

性質

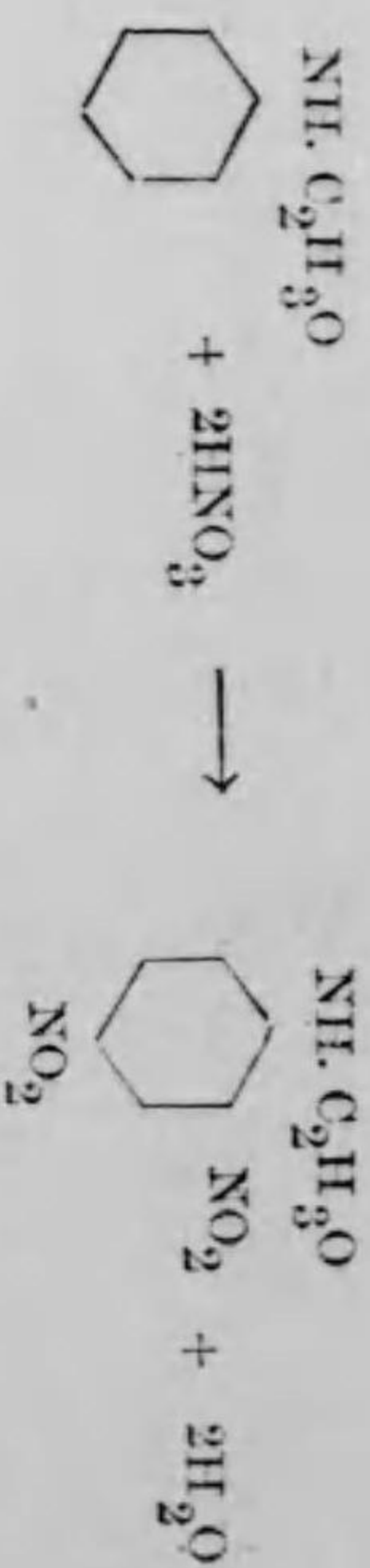
水に可溶性にて赤褐色を、濃硫酸にて橙褐色をアルコールにて暗緑黄色を呈す。本染料を以て木綿を染色し、硫酸銅を以て処理せしむれば純褐色に、重クロム酸加里を以て処理せしむれば黄褐色に變化す。

製法

二百五十分の硫化ソーダと百分の硫黄とを混合し、之れを百三十度に加熱融解せしめて六十五分のダイナイトロアセトアニライドを加へ、二百二十度にて數時間加熱せしめたる後、其の粘性ある(恰も餅の如き)融化物を鐵板上に移し、更に之れを釜に入れ熱氣を以て數時間二百度にて加熱し、冷却して粉狀となし市販品とす斯くして得たる染料は暗褐色を得。然れども今若し倍量の硫化ソーダを使用し、既記せし如く處理したる物は赤褐色染料を得。

ダイナイトロアセトアニリッドは次法に依り得らる。

百分のアニリン油と百分の水醋酸とを混合し、之れを數時間逆流冷却器の裝置ある釜にて加熱したる後、水中に注加せしむればアセトアニリッドは直ちに析出す。之れを母液より去り充分乾燥せしめ、アセトアニリッド百分を四百分の濃硫酸に溶解せしめて更に之れを充分冷却しつゝ、百二十六分の濃硝酸を徐々に加へ硝化法を行ひ、全く硝酸を加へ了りたる後は尙ほ其のまゝ一夜放置し、多量の冷水中に注加すれば直ちにダイナイトロアセトアニリッドは析出す。之れを濾過し水洗乾燥して使用に供す。



ダイナイトロアセトアニリッド

四 褐色染料

特許 獨 一三八、八五八
製造所 馬獅子アニリンソーダ株式会社

性質

水に溶解せしめて紫褐色を呈し、濃硫酸の冷液には不溶解なり。本染料を以て染色後、重クロム酸加里後處理法を行ふも其の色合は變化せざれども、硫酸銅を以て處理を行ふ際は暗色を増加す。ニトロサミンを以て顯色法を行へば帶黄褐色を得

製法

二百五十分の硫化ソーダ、二十分の水、二十分のダイナイトラニリンを混合し、之れを百六十度乃至百七十度に加熱してダイナイトラニリンを還元せしむ。而して還元作用の起りたる際は盛にアンモニアガスを放散し、アンモニアガスを放散を了りたる時は還元作用の終りたる證なれば、更に二百九十度乃至三百度にて數時間加熱し、全く染料の構成を了りたる後、之れを冷却し粉末となし市販品とす。

硫化染料製造法

一八八

又七十五分の硫化ソーダ、五十分の水、十八分のダイナイトラニリンを混合して加熱し、二十五分の硫黄を加へ百二十度乃至百三十度にて廿四時間加熱し、更に二百度乃至二百四十度にて一二時間加熱乾燥し、冷却せしめ粉末となし市販品とす。(獨乙特許一三九八〇七ツイラーテルメーヤ) 斯くして得たる染料は、前方法に依り得たる物よりも尙ほ一層の暗色を帯ぶ。ダイナイトラニリンは次の方法に依り得らる。
二百二十五分のダイナイトロアセトアニライド (四四褐色染料参照) と五十分の苛性ソーダ (九十八%又は其の相當量) 二百分の熱湯と共に之れを數時間煮沸し冷却せしむれば、ダイナイトラニリンは黄色針狀結晶體として結晶析出す。之れを母液より去り温湯を以て洗滌し、乾燥して使用に供す。百八十二乃至八十三度の融點を有す。

五 褐 色 染 料

性 質

硫化ソーダ又は苛性ソーダには可溶性にして赤褐色を呈す。

製 法

百二十分の硫黄と四十分のメタフェニレンダイアミンとを混合し、之れを二百度乃至二百五十度にて全く硫化水素ガスの發散し終るまで加熱し、冷却して粉となし其まゝ商品として市場に送り、或は之れに二百五十分の硫化ソーダ、五十分の冷水を加

特 許 英 二二、三三、三二二 (千八百九十五年)
米 五六一、二七七
製造所 サンドニー化學染料製造會社

へ更らに百二十度内外にて之れを長時間加熱し、其の融化物の全く水に溶解するに至り加熱を停止し、其のまゝ乾燥して市販品とす。又は尙ほ之れに既記せし如く精製法を行ひ市場に搬出す。

メタフェニレンダイアミンに代ふるにメタトルイレンダイアミンを使用する場合は帶黄褐色を得。又はザイレンダイアミン、オルソナイトロパラトルイザン等を使用する場合にも同結果を得。

備考 硫黄及び硫化ソーダの配合量等の差、又は加熱温度の差に依り、オリーブ褐色、カーキ乃至暗褐色染料を得。

六 褐 色 染 料

性 質

水に可溶性。

製 法

二百五十分の硫化ソーダと五十分の硫黄とを融解せしめたる中へ、四十五分の一、二、四、ダイナイトロトルオールを加へたる後、二百度乃至二百三十度にて十時間乃至十五時間加熱し、之れを冷却せしめ粉狀となして市場に出す。一、二、四ダイナイトロトルオールに代ふるに一、二、六ダイナイトロトルオールを用る際は黄褐色を得。尙ほ硫黄の増量に従ひ其の色合は黄色を増加す。

特 許 英 一〇、一八七 (千九百〇二年)
佛 三二一、三二九
製造所 カレー染料製造株式會社

一、二、四ダイナイトロトルオールは次の方法に依り製せらる。

褐 色 染 料

一八九

硫化染料製造法

一九〇

百分のトルオール中へ、百七十五分の濃硫酸、百十三分の硝酸とを加へたる混酸を徐々に攪拌しつゝ加ふ。此の硝化作業中トルオールの温度は絶対に二十五度以下に保たしむるを可とす。全部の混酸を加へ了らば尙ほ數時間攝氏六十度に加熱し、攪拌を續行し、其の硝酸化合物を水中に注加せしめ直ちに沈降し、稀薄アルカリを加へ振蕩せしむるも油分の水面に浮遊せざるに至れば、更に三百五十分の濃硫酸、百十三分の發烟硝酸とを混合せる混酸を攪拌しつゝ徐々に加ふ。此の第二回硝化作業中は、其の温度を攝氏六十度以上に昇騰せしめざるを最も可とす。而して混酸を全く加へ終りたる後、之れに加熱して攝氏百十五度に達せしめ、尙ほ數時間作業を繼續し、其の硝酸化合物を水中に注下し忽ちにして固塊するを以て、其の固塊物の融點攝氏七十度内外に達するに至らば作業を中止し、直ちに之れを別器に移し冷却せしむればダイナイトロトルオールは結晶析出す。之れを母液（混合酸）より去り、更らに數回熱湯を以て洗滌し冷却せしめし後、母液と別ち乾燥せしめ使用に供す。淡黄色の長針狀結晶體にして七十一度の融點を有す。



