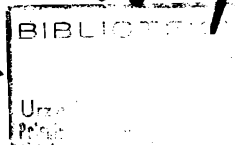


I października 1927 r.

2

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIŚ PATENTOWY

Nr 6125.

Kl. 8 m 13.

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

Sposób otrzymywania suchych preparatów dwuazowych.

Zgłoszono 19 stycznia 1926 r.

Udzielono 22 października 1926 r.

Pierwszeństwo: 30 stycznia 1925 r. (Niemcy).

Wynalazek dotyczy sposobu otrzymywania suchych preparatów dwuazowych i polega na mieszanii wydzielonych w stanie stałym i odfiltrowanych, jeszcze mokrych, lub świeżo wysuszonych połączeń dwuazowych z odwodnionym częściowo alunem lub siarczanem gliniowym.

Pod częściowo odwodnionym alunem należy rozumieć taki, który stracił do $\frac{4}{5}$ swej wody krystalizacyjnej. Pod częściowo zaś odwodnionym siarczanem gliniowym należy rozumieć taki, który stracił do $\frac{2}{3}$ swej wody krystalizacyjnej i zawiera jeszcze około $\frac{1}{3}$ tejże. Najkorzystniejszym okazuje się taki częściowo odwodniony alun, który z 24 cząsteczek wody krystalizacyjnej zawiera około 8, a siarczan glinowy taki, który z 18 cząsteczek wody zawie-

ra jeszcze około 9. Tego rodzaju częściowo odwodniony alun lub siarczan glinu wiąże szybko wodę zmieszanych z nim mokrych połączeń dwuazowych, a przytem jednak bez niebezpiecznego ogrzewania do zbyt wysokiej temperatury, przyczem otrzymuje się preparaty szybko schnące, wykazujące nawet na wilgotnem powietrzu dużą trwałość i rozpuszczające się szybko i dobrze w wodzie na zimno lub w małej ilości wody na gorąco. Suche preparaty dwuazowe o równie dobrych zaletach i o równie dobrej rozpuszczalności w zimnej wodzie albo w ogrzanej tylko do 35°C nie dają się otrzymać ani przy mieszanii mokrych soli dwuazowych z bezwodnym siarczanem sodowym, magnezowym, prażonym alunem, ani też z inną bezwodną solą. Z drugiej strony

alun krystaliczny ze swą pełną zawartością wody krystalizacyjnej, 24 cząsteczek, nie może wiązać wody i przeprowadzać mokre związki dwuazowe w suche. Tylko z częściowo odwodnionym alunem otrzymuje się szybko suche, a przytem dobrze rozpuszczalne preparaty dwuazowe.

Jeszcze korzystniejszym jest dla zamierzonego celu od częściowo odwodnionego alunu częściowo odwodniony siarczan glinowy, który ma tę wyższość nad alunem, że jeszcze szybciej wiąże wilgoć, jest łatwiej rozpuszczalny i nie powiększa silnie objętości przy wiązaniu wody. Także przy siarczaniu glinu nie można osiągnąć zamierzonego celu z produktem zawierającym całkowitą ilość wody krystalizacyjnej ani też z zupełnie odwodnionym.

Częściowo odwodniony alun i siarczan glinowy okazały się korzystnymi nie tylko do mieszania z mokrymi połączeniami dwuazowymi, ale także z suchymi w przeciwieństwie do tych połączeń, uwolnionych zupełnie od wody krystalizacyjnej lub w pełni ją zawierających, ponieważ częściowo odwodniony siarczan glinowy i glinowo-potasowy proszkuje się znacznie łatwiej i daje się łatwiej zmieszać homogenicznie z połączeniami dwuazowymi niż pełnowodniony. Tylko częściowo uwodnione połączenia i otrzymane z nich preparaty są lepiej zabezpieczone od wilgoci powietrza, co nie wpływa na ich rozpuszczalność w zimnej wodzie.

We wszystkich tych wypadkach można dodać do preparatów prócz częściowo odwodnionego alunu względnie siarczanu glinowego jeszcze inne domieszki i ciała pomocnicze przy barwieniu.

Wyróżnić tu należy preparaty z połączeń dwuazowych negatywnie podstawionych, przedewszystkiem nitrowanych.

Przykład I. 100 części odwirowanej mokrej podwójnej soli 4-chloro-2-nitro-dwuazobenzolo-chlorocyankowej o zawartości odpowiadającej 38% chloronitroaminy, o-

trzymanej przez zadanie dostatecznie stężonego roztworu soli dwuazowej kwasu mineralnego i soli kuchennej, miele się z 120 częściami częściowo odwodnionego siarczanu glinowego o zawartości około 130% w stosunku do ciężaru gatunkowego 667, przyczem przez stosowne chłodzenie zapobiega się wzrostowi temperatury ponad 50° C. Otrzymuje się szybko zupełnie suchy, łatwo rozpuszczalny i trwały preparat. Część częściowo odwodnionego siarczanu glinowego można zastąpić suchym naftalenocterosulfonianem sodowym lub innym stosownym środkiem rozcieńczającym. W zupełnie analogiczny sposób można otrzymać trwałe, suche preparaty z mokrych kwasów dwuazopikraminowego i dwuazosulfanilowego.

Przykład II. 100 części odwirowanej mokrej soli podwójnej chlorocyankowej dwuazowej o-nitroaminy z zawartością odpowiadającą 41% zasady o-nitroaminy miele się z 100 częściami częściowo odwodnionego alunu o zawartości około 144% w stosunku do ciężaru gatunkowego 949, a więc o jeszcze około 8 cząsteczkach wody krystalizacyjnej, przyczem stosowne chłodzenie zapobiega wzrostowi temperatury ponad 50°C. Otrzymuje się preparat bardzo trwały, suchy, jasny i łatwo rozpuszczalny.

Przykład III. 245 części suchej kwaśnej soli 1,5-naftaleno-dwusulfonianu z zawartością odpowiadającą 31% nitrotoluidyny, otrzymanej przez przemianę soli dwuazowej kwasu mineralnego z wolnym kwasem 1,5-naftaleno-dwusulfonowego, miele się z mieszaniną 35 części sody kalcynowanej i 100 części częściowo odwodnionego siarczanu glinowego o zawartości 130% w stosunku do ciężaru gatunkowego 667. Otrzymuje się bardzo trwały, łatwo rozpuszczalny preparat ponieważ soda wymienia się z kwaśną solą dwuazoniową względnie siarczanem glinowym dopiero przy rozpuszczeniu w wodzie.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania suchych preparatów dwuazowych, znamieniny tem że połączenia dwuazowe, wydzielone w postaci stałej i odsączone, jeszcze wilgotne lub świeżo wysuszone, miesza się z częściowo odwodnionym alunem lub częściowo odwodnio-

nym siarczanem glinowym, przyczem dodaje się równocześnie dalsze środki rozcieńczające i pomagające przy farbowaniu.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.

Zastępca: M. Kryzan,
rzecznik patentowy.