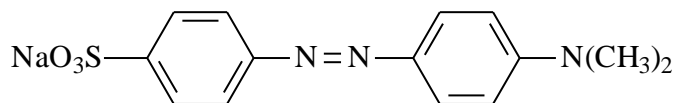


ACID ORANGE 52

Metilorange27117S, Orange III.

(C.I. 13 025)



M = 327

Acidul sulfanilic se diazotează prin metoda de diazotare directă. Astfel, un volum de circa 120 ml soluție neutră obținută prin dizolvarea a 19,5 g (0,1 moli) sulfanilat de sodiu, la temperatura de 20-25°C, se amestecă cu 140 g gheață mărunțită și 30 g (26,05 ml, 0,2465 moli) acid clorhidric 30% sau 24,15 g (17,26 ml, 0,1232 moli) acid sulfuric 50% sub continuă agitare. Are loc precipitarea acidului sulfanilic sub formă fin cristalizată, ușor diazotabilă. Se adaugă 23 g (18,95 ml, 0,1 mol) soluție NaNO₂ 30% destul de repede, astfel încât amestecul prezintă reacție pozitivă față de hârtia iodamidonată. Pentru definitivarea diazotării masa se agită 0,5 h la o temperatură max 10-15°C. Se obțin circa 300 ml suspensie albă. [6,I,44]

(În cazul în care acidul sulfanilic este brut, conținând urme de anilină, cărbune sau rășini, se amestecă cu apă fierbinte, se tratează cu Na₂CO₃ pentru dizolvare ca sare de sodiu, se antrenează anilina cu vapori de apă, se adaugă o mică cantitate de cărbune activ, se agită și se filtrează. Soluția de sulfanilat de sodiu se poate utiliza ca atare la diazotare după ce i s-a stabilit concentrația prin titrare cu soluție de NaNO₂ 1N).

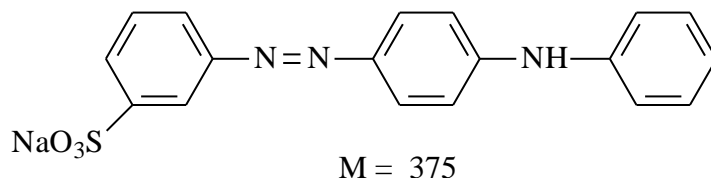
După terminarea diazotării se distruge excesul de acid azotos cu soluție de acid sulfamic, iar excesul de HCl se neutralizează cu formiat de sodiu (control cu hârtie roșu Congo). La suspensia de diazoderivat se adaugă 11,5 g (12,03 ml, 0,095 moli) N,N-dimetilanilină, la 15-17°C, apoi se agită masa timp de 24 h la 18-19°C. Final, deși în amestec mai există și diazoderivat și N,N-dimetilanilină se trece la prelucrarea masei de reacție, prin adăugarea a 3,3 g (2,84 ml, 0,0289 moli) HCl 32%, se agită 2 h, apoi se filtrează amestecul. Turta obținută se agită cu 250 ml apă, se adaugă 3,3 g (2,84 ml, 0,0289 moli) HCl 32%, se agită timp de 24 h, apoi se filtrează. Precipitatul umed se agită cu 250 ml apă caldă, la 40°C, se adaugă 6,5 g (0,0613 moli) Na₂CO₃, se încălzește la 78°C și se agită 12 h, lăsând amestecul să se răcească până la 35°, după care se filtrează, iar precipitatul se tasează și se usucă la 70°C. Se obțin 25 g colorant [6,II,20].

Colorantul orange III vopsește lâna, mătasea în portocaliu intens, dar care are o rezistență moderată.

ACID YELLOW 36

Metanilgelb PL

(C.I. 13 065)



O cantitate de 17,3 g (0,1 moli) acid metanilic, sub formă de turtă umedă, se dizolvă ca sare în 210 ml apă prin adăugare de carbonat de sodiu. Se obține o soluție neutră care se răcește la 0°C cu circa 70 g gheață, apoi se acidulează cu 33,2 g (28,82 ml, 0,2728 moli) HCl 30% și se diazotează picurând 23 g (18,95 ml, 0,1 moli) soluție NaNO₂ 30% sub continuă agitare, astfel încât să existe în permanență acid azotos în masa de reacție, iar temperatura să nu depășească 8-10°C. Pentru definitatea diazotării masa de reacție se mai agită timp de 1 h, după care eventual se distruge excesul de acid azotos prin adăugare de acid sulfamic. Se obține o suspensie de sare de diazoniu ($V_{\text{amestec}} \approx 350$ ml, $t = 10^\circ\text{C}$) [6,I,45].

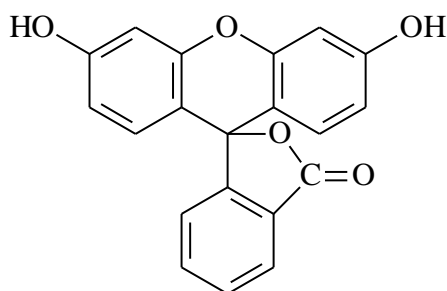
Se prepară o emulsie prin scurgerea a 17 g (0,1006 moli) difenilamină, sub agitare energetică, peste o soluție fierbinte (80-90°) ce conține 3 g săpun în 60 ml apă, se agită 0,5 h la fierbere, apoi se adaugă încet (în decurs de 5 h), sub agitare, la suspensia de diazoderivat. Concomitent se adaugă și soluția de Na₂CO₃ 10% până ce masa de reacție are un pH slab acid (decelabil cu hârtie de turnesol), temperatura masei de cuplare menținându-se în permanență la 10-15°C prin introducere de gheață. În continuare, se agită masa de reacție încă 12 h, până ce dispare diazoderivatul din amestec (control cu soluție alcalină de sare R în aureola unei probe salifiate, puse pe hârtie de filtru). Se încălzește masa la 60-70°C, se potrivește un pH slab alcalin prin adăugare de Na₂CO₃ (control cu hârtie de turnesol), se salifiază cu NaCl până la o densitate a amestecului de 1,2, se filtrează iar precipitatul, se tasează și se usucă la maximum 70°C [6,II,23].