七 褐色染料

特許 英 一六、一三五（千八百九十九年）
製造所 舊リド、ホリアー、エンド、ソンス商會

性質

製法

五十分の苛性ソーダ液（ホーメ四十度）、十分の硫黄と二十分のオルソトルイザンパラサルホニツク酸との混合物を、二百五十度乃至三百度にて數時間加熱變化を與へたる後、其のまゝ冷却せしめ粉末として商品とす。
又法、四十分の硫化ソーダと五分の硫黄とを融解せしめたる中へ、徐々に十分のパラナイトロトルオールサルホニツク酸を加へ、之れを三百度にて數時間加熱して其のまゝ乾燥し商品として市場に出さる。
又、之等の原料に代ふるにザイリザンサルホニツク酸、又はサルホベンゼンアゾメタトルイレンダイアミン或はメタトルイレンダイアミンとアニリンサルホニツク酸、トルイザン又はザイリザンサルホニツク酸とのダイアゾ化合物を以てする事を得。
オルソトルイザンパラサルホニツク酸は、同量のオルソトルイザンと普通硫酸とを二百度にて、數時間加熱して得らるる物なり。

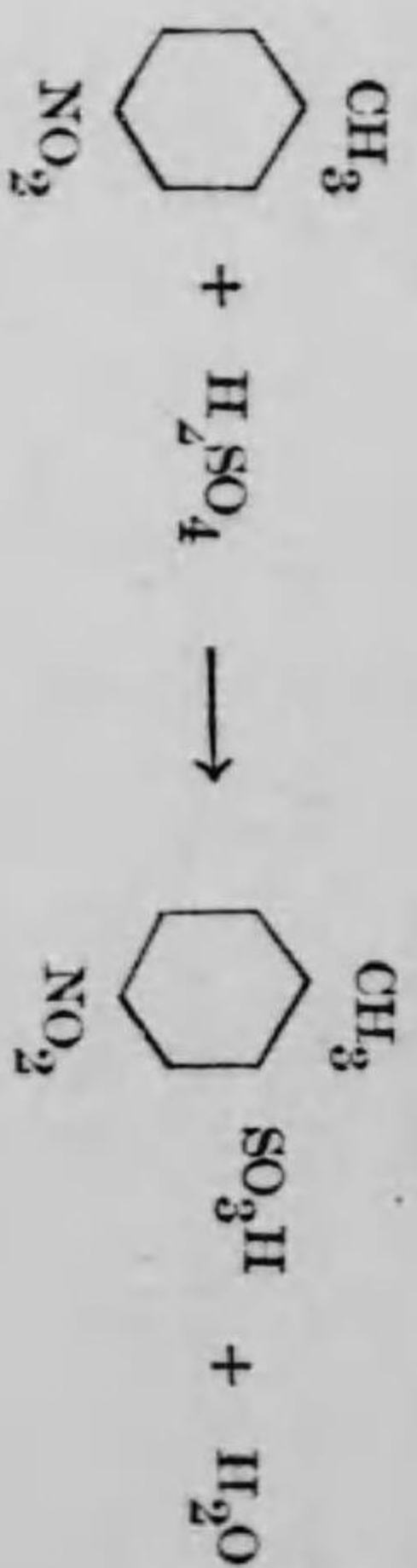


パラナイトロトルオールサルホニツク酸は、十分のパラナイトロトルオールを三十分の發烟硫酸（三十三%SO₃含有）中へ攪拌しつゝ徐々に加へたる後、二十五度乃至三十度にて數時間作用を與へ、其の硫酸化合物の全く水に溶解し得るに至り、之れを百五十分の食鹽飽和水中に注加すれば、其ソーダ鹽は忽ちにして拆出す。之れを冷却して濾し、食鹽水を以て洗滌し乾

褐色染料

一九一

燥す。



八 褐色染料

性質

水に可溶性にして暗褐色を呈し、濃硫酸に作用せしめて褐色を呈す。

製法

二百五十分の硫化ソーダと百分の硫黄とを百度にて融解したる中へ百分のナイトロソメタトルイレンダイアミンを加へ、之を密閉して百八十度にて二三時間加熱し、更に密閉を解き二百度乃至二百五十度にて尙ほ數時間加熱し、其のまゝ乾燥するに至らしめ、冷却後、粉状となし市場に販出す。

三百六十分の硫化ソーダ、百分の硫黄、九十分のナイトロソメタトルイレンダイアミン、五十二分の酒石酸を混じ、密閉し百

特許

獨 一三五、六三七
英 二、一四九(千九百〇二年)
佛 三一七、九三六

製造所

カセラ染料製造株式會社

七十度にて二三時間、更に密閉を解き二百二十度にて二三時間加熱し乾燥し、其のまゝ商品として市販品とす。酒石酸に代ふるに酢酸、フタリツク酸を使用する事を得。一般に有機酸を加へ得たる染料は、有機酸を加へずして得たる染料よりも黄色を帯ぶ。

九 褐色染料

性質

木綿染色後酸化剤を以て處理し暗色を増加す。

製法

四十乃至六十分の硫化ソーダと十乃至三十分の硫黄とを混合し、之れを百度内外にて融解したる中へ十分のダイナイトロクレソールを徐々に加へ、之れを百六十度にて二時間加熱し、乾燥し粉状となし市場に出す。又は既記せし如く精製法を行ひて市販品とす。

ダイナイトロクレソールは過去にピクトリアエロー、ピクトリアオレンジ又はアニリンオレンジとして市場に表はれたる事あり。然れども何程もなくピクリツク酸と共に遂に忘れらるゝに至れり。次の方法に依り製せらる。

