roztwór w wodzie		roztwór w stężonym kwasie siarkowym, zabarwienie	zabarwienia na wełnie	
		zakwaszony kwasem octowym, zabarwienie	zalkalizowany sodą, zabarwienie		kąpiel kwaśna	po chromowaniu
8) kwas 4-nitro-2-amino-fenolo-6-sulfonowy	kwas 2-acetylo-amino-6-oksy-naftaleno-8-sulfonowy	fiolkowe	czerwone	blekitno-czerwone	szaro-blekitne	oliwkowe
9) kwas-6-nitro-2-amino-fenolo-4-sulfonowy	„	blekitno-czerwone	blekitne	blekitno-czerwone	blekitne	szare
10) 4,6-dwu-chloro-amino-fenol	kwas 2-benzoylo-amino-6-oksy-naftaleno-8-sulfonowy	„	„	fiolkowe	blekitno-fiolkowe	blekitno-szare
11) 4-nitro-2-amino-fenol	„	zolto-czerwone	fiolkowe	blekitno-czerwone	fiolkowe	oliwkowo-szare
12) 5-nitro-2-amino-fenol	„	fiolkowe	blekitne	„	blekitne	szare z odcieniem zielonkawym
13) 6-nitro-4-metylo-2-amino-fenol	„	czerwone	blekitne	fiolkowe	blekitno-fiolkowe	blekitno-szare
14) kwas 4-metylo-2-amino-fenolo-6-sulfonowy	„	blekitno-czerwone	fiolkowe	blekitno-czerwone	czerwono-fiolkowe	blekitno-szare

składnik dwuazowy	składnik sprzęgania	roztwór w wodzie		roztwór w stężonym kwasie siarkowym, zabarwienie	zabarwienia na wełnie	
		zakwaszony kwasem octowym, zabarwienie	zalkalizo- wany sodą, zabarwienie		kąpiel kwaśna	po chromowaniu
15) kwas 4- chloro-2- -amino- fenolo-6- -sulfono- wy	kwas 2- -benzoylo- amino-6- oksynafta- leno-8-sul- fonowy	błękitno- czerwone	fioletowe	fioletowe	czerwone	błękitne
16) kwas 6- -nitro- 2- amino-fe- nolo- 4- -sulfono- wy	„	„	błękitne	błękitno- czerwone	błękitne	szare
17) 4-chloro- 2-amino- fenol	kwas 2-p- -tolueno- sulfoyllo- amino-6- -oksynafta- leno-8-sul- fonowy	„	„	fioletowe	błękitno- czerwone	błękitno- fioletowe
18) 6-nitro- -4-mety- lo-2-ami- no-fenol	„	„	„	błękitno- czerwone	fioletowe	błękitne
19) kwas 4- -chloro- 2-amino- fenolo-6- -sulfono- wy	„	„	„	fioletowe	czerwono- fioletowe	błękitno- szare
20) kwas 6- -nitro- 2- -amino- fenolo- -4-sulfo- nowy	„	„	„	błękitno- czerwone	błękitne	szare

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania dających się chromować barwników *o*-oksyazowych, znamienny tem, że związki *o*-oksy-dwuazonio-we sprzęga się z podstawionemi przy azo-

cie acylowemi pochodnemi kwasu 2-amino-6-oksynaftaleno-8-sulfonowego.

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