Galbenul-metanil acid se utilizează în special la prepararea cernelurilor tipografice și a cerii pentru parchete, precum și pentru vopsirea pielii și a pastei de hârtie [4, 214].

FLUORESCEINA

(Galben Acid 73)

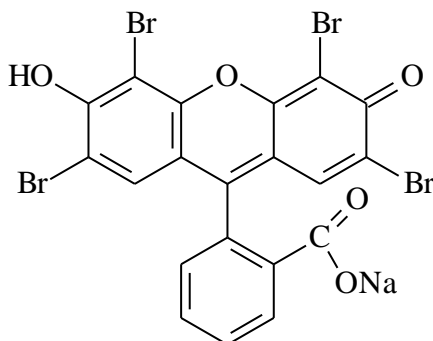
(C.I. 45 350)



Se mojarază 15 g (0,1 moli) anhidridă ftalică împreună cu 22 g (0,2 moli) rezorcină. Amestecul se trece într-o capsulă de fier și se încălzește pe baie de ulei sau de nisip la 180°C. Când amestecul se topește, se introduc, în decurs de 10 minute, sub agitare, 7 g ZnCl₂ anhidră (sau H₂SO₄ conc), iar apoi temperatura se ridică la 210°C. Se încălzește la această temperatură timp de 1-2 ore până amestecul devine complet solid. Se răcește, se mojarază și se fierbe în 200 ml apă și 10 ml HCl conc. Se filtrează soluția apoasă, se spală pe filtru până la neutru și apoi se usucă. Randamentul este cantitativ.

Fluoresceina în stare solidă și în soluție neutră (e greu solubilă în apă, dar ușor solubilă în alcool) prezintă două forme structurale – una lactonică (incoloră) și una chinoidă (galben-brună în stare amorfă și galben-roșietică în stare cristalină). Sarea disodică este foarte solubilă în apă cu colorație roșie și o puternică fluorescență verde. Fluorescența se menține la diluții foarte mari (1/40 milioane părți apă), motiv pentru care se folosește la marcarea cursului apelor subterane, fluviilor etc. Ca sare disodică vopsește fibrele animale și bumbacul (mordantat cu tanin și emetic) în nuanțe galbene strălucitoare, dar nerezistente. Se folosește în special ca indicator.

EOZINA
(Roșu Acid 87)
(C.I.45 380)



Într-un balon cu patru gâturi, prevăzut cu agitator, barbotor, pâlnie de picurare și tub pentru evacuarea acidului bromhidric, se introduc 16,6 g (0,2 moli) fluoresceină bine mojarată și 80 ml alcool. În amestec se picură, sub agitare, 36 g brom. După ce se adaugă circa jumătate din cantitatea de brom fluoresceina trece în soluție datorită formării dibrom-fluoresceinei, care este solubilă în alcool etilic. Se continuă picurarea bromului și din soluție începe să precipite eozina. Se continuă agitarea încă 2 ore, după care amestecul de reacție se filtrează, se spală de 3-4 ori cu câte 20 ml alcool și se usucă.

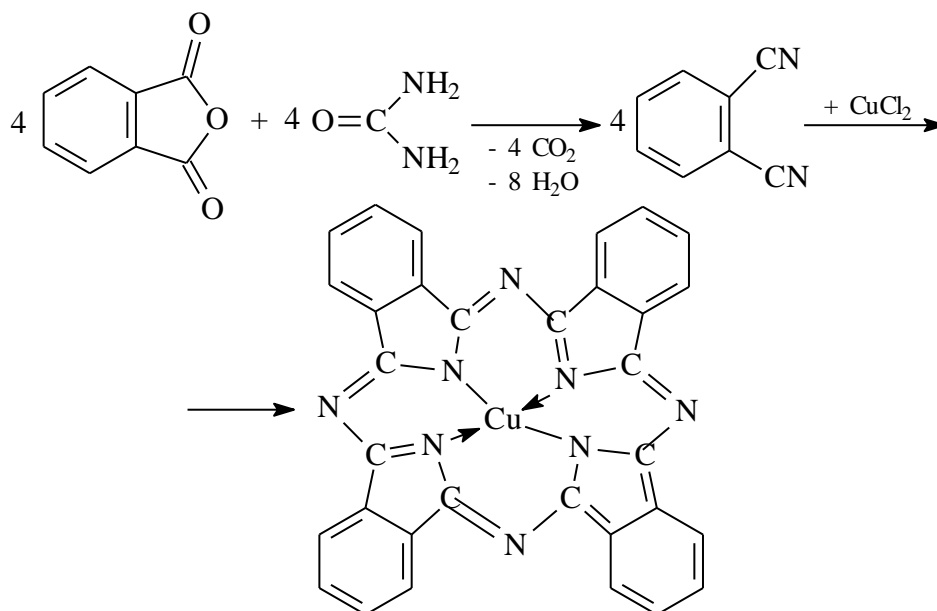
Pentru obținerea sării sodice a eozinei se amestecă 12 g eozină uscată cu 2 g Na₂CO₃, puțin alcool și 20 ml apă. Amestecul se fierbe într-un balon până la încetarea degajării CO₂. Se adaugă apoi 50 ml alcool, se încălzește la fierbere și se filtrează. Soluția se lasă peste noapte, colorantul separând sub formă de cristale roșii-brune, care se filtrează, se spală cu puțin alcool și se usucă la 40-50°C. Randament 65-70%.