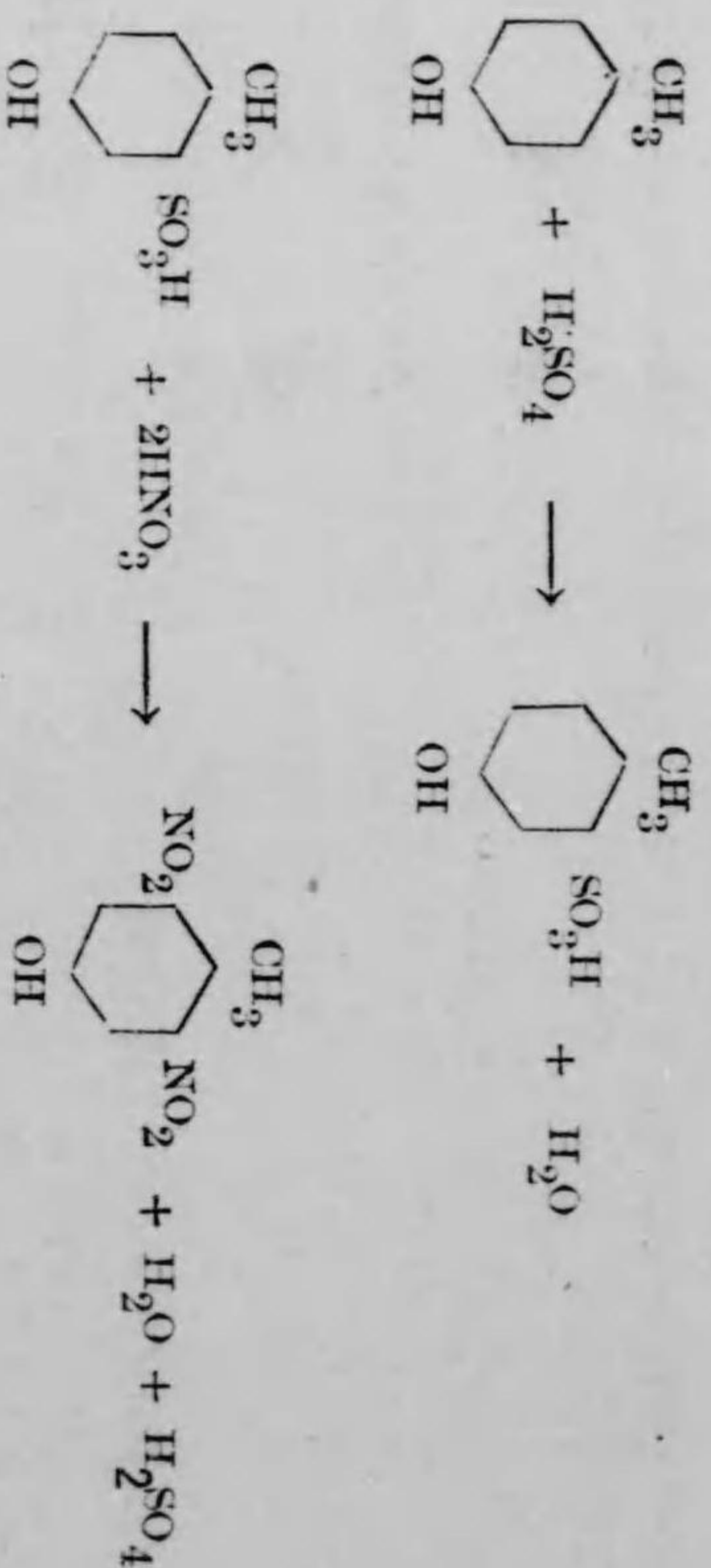
百分のクレソール(比重一・〇四)を千百分の濃硫酸に混合し、之れを百度に加熱して八時間作用を與へたる後、尙ほ同量の冷水を加へ、更に石灰乳を加へ過剰硫酸を硫酸石灰に變化せしめて之れを濾し、濾液に炭酸ソーダを加へ炭酸石灰を沈澱

褐色染料

硫化染料製造法

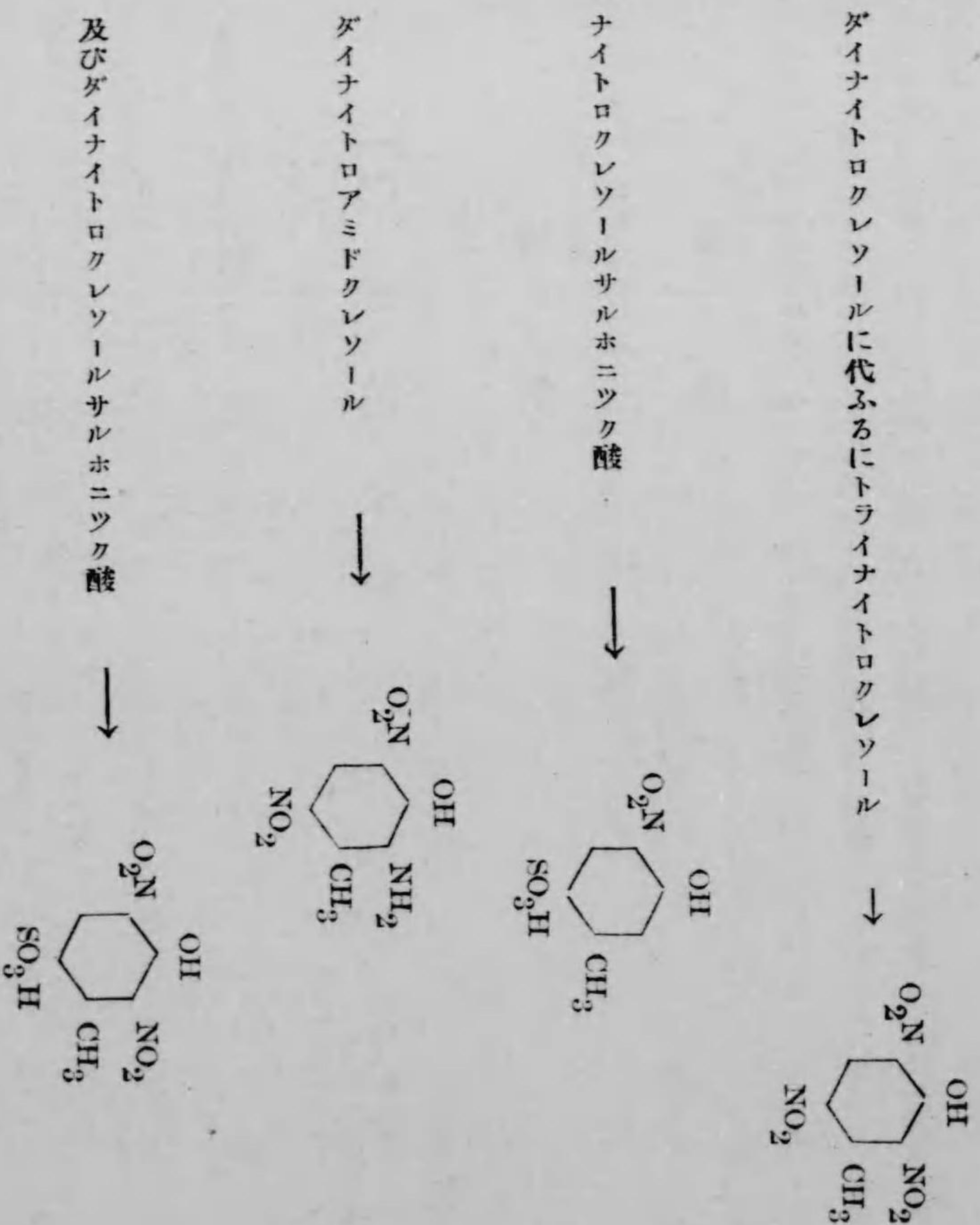
一九四

せしめ、再び濾し、其の濾液を約三分の一に蒸發せしめ冷却すれば、クレソールサルホニツク酸は結晶析出す。之れを母液より去りて乾燥し、クレソールサルホニツク酸十分につき三分の硝酸（比重一、二〇〇）を急に加へ速かに攪拌し、嚴烈なる變化作用を起す（若し徐々に加ふる際はナイトロクレソールを構成す）而して全く作用の終りたる後は、之れを倍量の冷水を以て稀釋し、苛性加里又はソーダを以て中性とし放置すればダイナイトロクレソールは結晶析出す。黄色針狀結晶體にして八十六度の融點を有す。



ダイナイトロクレソール

備考 普通クレソールを硝酸化する際にはオルソ、パラの二化合物を得。然れども茲には二化合物を分離せず、其のまゝ使用す可きものとす。

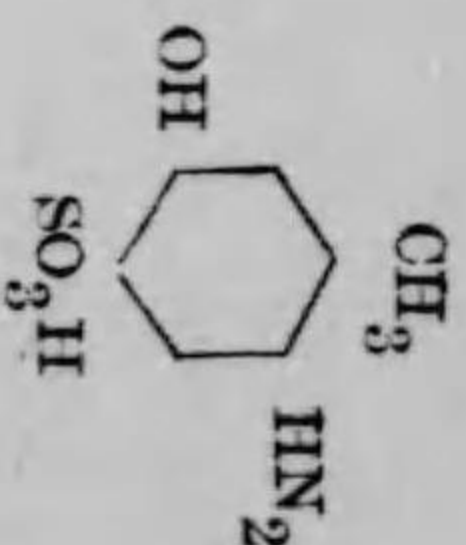


及びダイナイトロクレソールサルホニツク酸

褐色染料

一九五

尙ほアミドクレソールサルホニツク酸に依る



を使用する際は黄褐色染料を得。(獨逸特許一一〇、八八二)

