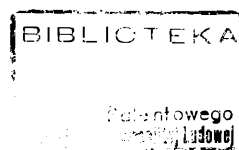


URZĄD PATENTOWY



C09b 49/04

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ
OPIS PATENTOWY

Nr 1782.

Kl. 22 ^{a, 49/04} ~~4~~Actien-Gesellschaft für Anilin-Fabrikation
(Berlin, Niemcy).

Sposób otrzymywania barwników siarkowych.

Zgłoszono 29 września 1921 r.

Udzielono 17 marca 1925 r.

Pierwszeństwo: 21 stycznia 1914 r. (Niemcy).

Wykryto, iż oddziaływanie siarką na związki aminowe, dwuaminowe, nitroaminowe, nitrooksyzwiązki i aminoazozwiązki, zmieszane bądź z dwuaminami szeregów: benzołowego i naftalinowego, posiadającymi węgiel alkilowany jak np. *m*-toluilenodwuamina, *p*-toluilenodwuamina, ksylilenodwuamina i t. d., lub ich pochodniami *N*-aryłowemi, jak np. naftylo-*m*-toluilenodwuamina bądź też z odpowiedniami nitroaminami, daje nowe cenne barwniki siarkowe, które wyróżniają się pięknymi odcieniami i odpornością w praniu i przy gotowaniu w kwasach.

Z szeregu patentów znany jest sposób otrzymywania barwników siarkowych z mieszaniny *m*-toluilenodwuaminy i *m*-fe-

nylenodwuaminy lub *m*-nitroaniliny, względnie *p*-fenylenodwuaminy z jednej strony i *o*-lub *p*-aminofenolu z drugiej strony. W przeciwieństwie do powyższego sposób niniejszy stosuje związki aminoazowe, nitroaminoazowe, dwuaminoazowe, oksyazowe i aminooksyazowe w połączeniu z *m*-dwuaminami lub nitroaminami odpowiedniami.

Odmiana ta stanowi znaczny krok naprzód pod dwoma względami: przede wszystkim dzięki temu szereg dwuamin, których dotychczas ze względu na ich wysoką cenę i trudność otrzymywania nie można było stosować do wytwarzania barwników siarkowych, znalazł zastosowanie w tej gałęzi przemysłu. Tak np. 1.4

oraz 1,2-dwuaminonaftalina jest, jako taki, zbyt drogi do otrzymania barwników siarkowych, a więc wskutek tego nie można się nim posługiwać, jednak w postaci azozwiązku można go z korzyścią stosować. Dzięki zastosowaniu właśnie tego azozwiązku uzyskano produkt bardzo cenny; tak np. barwnik, otrzymany według sposobu niniejszego zapomocą siarkowania mieszaniny, składającej się z *m*-toluilenodwuaminy i *p*-nitrobenzoloazo-naftylaminy, posiada bardzo piękny odcień żółtooliwkowy, zupełnie przejrzysty o odporności nadzwyczajnej.

Dalej np. stosowanie aminonaftoli do otrzymywania barwników siarkowych wskutek trudnego ich otrzymywania i wysokiej ceny było wykluczone. Przeciwnie, w postaci odpowiedniego oksyazozwiązku można je stosować w tym celu, jak np. w postaci benzoloazo- α -naftolu.

Sposób niniejszy pozwala osiągnąć z jednej strony postęp pod względem gospodarczym do otrzymywania barwników siarkowych, jak również pozwala wprowadzić do wytwarzania tych ostatnich szereg nowych produktów wyjściowych.

Wreszcie w wielu wypadkach nie da się przewidzieć, jaki wpływ będą miały dalsze związki aminowe, które powstają obok amin żądanych, jako produkty poboczne przy redukcji azozwiązków.

Przykład I. 12 części *m*-toluilenodwuaminy, 20 cz. aminoazobenzolu i 80 cz. siarki nagrzewa się początkowo w ciągu 4 godzin od 180 do 230°C, poczem jeszcze przez 1 do 2 godzin od 230 do 260°C. Stop w sposób znany zapomocą siarczku sodu przeprowadza się w stan rozpuszczalny i barwnik wyosabia jak zwykle; na bawełnie bez zaprawy kąpieli siarkoalkalicznej daje piękne odcienie oliwkowe, odporne w praniu i na działanie kwasów w temperaturze wrzenia.