Eozina se folosește pe scară largă în colorarea produselor cosmetice, în special a rujurilor, la fabricarea cernelurilor roșii, ca indicator în microbiologie.

FTALOCIANINA DE CUPRU

(Pigment Albastru 15)

(C.I. 74 160)



Într-un vas de reacție din oțel de 2 l, prevăzut cu manta cu ulei, agitator ancoră, teacă pentru termometru, refrigerent cu aer și gură de încărcare, se introduc sub agitare 500 g triclorbenzen și 125 g anhidridă ftalică. Se încălzește vasul la 50-60°C și se adaugă 200 g uree și 38 g clorură cuprică. Se continuă încălzirea până la 130°C, când se adaugă, treptat, 0,75 g molibdat de amoniu. Temperatura se ridică la 190-200°C. Gura de încărcare se închide cu un dop de plută. Se menține temperatura timp de 8 h. Prin refrigerent se degajă CO₂, iar pe pereții refrigerentului sublimază anhidrida ftalică, care din când în când se retopește pentru a reintra în vas.

După terminarea reacției, masa de reacție se răcește la 140°C și se filtrează la această temperatură, sub nișă. Se spală, la cald, cu 250 ml triclorbenzen, apoi cu 250 ml alcool metilic și, final, cu 1,2 l apă fierbinte. Masa precipitatului umed obținut este 226 g.

Pentru purificare cu HCl, turta obținută se încălzește la 95°C timp de 30 min., cu 500 ml HCl 2N, se filtrează fierbinte și se spală până la reacție neutră.

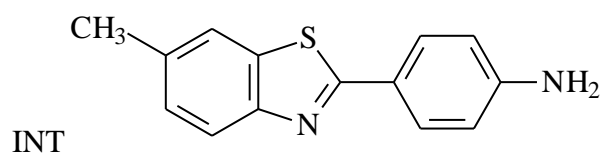
Pentru purificare cu NaOH, după spălarea de la purificarea acidă, turta se încălzește cu 500 ml NaOH 2N timp de 90 min., la 100°C, apoi se filtrează, se spală cu apă până la reacție neutră și se usucă la 100°C. Randament global: $\eta=84\%$. [2,370].

Ftalocianina de cupru are nuanțe albastre strălucitoare, proprietăți tinctoriale superioare, rezistență la acizi, alcalii, agenți oxidanți și reducători, solvenți organici, lumină și încălzire. Cristalele sublimază la 580°C, fără descompunere.

Se folosește la prepararea cernelurilor tipografice, lacurilor și vopselelor în emulsie, colorarea cauciucului și maselor plastice, vopsirea în masă a fibrelor sintetice, imprimeria textilă [8, 475].

GALBEN DE SULF 4

(C.I. 53 160)

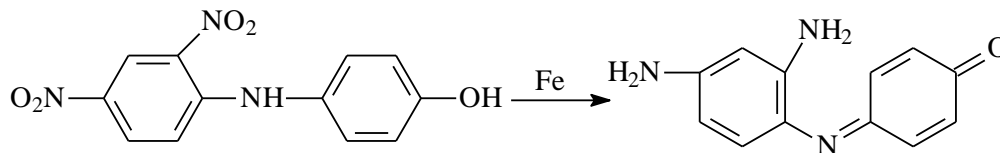


Se mojarază bine un amestec de 11,4 g sulf, 2 g p-toluidină și 4,6 g benzidină și se introduc într-o capsulă de porțelan care se acoperă cu un capac și se încălzește la 180-200°C timp de 10 h. După terminarea coacerii, topitura mărunțită se introduce în 20 ml soluție NaOH 40% și se fierbe 7 h într-un balon prevăzut cu refrigerent ascendent. Se diluează cu apă până la un volum de 80 ml și se începe barbotarea de aer la 50°C, până la completa oxidare a colorantului (aureola unei picături din masa de reacție depusă pe hârtie de filtru trebuie să fie incoloră). Precipitatul se filtrează și se usucă la 90-100°C. Randament: 9-12 g colorant.

ROȘU DE SULF

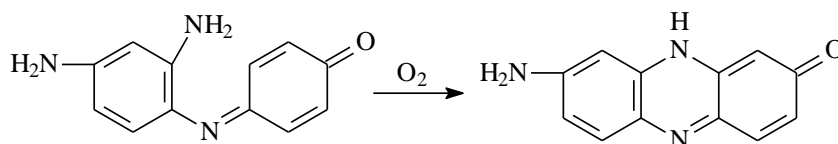
(C.I. 53 710)

Prepararea fenazinei (2-amino-7-oxi-fenazina) are loc după următoarea reacție



Reducerea are loc într-un balon cu trei găuri, prevăzut cu agitator și cu termometru, în care se introduc 3 l apă, 200 g pulbere de fontă și 7 g acid acetic glacial. Se încălzește la 95°C și se introduc, în decurs de circa 2 ore, 130 g 2,4-dinitro-4'-hidroxi-difenilamină, în porțiuni mici, urmărind reducerea după fiecare porțiune (aureolă incoloră pe hârtia de filtru) după care se menține la 95°C, sub agitare, încă 2 h.