一〇 褐色染料

特許 獨一〇二一、一一二、
英一八、八二六(千九百年)
佛三〇四、七八四

製造所 伯林アニン染料製造株式會社

性質

硫化ソーダ浴にて純褐色を染色し得べし。

製法

八分の硫化ソーダと三分の硫黄とを、十分の水を以て加熱溶解せしめたる中へ一分のトライナイトロトルオールを徐々に加へ、先づ水分を蒸發して百八十度乃至二百度にて六七時間加熱し、乾燥して其のまゝ商品として市場に出すが、或は既記せし如く多量の熱湯にて溶解し、其の不溶解物を濾し、濾液を適當なる方法にて處理し、染料を沈澱分離せしめ、洗滌し乾燥せしむ。

トライナイトロトルオールは次の方法にて製せらる。

五十分のダイナイトロトルオールを二百分の濃硫酸(ボーメ六十六度)の溫浴中に溶解せしめ、充分能く冷却して七十五分の濃硝酸(トワドル百度)を徐々に加へ、全く加へ終らば之れを九十度乃至九十五度に加熱す。而して其の溶液の透明より徐々に半透明に達し、遂に液表面に淡黄色油狀の皮を生ずるに至らば、其の終末期に近けるものとなし、尙ほ一二時間加熱を續行し冷却す。斯してトライナイトロトルオールは直ちに固塊す。而して其の酸分を去りたる後、熱湯を以て數回能く洗滌し之れを冷却すればトライナイトロトルオールは結晶析出す。黄色針狀結晶にして、八十一度乃至八十二度の融點を有す。トライナイトロトルオールは普通 T·N·T. と稱し、強烈なる爆發藥として使用せらる。

一一 褐色染料 (チオンブラウン)

特許 獨一五七、五四〇
佛三一五、六四八
米七二三、四四八

製造所 カレー染料製造株式會社

性質

硫化ソーダ液に作用せしめて褐色を呈し、アルコールに少しく溶解して黄褐色を呈し、濃硫酸に作用せしめて褐色を呈す。

製法

八十分のソーダと三十分の硫黄とを混合し、之れを百十度乃至百二十度にて融解し、三十分のツライアミドトルオールを徐

々に注加し百六十度にて一二時間加熱せしめて温度を上昇せしめ、二百度乃至二百二十度にて三四時間加熱せし後、其のまゝ乾燥して染色用に供するか、或は之れを多量の熱湯に溶解し、其の不溶解物を濾し、濾液を既記せし如くに処理し染料を分離せしめ、濾過、洗滌、乾燥す。

トライアミドトルオールは、トライナイトロトルオールを鐵粉及び鹽酸を以て還元して得らる。

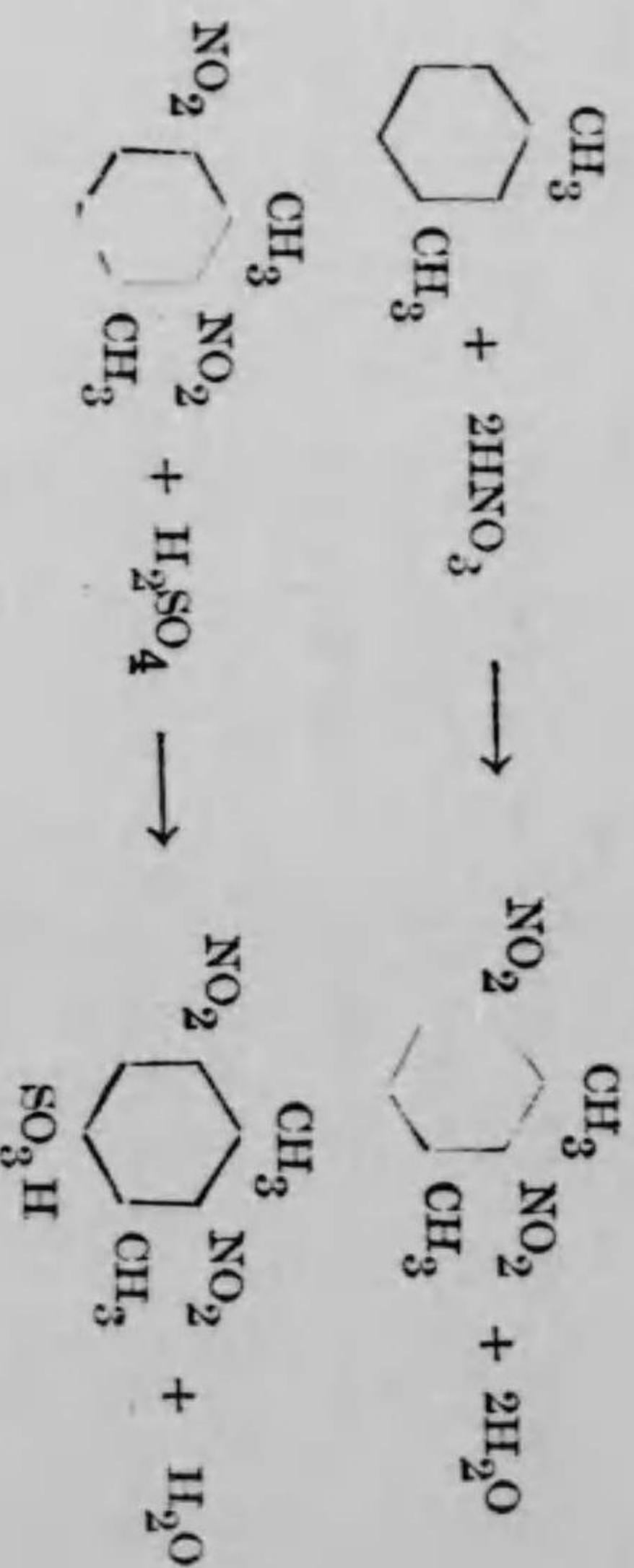
トリアミドトルオールに代ふるにアニリンアゾメタフェニレンダイアミン乃ちクリソイヤンの如き染料を以てする場合にも同結果を得。

一二 褐色染料

特許 獨 一一三、九四五
製造所 伯林アニリン染料製造株式會社

製法

七十五分の硫化ソーダ、三十分の硫黄、五分の水を混じ之れを加熱融解し、二十五分のダイナイトロザイロールサルホニツク酸を加へ之れを徐々に加熱し、二百二十度にて融化物の全く固塊乾燥するに至るまで加熱し、冷却後其のまゝ市場に出す。ダイナイトロザイロールサルホニツク酸は、ザイロールをダイナイトロトルオール(第六褐色染料参照)造を製すると同じき方法による、ザイロールを硝酸に作用せしめ得たるダイナイトロザイロールは黄色結晶体にして、九十三度の融點を有す(メタ化合物)。之れを更に發烟硫酸を以てパイナイトロトルオールサルホニツク酸製造法の如く(第七褐色染料参照)處理す。即ち左の如し。



一三 褐色染料

特許 獨 一二七、四六六
製造所 ア、キヨツツレー(フランクフルト)

性質

水に可溶性にして赤褐色を呈し、硫酸に作用せしめて黄褐色を呈し、硫化ソーダ浴にて木綿染色後、酸化せしむれば稍々黄色を呈す。

製法

六分の硫化ソーダと二分の硫黄とを百十度乃至百二十度にて融解したる中へ、一分のパラアミドアセトアニリッドチオウレアを加へ、之れを二百八十度にて四五時間加熱したる後、乾燥して其のまゝ使用に供す。或は適當なる方法を以て精製法を行

硫化染料製造法

ふも可なり。
 アミドアセトアニリッドチオウレアは、分子等量のアミドアセトアニリッドと二硫化炭素とを、其のアルコール溶液にて数時間加熱して得らる。

アミドアセトアニリッドはパラナイトロアセトアニリッドを鐵粉及び醋酸を以て還元せし物なり。
 アミドアセトアニリッドチオウレアの構造式は不明なり。然れども此の物はアルカリに徐々に溶解しダイアソ化するを得。

一四 褐色染料

特許 一三九、四二九
 英 一六、三六一
 佛 三二三、四九〇 (千九百〇二年)