Przykład II. 10 części *m*-toluilenodwuaminy, 20 cz. benzoloazo-naftylaminy i 50

cz. siarki nagrzewa się około 2 do 4 godzin w temperaturze 180—220°C, poczem jeszcze 4 do 8 godzin w temperaturze 220—260°. Barwnik w sposób znany przeprowadzony w stan rozpuszczalny i oczyszczony daje na bawełnie bez zaprawy piękny kolor czerwono-brunatny, odporny w praniu i na działanie kwasów.

W sposób podobny można otrzymać i barwnik brunatny z *m*-toluilenodwuaminy zmieszanej z benzoloazo- α -naftylaminą, który to barwnik również jest odporny w praniu i na działanie kwasów.

Przykład III. Mieszaną, składającą się z 16 części *m*-toluilenodwuaminy, 20 cz. *p*-nitrobenzoloazo- α -naftylaminy i 100 cz. siarki nagrzewa się około 2 do 4 godzin w temperaturze 180—220°C, poczem jeszcze 4 do 8 godzin w temperaturze 220—260°C. Otrzymamy produkt, oczyszczony i przeprowadzony w stan rozpuszczalny sposobem zwykłym, jest bardzo pięknym barwnikiem żółtooliwkowym, odpornym w praniu i na działanie kwasów.

Przykład IV. 25 części 4- α -naftylamino-2-aminotoluolu i 30 cz. benzoloazo- α -naftylaminy, 150 cz. siarki nagrzewa się około 3 do 6 godzin w temperaturze 190—250°C. Barwnik otrzymany i przeprowadzony jak zwykle w stan rozpuszczalny daje na bawełnie bez zaprawy odcienie brunatne do czarnobrunatnego, odporne w praniu i na działanie kwasów.

W sposób podobny można wytwarzać i inne barwniki odporne w praniu i na działanie kwasów w temperaturze wrzenia siarkując np. *m*-toluilenodwuaminę, zmieszaną z benzoloazo-*m*-fenylenodwuaminą (ciemny brunatny). Z mieszaniny *m*-toluilenodwuaminy i nitrooksyazozwiązków można również otrzymać barwniki odporne w praniu i na działanie kwasów, np. stosując *p*-nitrobenzoloazokrezol, przyczem można użyć produktu surowego, składającego się ze związku orto, meta i para, można otrzymać produkt czerwono-brunat-

ny do brunatno-oliwkowego. Tak samo można stosować i oksyazozwiązki: np. z meszaniny *m*-toluilenodwuaminy i benzo-*o*azofenolu lub benzo-*o*azo- α -naftolu otrzymuje się brunatne barwniki siarkowe, również odporne w praniu i na działanie kwasów w temperaturze wrzenia.

Zamiast stosowanej w przykładach powyższych *m*-dwuaminy można stosować też i inne *m*-dwuaminy, jak np. *p*-toluilenodwuaminę, ksylilenodwuaminy lub też odpowiednie nitroaminozwiązki. Pochodne azowe, używane w przykładach powyższych, można zastąpić innemi związkami aminowemi, nitroaminowemi lub nitrooksyazozwiązkami. Produkty, otrzymane w ten sposób, są wogóle podobne do opisanych w przykładach powyżej przytoczonych.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania barwników siarkowych, znamienny tem, że poddaje się mieszaninę aminozwiązków, dwuaminozwiązków, nitrooksy- lub aminooksyazozwiązków i dwuamin szeregów benzołowego lub naftalinowego o węglu alkiłowanym, jak np. *m*-toluilenodwuamina, *p*-toluilenodwuamina, ksylilenodwuamina lub ich *N*-aryłopochodne jak np. naftylo-*m*-toluilenodwuamina lub odpowiednie nitroaminozwiązki działaniu siarki.

Actien-Gesellschaft
für Anilin-Fabrikation.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.