Etapa de oxidare se realizează după următoarea reacție:



În masa redusă se adaugă 37 g Na₂CO₃ calcinat (culoarea masei devine albastră) și se trece în vasul de oxidare unde se diluează până la un volum de 6000 ml.

Se barbotează un curent puternic de aer, sub agitare și la 75°C, timp de 2-2,5 h, până la desăvârșirea reacției de oxidare (o probă pe hârtia de filtru trebuie să formeze o aureolă de culoare albastră la început, care spre sfârșitul reacției trece în roșu-cărămiziu, culoare ce nu se modifică în urma expunerii în aer).

Soluția se încălzește la 85°C și se filtrează, iar oxizii de fier se spală cu apă fierbinte, până când filtratul rămâne incolor. Filtratul se răcește la 20-25°C, apoi se precipită fenazina prin acidulare cu 60 g HCl până la pH=7 și se filtrează. Se obțin 160-200 g pastă, respectiv 75 g fenazină uscată ($\eta=79\%$ din randamentul teoretic).

Obținerea colorantului roșu de sulf 3. Într-un balon cu 3 găuri de 2 l, prevăzut cu agitator, cu termometru și cu refrigerent ascendent, se introduce o polisulfură (Na₂S₄) formată din 820 g Na₂S•9H₂O și 320 g sulf, în care, la 80°C, se introduc 93 g CuSO₄ și 236 g 2-amino-7-oxi-fenazină 100% sub formă de pastă 30%. Sub agitare se fierbe la reflux, la 105-106°C, timp de 2 h, după care o parte din apă se evaporă până ce temperatura de fierbere ajunge la 115-116. Se continuă fierberea, cu menținerea temperaturii, la reflux, circa 3 h, până când o probă solubilizată în apă și acidulată cu HCl nu mai dă, pe hârtia de filtru, o aureolă roșie-violetă, care indică prezența fenazinei nereacționate.

Masa de la sulfurizare se poate prelucra în două moduri:

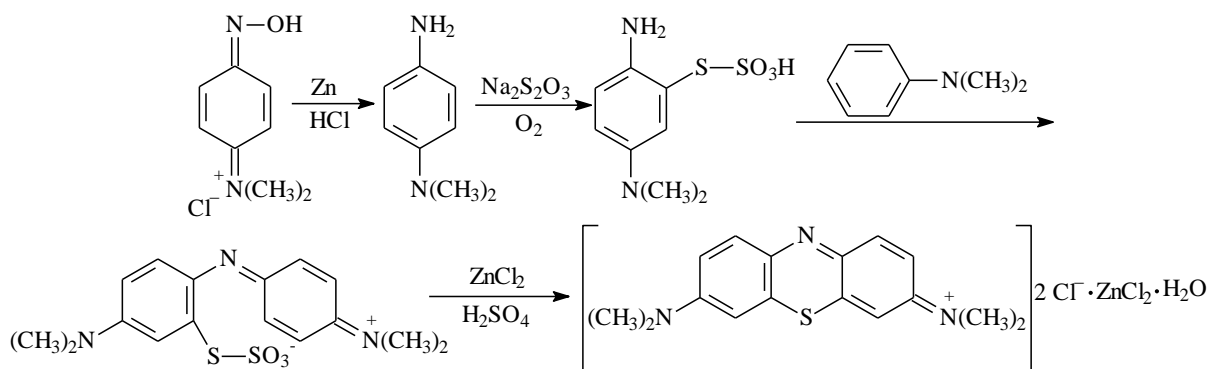
- prin diluare la un volum de 1150 ml și apoi uscare;
- prin diluare la un volum de 7000 ml, oxidare cu aer la 20-30°C timp de 5 h, până când precipitarea este finalizată.

Se obțin 670 g colorant.

ALBASTRU METILEN

(Albastru Bazic 9)

(C.I.52 015)



Reducerea 4-nitrozo-dimetilanilinei. 15,1 g (0,1 moli) 4-Nitrozo-dimetilanilina se introduce în 35 ml HCl conc. și, sub agitare energetică, la 15-20°C, se supune reducerii timp de 15-25 min. cu 16 g pulbere Zn. După reducere masa se filtrează de șlam, iar în filtrat se introduce Na₂CO₃ până la reacție neutră pe hârtie turnesol.

Obținerea colorantului. Soluția neutră de de dimetil-1,4-fenilendiamină se trece într-un balon cu 3 găuri de 400 mml prevăzut cu agitator, termometru și refrigerent de reflux, se adaugă 50 ml soluție Na₂S₂O₃ 40%, 9 g Na₂Cr₂O₇ în 20 ml apă și 15 ml acid acetic glacial. Se agită timp de 30 min. la temperatura camerei, apoi se încălzește rapid la 75°C și se adaugă 12 ml (11,4 g; 0,095 moli) dimetilanilină în 10 ml HCl conc., precum și o soluție de 26,5 g Na₂Cr₂O₇ în 30 ml apă, încălzită la 70°C. Masa de reacție se încălzește la 90°C, se menține 30 min. la această temperatură, se răcește la 60°C, se adaugă H₂SO₄ diluat până la reacție acidă față de hârtia roșu Congo. Colorantul separat se filtrează.