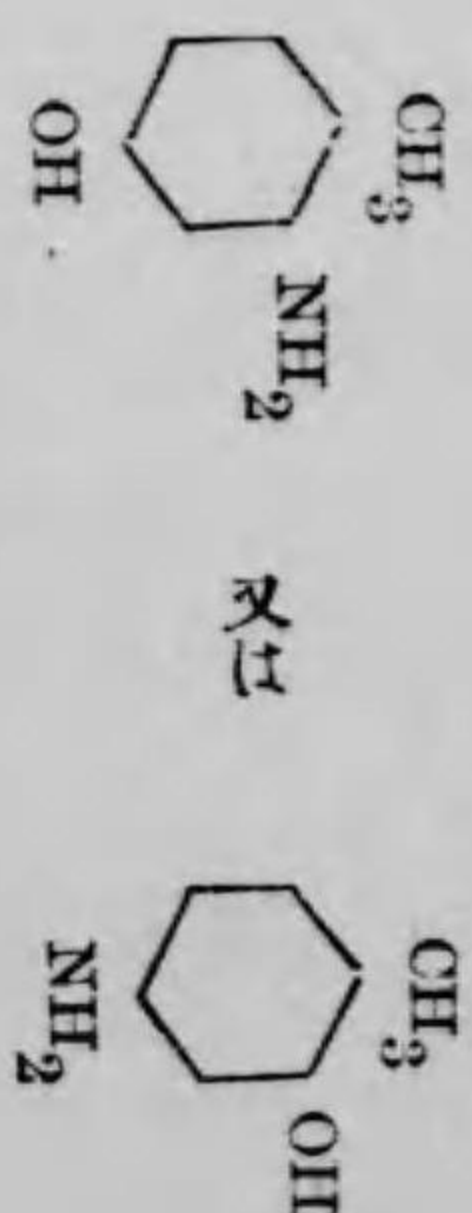
製造所 カネー染料製造株式会社

製法

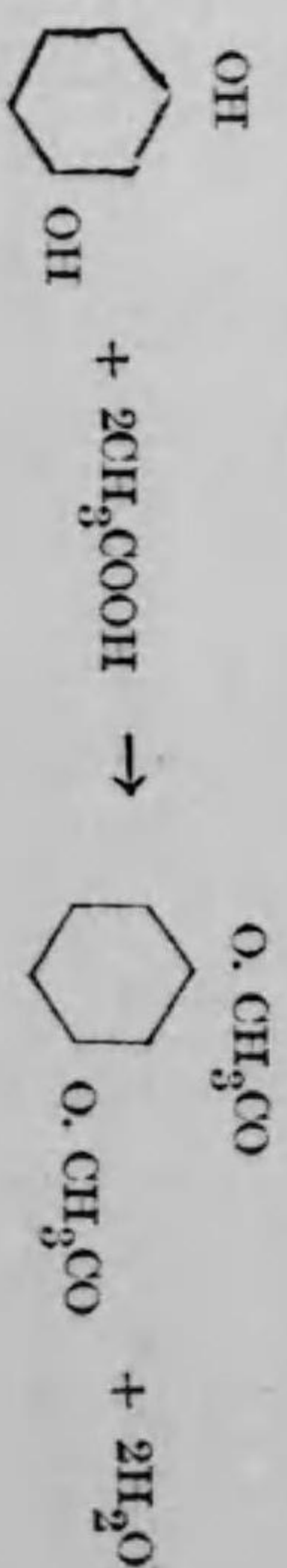
八十分の硫化ソーダと三十分の硫黄とを百五十度乃至百六十度にて融解したる中へ、二十四分のメタトルイレンダイアミンダイチオウレア又は一・三ナフチレンダイアミン、六サルホニツク酸ダイチオウレア又は之れ等のウレア化合物を加へて徐々に加熱し、二百度乃至二百五十度にて数時間加熱乾燥せしむるに至らしむ。而して其のまゝ使用するが、又は適當なる方法を以て精製す。

備考 加熱程度は其の色合に大なる影響を與ふるものにして、高温の場合には著るしく赤色を増加するも、之れに反して低温の場合には帶黄色の物を得。

一、三ナフチレンダイアミン、六サルホニツク酸ダイチオウレアは次の方法に依り製せらる。
 一、アミドナフタリン、三・六ダイサルホニツク酸又はアルフワナフトール、三・六ダイサルホニツク酸と、其の約三分の一量の強アンモニア及び水と共に高壓の下に、百六十度乃至百八十度にて三四時間加熱すれば一・三ナフチレンダイアミン六サルホニツク酸を得。
 四十分の酸化ソーダ、二十分のメタナイトロフェノール及び少量の水を混じ之れを二百度にて二時間加熱し、其の硝酸基を還元せしめし後、更らに七分の硫黄を加へ二百六十度にて八時間加熱し、乾燥して使用に供す。
 之れ等兩者に代ふるに二アミド、一メチール、四フェノール或は四アミド、一メチール、二フェノール



等を使用する場合にも同結果を得。又はアンモニア液にレゾルシンを溶解せしめ、其の飽和液を前記せし如く處理しても同結果を得、此の場合前記せし物よりも帶赤褐色を得。
 又はレゾルシン(一分子)と氷醋酸二分子とを、百三十度にて三四時間加熱し得たるダイアセチールレゾルシンを作り、

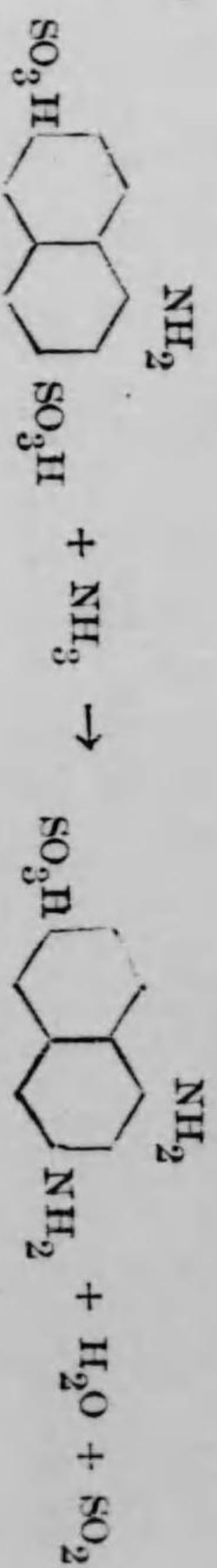


褐色染料

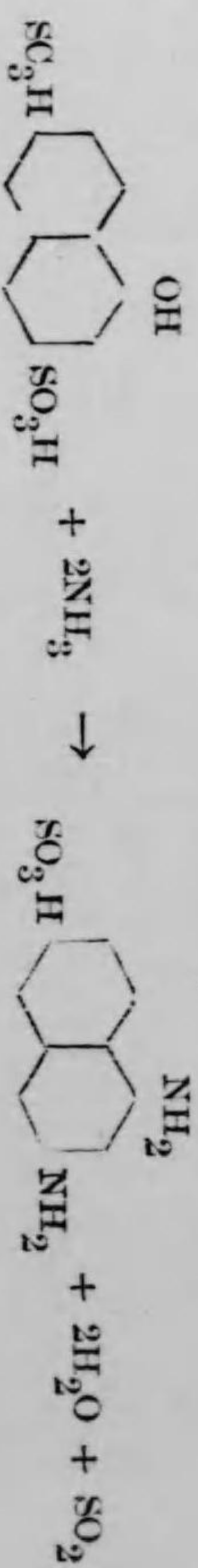
硫化染料製造法

二〇二

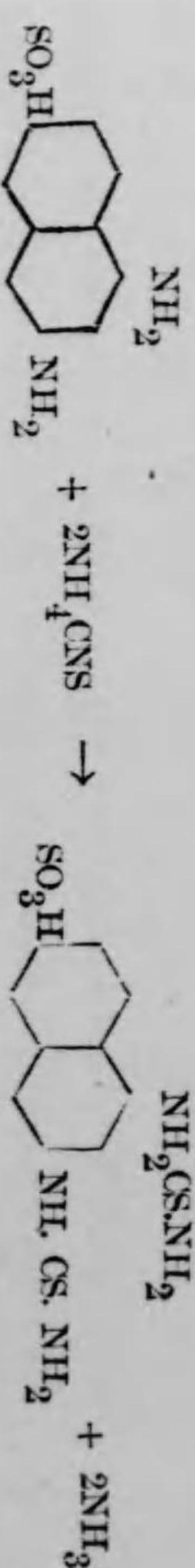
十分の硫化ソーダ、三分の硫黄、二分のダイアセチルソルソルシンを混じ百六十度に加熱し、乾燥して粉末となし、更に二百十度乃至二百二十度にて四時間加熱して使用に供す。斯くして得たる物は最も濃き赤褐色を與ふ。(獨乙特許一四五九〇九)。



又は



一・三ナフチレンダイアミン六サルホニツク酸(一分子)の鹽酸溶液と硫黄化アンモニア(二分子)とを混合し、之れを百三十度にて數時間加熱して一・三ナフチレンダイアミン六サルホニツク酸ダイチオウレアを得。



一五 褐色染料

特許

獨 一〇七、二三六
英 一八八、四八九
佛 二五八、九七八
米 五九四、一〇五

(千八百九十六年)

製造所

ドイツチエービダルゲセルシャフト、
(コブレントツ)

性質

水に不溶解、アルカリ等に溶解し緑褐色を呈し、濃硫酸に作用せしめて緑黑色を呈す。染色は酸化剤を以て處理すれば灰綠色に變ず。

製法

六・二分の硫黄と二十三分のメタアミドフェノールとを混合し、加壓して二百六十度にて八時間加熱し、乾燥せしめて使用に供す。

一六 褐色染料

特許

獨 一一七、八一九
英 八、八七三
佛 三〇〇、四二〇
米 六七四、一三七

(千九百年)

製造所

マイスター、ルーチエース、ウインド、ブルーニ
ンク染料製造會社

性質

水に溶けて暗褐色を、又アルカリに溶解しては紫褐色を呈す。

褐色染料

二〇三

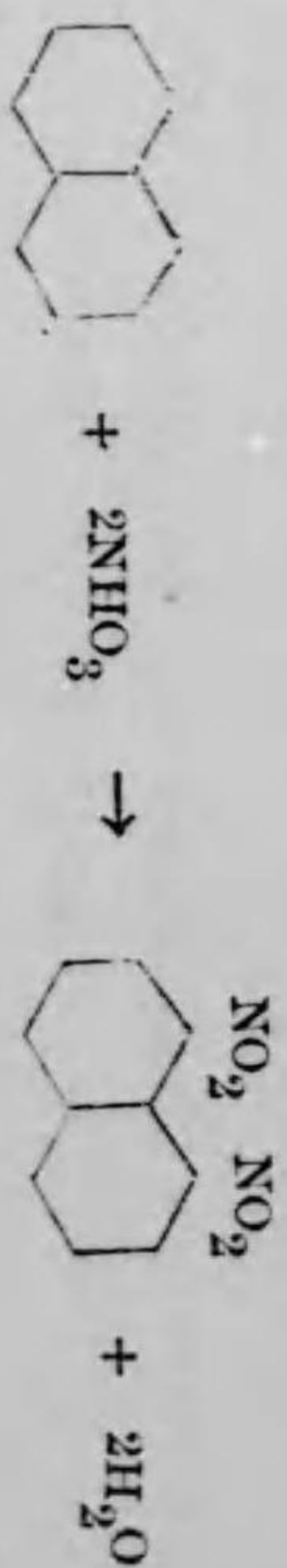
製法

二百分の硫化ソーダを五十分の温湯を以て溶解したる中へ、三十分の一・八ダイナイトロナフタリンを徐々に加へ、攝氏八九十度に於て乾燥するに至るまで加熱して之れを粉末となし、更らに百六十度乃至百八十度にて五、六時間加熱し、其の融化物の暗褐色を呈し全く固塊乾燥せし後、之れを粉状となして使用に供し、或は之れを多量の熱湯に溶解し其の不溶解物を濾し、濾液に鹽酸を加へて染料を沈澱せしめし後、之れを濾過、洗滌、乾燥す。斯くして得たる物はアルカリには溶解し得れども水には不溶解なり。

一・八ダイナイトロナフタリンは次の方法にて製せらる。
三百八十基の硝酸(比重一、二三〇)中へ能く粉末となせる百基のナフタリンを徐々に加へ、之れを四五十度にて攪拌しつゝ、一晝夜處理す。硝酸化法中ナフタリンの固塊するに至らば、稍々温度を上昇せしめて絶えず糊状を保たしむるを最も可とす然る後、二百八十八基の濃硫酸(ホーメ六十六度)を徐々に加へ、温度を八九十度に保ちて尙ほ一晝夜處理し、後之れを冷却し酸類より分離して其の化合物を充分能く水洗す。斯くして得たる物は一・五及び一・八ダイナイトロナフタリンの混合物にして黄色小粒状の塊状を呈す。之れをアセトンに以て長時間煮沸すれば、一・八化合物はアセトンに溶解し、一・五化合物はセトンに不溶解なるを以て、右兩者を分離し得。一・八化合物を溶解したるアセトンは、之れを冷水中に注加すれば一・八化合物は直ちに析出す。一・八化合物は百七十度の融點を有せる黄色多角形結晶物にして、一・五化合物は二百七十度の融點を有せる黄色針状結晶體なり。
又一・五及び一・八化合物分離法につき一般に行はれつゝあるは、兩者の混合物を二乃至三%SO₃含有の發烟硫酸の冷液に溶解せしむるにあり。然る時は一・八化合物は硫酸中に溶解せられ、一・五化合物は不溶解なるを以て分離する事を得。分離せられたる

一・八化合物を溶解せる硫酸は、之れを冷水中に注加すれば一・八化合物は直ちに沈澱状となりて硫酸より分離析出せらる。
ダイナイトロナフタリンは又、次の方法にても製せらる。
百十基の硝酸(ホーメ四十度)中へ百二十八基の能く粉末となせるナフタリンを加へたる後、更に次の混合酸を注意して攪拌しつゝ徐々に加ふ。

三百基の濃硫酸(ホーメ六十六度)、百基の發烟硫酸(六十%の過剰SO₃含有)及び百五十基の硝酸(ホーメ四十度)、混合酸の注加中は、勿論能く冷却し、全く注加後は更に冷却のまゝ、一日半攪拌を繼續し、小粒状黄色のダイナイトロナフタリンを得るに至らば、尙ほ十二時間八九十度に加熱して全く其の變化を終りし後、之れを多量の冷水中に注加し、析出せしダイナイトロナフタリンを濾して充分よく洗滌す。此の總收量は二百十四基にして、三十乃至三十六%の一・八化合物及び七十乃至六十五%の一・五化合物を得。而して一・五及び一・八化合物の分離法は既記せし如く處理す。



備考 一・八ダイナイトロナフタリンに代ふるに、一、三、八、トライナイトロナフタリンを用ひ前記せし如く處理せしむるも同結果を得。(米國特許六五八二八六)