Pentru separarea colorantului sub formă de sare dublă de zinc, pasta de colorant se extrage de patru ori cu câte 30 ml apă fierbinte și se filtrează. În filtratul obținut se introduc 6 g CaCO₃ pentru neutralizare. Se filtrează fierbinte, iar filtratul se salifiază cu 20 g NaCl și 15 g ZnCl₂ în 100 ml apă care conține 3,5 ml acid acetic 60%. Colorantul precipitat se filtrează, se spală pe filtru cu soluție NaCl 10% și se usucă la 50°C. Se obțin 15-25 g colorant [2,288].

Albastrul metilen vopsește lâna, mătasea naturală, pielea, fibrele poliacrilonitrilice și bumbacul mordantat în albastru strălucitor, dar cu rezistențe mediocre la lumină, ceea ce îi limitează utilizarea ca colorant textil [8,454].

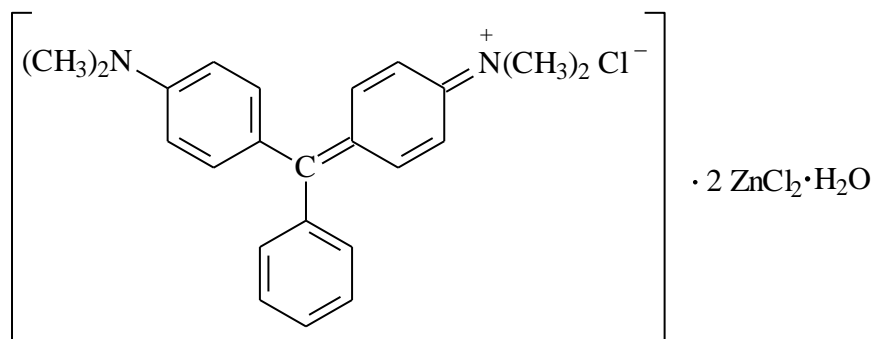
Prin tratarea colorantului cu soluție de Na₂CO₃, filtrarea ZnCO₃ și adăugare de NaCl în filtrant separă colorantul sub formă de clorură, fiind folosit ca indicator de oxido-reducere, în biologie pentru colorarea țesuturilor vii în scopul determinării unor germeni patogeni, ca dezinfectant extern în medicină (pentru afecțiuni ale pielii și mucoaselor) și intern (antiseptic urinar).

Verdele de metilen se obține prin tratarea albastrului de metilencu NaNO_2 în soluție de HCl , apoi cu HNO_3 și izolarea produsului sub formă de clorozincat. Acest colorant are proprietăți tinctoriale asemănătoare cu al colorantului albastru, fiind cel mai rezistent dintre colorantii verzi bazici [6, 455].

VERDE MALACHIT

(Verde Bazic 4)

(C.I. 42 000)



Obținerea leucobazei. Într-un balon cu trei gâturi, de 300 ml, prevăzut cu agitator, și cu refrigerent ascendent, se refluxează sub agitare, timp de 12 h, un amestec de 36,3 g (0,3 mol) dimetil-anilină, 24 g (0,2 moli) HCl 30% și 10,6 (0,1 moli) benzaldehidă. Se adaugă 12 g Na₂CO₃ până la reacție alcalină față de hârtie de turnesol și se antrenează cu vapori dimetilanelinane nereacționată. După antrenarea dimetilanelinei, masa fierbinte se separă de apă, se spală cu apă fierbinte până la reacție neutră, se toarnă pe o tavă și, după răcire se mojarază. Se obțin cca. 24 g leucobază uscată.

Oxidarea leucobazei la colorant. Se dizolvă 16,5 g (0,05 moli) leucobază în 300 ml apă și 20 g HCl concentrat. Se adaugă gheață până la un volum de 400 ml și se răcește la 0°C. Sub agitare energetică se adaugă 12 g PbO₂ 100% sub formă de pastă apoasă, iar după 2 h se adaugă o soluție de 14 g Na₂SO₄ în 70 ml apă. Se formează sulfatul de plumb, care se filtrează. În filtrat se adaugă 15 g clorură de zinc dizolvată în 30 ml apă și soluție concentrată de NaCl până la precipitarea totală a colorantului (aureola pe hârtie de filtru să fie incoloră) sub formă de sare de zinc, care se filtrează. Pentru purificare colorantul se dizolvă în apă acidulată cu acid acetic, se filtrează, iar filtratul se salifiază cu soluție saturată de NaCl, se filtrează și se usucă la aer. Se obțin 16-18 g colorant. [3, 277]

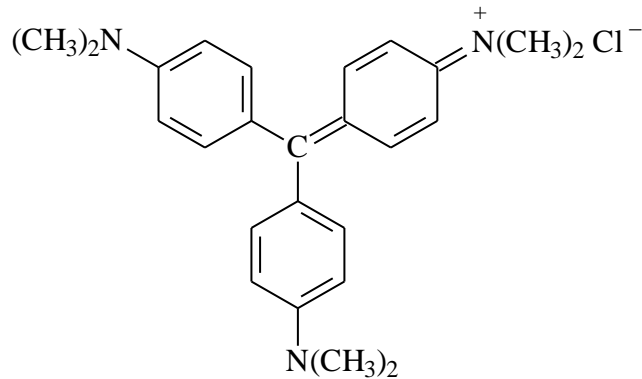
Verdele Malachit se utilizează în special la fabricarea pigmentilor, colorarea hârtiei, vopsirea lânii, fabricarea cernelurilor și tușurilor. Colorantul bază se folosește pentru vopsirea grăsimilor. [5, 177].