一七 褐色染料

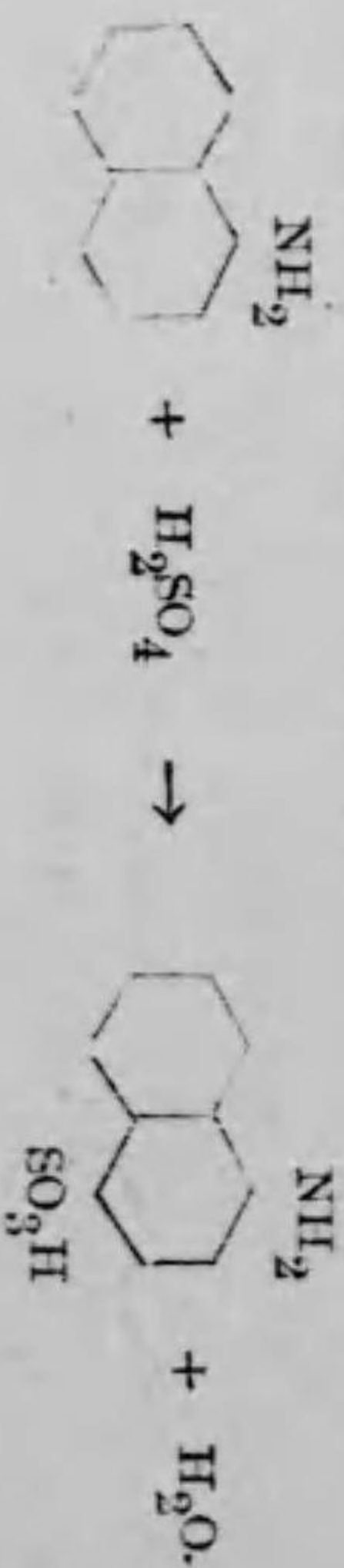
特許 獨 一九〇、六九五
 英 二二、九六七
 佛 三九三、一八七
 (千九百〇七年)
 製造所 伯林アニリン染料株式會社

製法

九十分の硫化曹達を三十分の熱湯を以て溶解したる中へ、十五分の一・四アルフツナフチラミンモノサルホニツク液又は此のソーダ化合物(ナフチオニツク酸)を徐々に加へたる後、其の水分を全く蒸發し、三百度にて數時間加熱(約五六時間)して其のまゝ使用に供するか、又は熱湯に溶解し其の不溶解物を濾し、濾液を適當なる方法にて處理し、染料を沈澱せしめし後之を濾過、洗滌、乾燥す。一・四アルフツナフチラミンサルホニツク酸を用て得たる染料は、硫化ソーダ溶にて木綿を暗赤褐色に染色する事を得。尙ほ之れに代ふに、二・八ナフチラミンモノサルホニツク酸(黄綠褐色)、一・四、八ナフチラミンダイサルホニツク酸(黑褐色)、二、三、六ナフチラミンダイサルホニツク酸(黑褐色)、二、三、六ナフチラミンモノサルホニツク酸(暗褐色)、二、六、八アミドナフトールモノサルホニツク酸(オリープ褐色)等を以てすれば、夫れ々異なる色の染料を得。

一・四ナフチラミンモノサルホニツク酸ソーダは次の方法に依り製せらる。
 百四十三基のアルフツナフチラミンと九十八基の百%無水硫酸とを混合し、之れを百五十度乃至百八十度にて數時間(約十時間)を要す)加熱し、其の化合物の稀アルカリ溶液に全く溶解し得るに至らば加熱を停止し、之れを四十基の苛性ソーダ溶液を以て全く溶解し、其の溶液を濾し(若し四十基の苛性ソーダを用て全部不溶解の場合は尙ほ少量の苛性ソーダを加ふ)濾液をトッドル七十五度乃至八十度にて煮沸蒸發して之れを冷却すれば、一・四ナフチラミンモノサルホニツク酸ソーダは結晶拆出す

斯くして得たる物は四分の結晶水を含有す。百基のアルフツナフチラミンを四百乃至五百基の普通硫酸を以て溶解し、之れを百度乃至百二十度にて數時間(約七八時間)加熱して、其の化合物の全く稀アルカリに溶解し得るに至らば、加熱を中止し之れを多量の冷水中に注加すれば、忽ちにして一・四ナフチラミンサルホニツク酸は白色沈澱となりて拆出す。此に於て、之れを濾し、沈澱を能く洗滌して乾燥し、其のまゝ使用に供するか、或は更らに前記せし如く之れをソーダを以て溶解し結晶拆出せしむ。斯くして得たる物は七分の結晶水を含有す。



一八 褐色染料

特許 獨 一九八、〇四九
 英 二二、九六七
 佛 三九三、一八七
 (千九百〇七年)
 製造所 伯林アニリン染料製造株式會社

性質

硫化ソーダ溶にて木綿をブロンズ色に染色し得。

製法

四十分の硫化ソーダを十八分の熱湯に溶解せしめし後、二十二分のナフタリンメタサルホニツク酸ソーダ又はナフタリンア

褐色染料

硫化染料製造法

二〇八

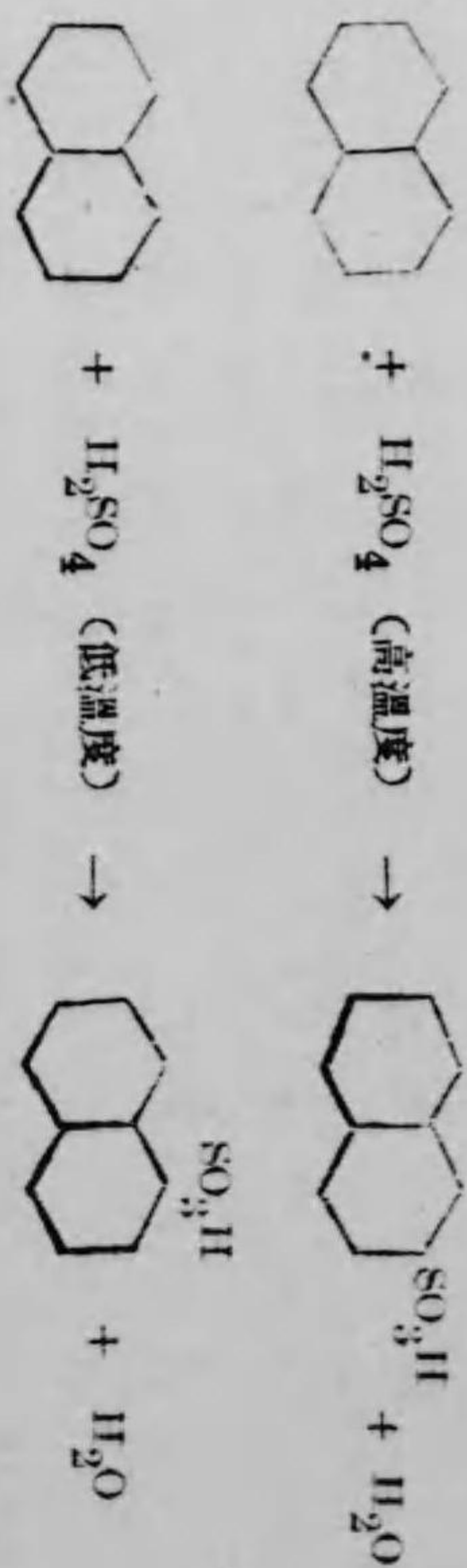
ルフトサルホニツク酸ソーダを加へ、之れを加熱して全く水分を蒸發し、三百五十度にて八時間加熱し其のまゝ乾燥し使用に供す。

之れ等のサルホニツク酸に代ふるに又、次のサルホニツク酸を以てするも同結果を得。

二・七又は一・五ナフタリンダイサルホニツク酸、一・三、六ナフタリントライサルホニツク酸又は之等のソトダ化合物。

ナフタリンベタサルホニツク酸は次の方法にて製せらる。

百二十分の普通濃硫酸を豫め七八十度に加熱し百分の能く粉碎せるナフタリンを加へ、之れを百七十度乃至百八十度にて十時間加熱し、多量の食鹽飽和液中に注加すればナフタリンベタサルホニツク酸は忽ちにして拆出す。之れを濾し、食鹽水を以て洗滌し、乾燥して使用に供す。アルフト酸はナフタリンの倍量の濃硫酸にて四十度乃至六十度にて拾時間以上加熱處理して得らる。



一九 褐色染料

特許 英 二二、四六〇 (千八百八十九年)
製造所 グレイトンアンリオン染料製造會社

性質

黑色粉末にして水に不溶解、硫化ソーダにて暗褐色を呈す。

製法

五十分のパラナイトロソフェノールを、五十五分の三十%苛性ソーダ液及び四百分の冷水を以て溶解したる中へ、更に二百四十分の濃硫酸と五百六十分との冷水を加へ、其の混合液中に多量の硫化水素ガスを通す。而して其の溶液を六十度乃至七十度に加熱し、硫化水素を通すれば初め溶液は赤色を呈し、而して充分ガスの作用したる際は溶液は無色に變ず。此に於てガスの通加を中止し、其の溶液を暫時煮沸す。然る時は水に不溶性の黑色沈澱を生ず。之れを濾し温湯を以て能く洗滌し乾燥せしめ其のまゝ使用に供す。