Verdele Malachit este un colorant bazic care vopsește bumbacul mordantat cu tanin și emetic în verde-albăstrui strălucitor, însă nerezistent; pe fibrele poliacionitrilice are rezistență bună la spălat și moderată la lumină. Se utilizează la vopsirea hârtiei, fabricarea cernelurilor tipografice și a pigmentilor tip Fanal [8,428]

CRISTAL VIOLET

(Violet Bazic 3)

(C.I.42 555)



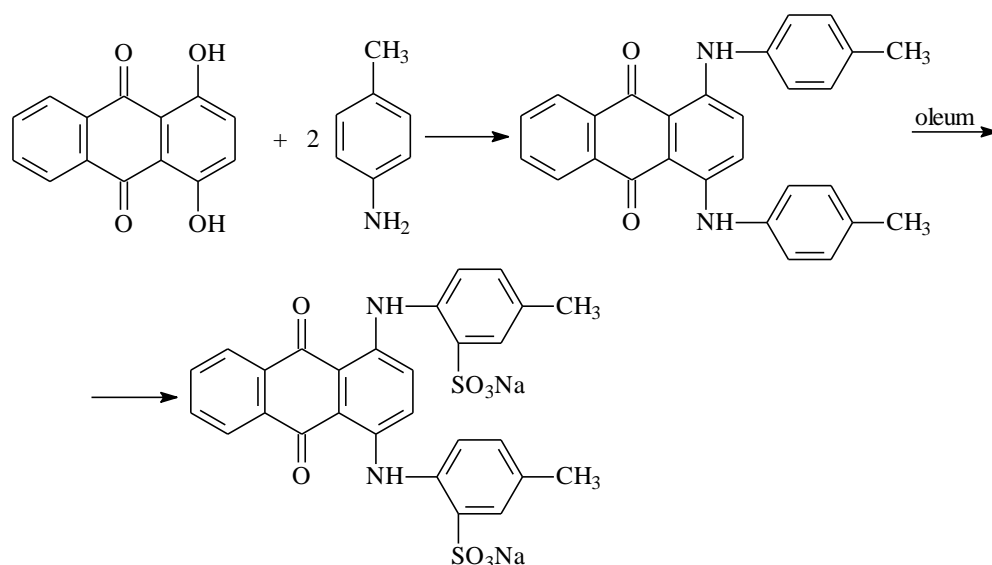
Într-un balon, prevăzut cu refrigerent ascendent, se încălzesc la 100°C, timp de 5 h 12,1 (0,1 moli) dimetil-anilină, 5 g ceona Michler și 5 g POCl₃. Topitura, de culoare albastră, se introduce în 100 ml apă, se alcalinizează cu NaOH, iar dimetil-anilina nereacționată se antrenează cu vapori. Reziduul rămas în balon se filtrează, se spală cu apă și se fierbe în 250 ml apă și 2 ml HCl concentrat. Soluția formată se filtrează, iar partea insolubilă se mai fierbe de câteva ori, în aceleași condiții, până la solubilizarea aproape completă a precipitatului. După răcire soluția se salifiază cu NaCl, precipitatul se filtrează și se recrystalizează din apă fierbinte. Prin răcire, colorantul cristalizează sub formă de cristale mari, se filtrează și se usucă la aer. Se obțin 5-6 g produs, respectiv un randament de 70-80%

Colorantul se prezintă sub forme de cristale violet cu luciu metalic verzui, fiind folosit la vopsirea hârtiei și iutei, la prepararea cernelurilor, tușurilor și creioanelor de scris. Se poate, de asemenea, folosi pentru fabricarea unui pigment tip Fanal și are acțiune antiseptică [8, 431]. Are nuanțe pure, dar rezistența este slabă.

VERDE ACID ANTRACHINONIC

(Verde Acid 25)

(C.I. 61 570)



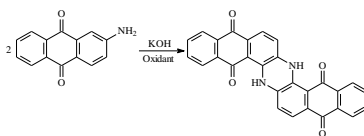
Condensarea chinizarinei cu două molecule de p-toluidină. Într-un balon de 850 ml prevăzut cu termometru, cu agitator și cu refrigerent de reflux se introduc 47 g p-toluidină și se topesc la 50°C. În p-toluidina topită se adaugă, sub agitare, 3,8 ml HCl conc. și se ridică temperatura la 60-70°C, se agită timp de 15-20 min. și se introduce 1 g acid boric și 9,35 g (0,025 mol) chinizarină. Se încălzește masa la 80-85°C și, timp de 1 h se adaugă 0,6 g pulbere de Zn, în porțiuni mici.

După introducerea zincului, masa de reacție se încălzește la 95-100°C timp de 3 h și apoi se ia prima probă. Condensarea se consideră terminată dacă 2-3 picături din masa de reacție dizolvate în 10 ml dicloretan sau cloroform dau o nuanță verde-albăstruie, care nu diferă de nuanța obținută cu proba luată înainte cu 30 min. Dacă după 4 h de agitare se obțin în continuare nuanțe diferite, se mai adaugă în masa de reacție 0,1-0,2 g Zn și se mai agită 2-3 h [3, 281].

După terminarea reacției se adaugă 47 ml metanol, se încălzește la 70°C și se agită încă 1 h. Se răcește la 30°C, se filtrează și se spală cu metanol cald de 50-60°C, până când filtratul începe să se coloreze în verde. Se spală apoi cu apă rece, apă caldă, apoi precipotatul se usucă la 60-80°C. Se obțin 13 g colorant bază.

Sulfonarea. Într-un blon de 100 ml se introduc 7 ml H₂SO₄ 96%, 19,5 ml oleum 20% și, sub agitare, se adaugă, la 30°C 12,5 g colorant bază. Se mai introduc 9,3 ml oleum 20% și se menține cca 3 h la 30°C, până când o probă din masa de reacție este complet solubilă. Amestecul se inotrduce peste 280 ml apă, 24 g NaCl și 0,12 ml sol NaHSO₃ 40%. Se agită 1 h pentru salifierea completă, se spală pe filtru cu soluție NaCl 10% lu se usucă la 60°C. [2, 304]. Se obțin 14 g colorant.

INDANTRONA
(Albastru de Cadă 4)
(C.I.69 800)



Colorantul se obține prin topire cu KOH a β -amino-antrachinonei în prezența unui agent de oxidare.

Topirea alcalină. Într-un vas de reacție din oțel V2A, de 1 l, prevăzut cu agitator ancoră, teacă pentru termometru și încălzit direct, se introduce, sub agitare, un amestec de 200 g KOH tehnic, circa 80%, și 120 g NaOH tehnic. Se încălzește la 360°C pentru eliminarea apei, apoi se răcește la 210°C și se adaugă, sub agitare, 25 g acetat de sodiu anhidru pulverizat, după care, cu menținerea temperaturii de 210°C, se adaugă, în decurs de 20 min., în porțiuni mici, 80 g β -amino-antrachinonă 95% fin pulverizată. Simultan, se adaugă, în porțiuni mici, 10 g clorat de sodiu pulverizat. Temperatura crește de la sine și nu trebuie să depășească 230°C. Se menține încă o oră la 225°C. În timpul reacției masa devine viscoasă și se umflă, prin degajarea bulelor de gaz.

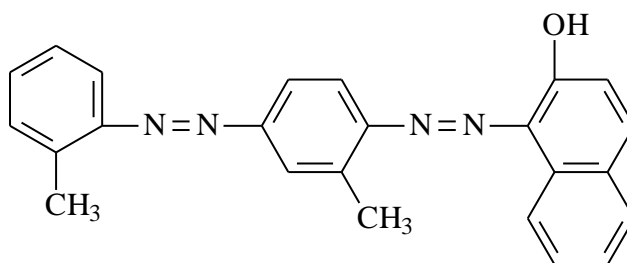
Se introduce masa în 2 l apă rece, sub agitare, se clătește vasul de două ori cu câte 0,5 l apă la 80°C și se adaugă apele la restul masei de reacție [3, 294].

Transformarea în leucoderivat și separarea acestuia. Lichidul de culoare brună, rezultat prin diluarea topiturii, se încălzește la 55-60°C și se tratează cu 40 g hidrosulfid de sodiu. Se menține astfel, timp de 30 min., colorantul trecând în sarea de K a leucoderivatului, de culoare albastră. De asemenea, și unii coloranți obținuți prin reacții secundare trec și ei în sărurile de K corespunzătoare, de culoare brună. Prin răcire lentă, până la 30°C cristalizează sarea alcalină a leucoderivatului indantronei, sub formă aciculară fină, sărurile coloranților secundari rămânând în soluție. Se filtrează la 20-30°C pe pânză de bumbac nu foarte deasă sau pe pâlnie Bruchner cu diametrul de 15 cm. Final, precipitatul se spală, în porțiuni mici, cu 250 ml soluție de 10g/l NaOH și 25 g/l hidrosulfid, la 30-35°C, pentru a avea permanent un mediu reducător și alcalin. Precipitatul se spală până când filtratul nu mai are culoare brună cu albastrăverzuie deschisă, ceea ce înseamnă că s-au eliminat coloranții parazitari. Pasta de pe filtru are culoare albastru închis la exterior și roșie-brună în interior, care la aer devine tot albastră. Filtratul conține leucoderivații coloranților secundari, alizarinei și a unor produse de degradare a β -amino-antrachinonei [2, 318].

Oxidarea leucoderivatului. Cu turta de pe filtru se formează o suspensie prin agitare în 200 ml apă, la 60°C, care conține 2 g NaOH. În această suspensie, timp de 2-3 h, se barbotează aer, la 60°C, până la completa oxidare a leucoderivatului colorantului, fapt verificat prin diluția mare a unei probe din suspensie, care nu mai capătă culoare albastră întrucât nu mai este solubilă. Se adaugă o mică cantitate de H₂SO₄ diluat, până la reacție slab acidă, se filtrează, se spală bine, până la filtrat incolor și se usucă la 80-90°C.

Se obțin circa 35-38 g indantronă ($\eta=44-48\%$)

COLORANT ROȘU PENTRU GRĂSIMI 24



Obținerea amino-azotoluenului. Într-un pahar pentru diazotare de 200 ml se amestecă, la 20-25°C 21,4 g (0,2 moli) 2-toluidină cu 10,5 ml ((0,1 moli) HCl 30%. Se răcește la 0°C și se diazotează cu 7 g (0,1 moli) NaNO₂ în 20 ml apă, la temperatura maximă de 15-18°C.

După adăugarea soluției de NaNO₂, masa se încălzește la 35°C și se agită la această temperatură, timp de 4 h, apoi se răcește la 25-28°C, se introduc 6 ml HCl conc. și apă până la un volum de 100 ml. Precipită amino-azotoluenul (clorhidrat) care se filtrează, se spală cu apă caldă, la 60°C și se usucă la aer. Se obțin 16 g produs cu p.t.=95-97°C (η =80%).

Diazotarea amino-azo-toluenului. Într-un pahar se macerează 11,3 g (0,05 moli) amino-azo-toluen cu 25 ml HCl de 8%. Suspensia se trece într-un pahar de diazotare de 250 ml, se adaugă 100 ml apă și se răcește la 0-2°C. Se diazotează la această temperatură cu 3,5 g (0,05 moli) NaNO₂, în 15 ml apă. Tot timpul diazotării mediul trebuie să prezinte reacție acidă față de hârtia Roșu Congo, iar hârtia iodamidonată trebuie să indice un exces de acid azotos.

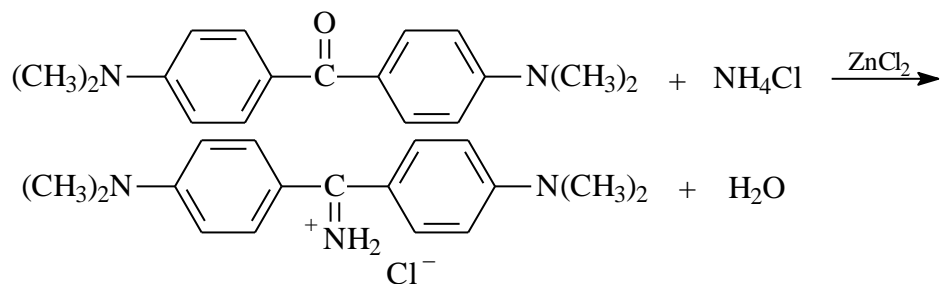
Cuplarea cu β -naftol. Într-un pahar de 1 l se dizolvă 7,2 g (0,05 moli) β -naftol în 50 ml NaOH 4,5%. Se mai adaugă 6 g Na₂CO₃ și se răcește la 0-2°C. Sub agitare energetică se picură soluția de diazoniu a amino-azotoluenului, temperatura menținându-se circa 30 minute. Colorantul precipitat se filtrează, se usucă și se macină.

Colorantul se folosește pentru colorare maselor plastice, a cerurilor, grăsimilor, fracțiilor petroliere etc.

AURAMINA O

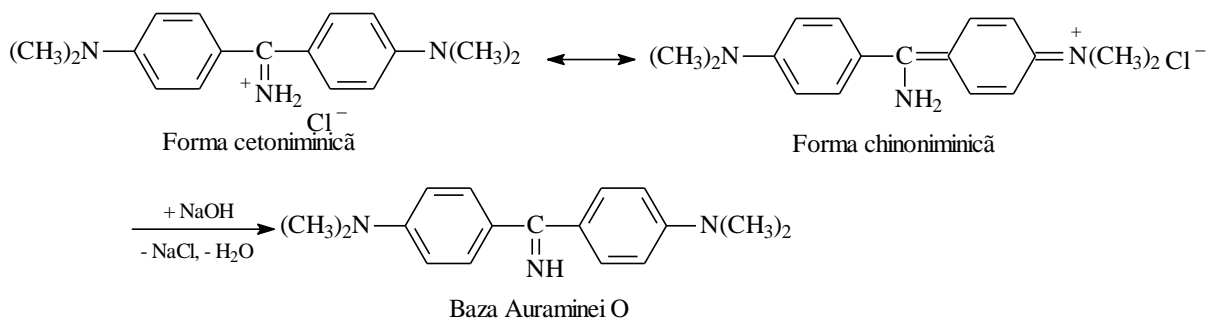
(Galben Bazic 2)

(C.I.41 000B)



Într-un mojar se amestecă, până la omogenizare 13,4 g (0,05 moli) Cetona Michler, 14 g clorură de amoniu și 14 g clorură de zinc anhidră. Amestecul se trece într-un vas de oțel, prevăzut cu agitator și se încălzește pe baie de ulei la 190-200°C timp de circa 1-2 h (o probă din masa de reacție trebuie să se dizolve complet în apă fierbinte) apoi se trece topitura pe o tavă și, după răcire, se mărunțește, se amestecă cu 100 ml apă și se filtrează de substanțele anorganice. Precipitatul de colorant se încălzește la 50°C cu 5 l apă, se filtrează de impurități și se salifiază cu NaCl. Se filtrează la rece, se spală pe filtru cu soluție de NaCl 10% și se usucă la 60°C. Se obțin 6-7 g produs, respectiv un randament de 40-50%. [3,252]

Colorantul poate fi reprezentat prin două structuri mezomere: forma cetoniminică și forma chinoniminică. [8, 424] Baza liberă, incoloră și insolubilă în apă și alcalii se obține prin tratarea soluției apoase a colorantului (clorhidrat) cu cantitatea echimoleculară de NaOH, Na₂CO₃ sau NH₃.



Auramina O este un compus galben, ($\lambda_{\text{max}} = 420 \text{ nm}$), fiind utilizat în industria hârtiei, a lacurilor și vopselelor, a grăsimilor și cea alimentară. Are rezistențe reduse. Determinarea concentrației se face prin titrare cu o soluție de clorură de titan sau carmin indigo. [5,175]