パラナイトロソフェノールは、分子當量の石炭酸を醋酸又は硫酸に溶解し、之れに攝氏零度にて分子當量の亞硝酸ソーダを作用せしめて得らる。



二〇 褐色染料

特許 獨 一〇二、八九七 (千八百九十五年)
英 二二、四一七
米 六〇三、七五五
製造所 元バイエル染料製造株式會社

褐色染料

二〇九

硫化染料製造法

二二二



又石炭酸を過剰の加里及びキールセルゲールと共に加壓釜にて加熱し、百三十度乃至百六十度にして二酸化炭素ガスを通じて得らる。



二二褐色染料

特許

英獨 一三五、六三六
 佛 二五、八〇九
 米 三一七、六三
 七、一八、三四二
 (千九百一一年)

製造所

馬獅子アニリンソーダ株式会社

性質

水に不溶性にして、硫化ソーダに溶解せしめて黄褐色を呈し、木綿を同色に染色し得。其の色鹽素漂白に能く耐へ、又染色後ダイアソ化するべし。

製法

三十分の硫化ソーダ、十分の硫黄及び二十分の熱湯を煮沸溶解し、六七十度の温度を保ちつゝ十分のダイナイトロマンザール

deynitro.Pyalehloride

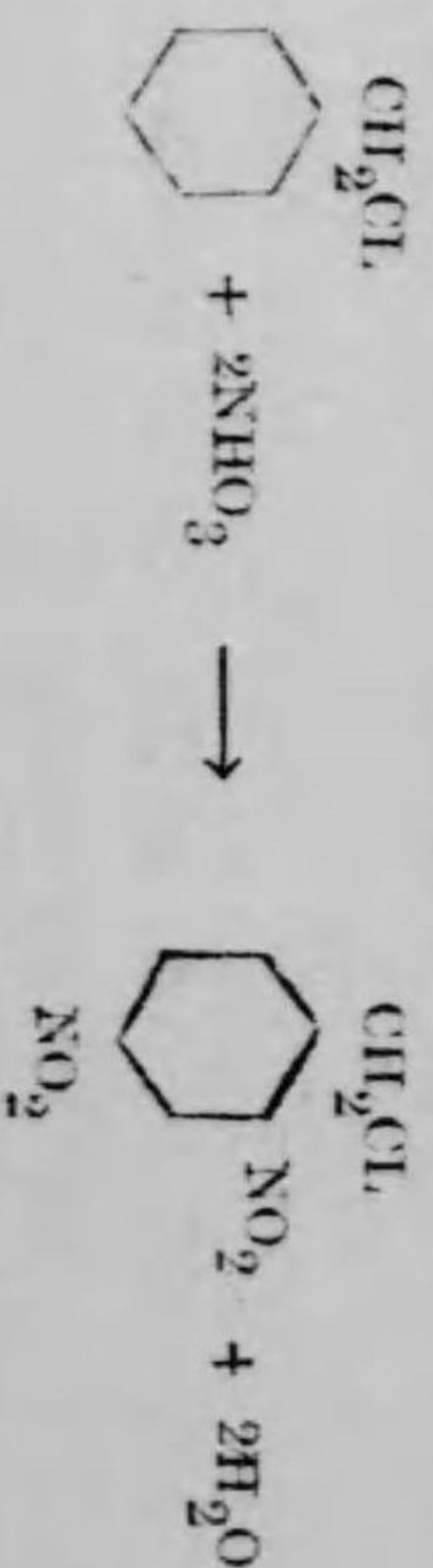
サルホニツク酸ソーダを加へ、而して之れを攝氏百五十度乃至二百度に加熱し、其の溶液の糊状を呈するに至らば更に二百四十度乃至二百五十度にて尙に數時間全く乾燥固塊するに至るまで加熱し、冷却して粉狀となし、水に溶解せしめて不變化物及び其の不溶解物を濾し、濾液に食鹽を加へて染料を沈澱分離せしめ、また之を濾し、洗滌して乾燥す。

ダイナイトロ化合物に代るに、モノナイトロ化合物を使用せしむる際は尙ほ一層黄き褐色を得。ダイナイトロマンザールサルホニツク酸ソーダは次の方法にて製せらる。

先づトルオールに少量の硫黄又は沃度を加へ、之を逆流冷却器の装置ある釜に入れ加熱沸騰せしめ、鹽素ガスを通す。而して時々其の沸騰點を検し、百七十五度内外に達せし際、鹽素ガスの吹入を停止し、其のまゝ冷却し更に之れを蒸溜し、百七十五度乃至百八十二度間に蒸溜し來たる油分を蒐輯す。此物即ちマンザールクロライドにして比重一・二を有する無色透明の輕き油にして、特種の刺激性臭氣を有す。



マンザールクロライドを更に硝酸及び硫酸の混合酸を以て、ダイナイトロトルオールの場合に記せし如く硝化する。(第四十六褐色染料参照) 然る時はダイナイトロマンザールクロライドを得。



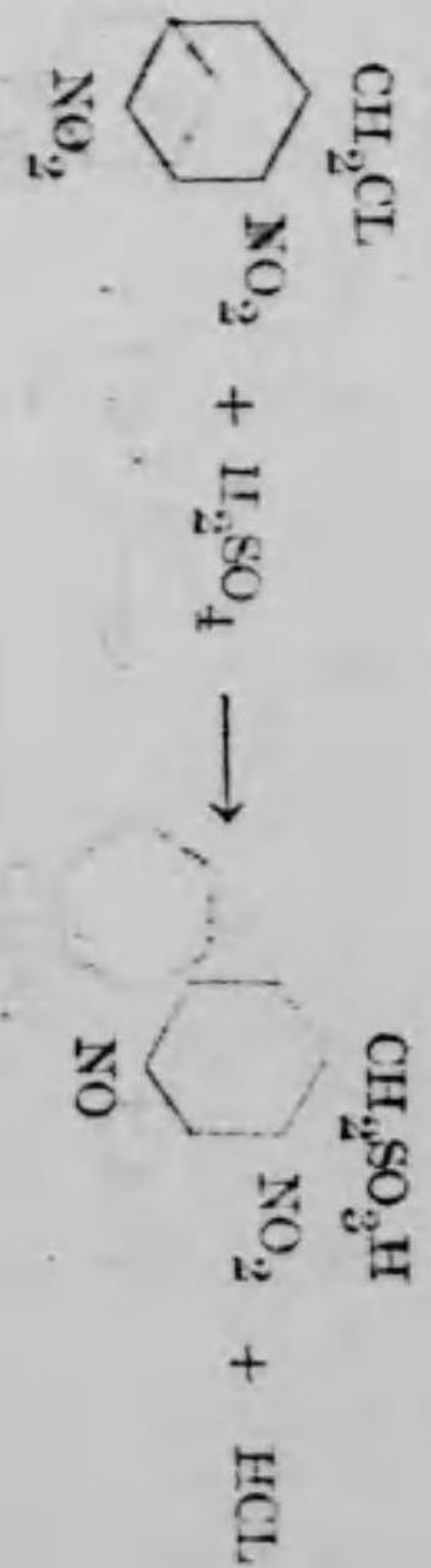
褐色染料

二二三

硫化染料製造法

二一四

ダイナイトロベンチルクロライドを約同量の普通硫酸に溶解せしめ、之れを八十度乃至百度にて數時間加熱せしめたる後、石灰乳を以て中性となし、過剰硫酸を硫酸石灰に變ぜしめて濾し、濾液に炭酸ソーダを加へて炭酸石灰を沈澱せしめ、再び之れを濾し、其の濾液を約二分の一に蒸發せしめ、冷却すればダイナイトロベンチルサルホニツク酸ソーダは結晶析出す。之れを母液より分離し乾燥して使用に供す。



二二三 褐色染料

特許

製造所 元 英 獨
 米 佛 二 九
 六 一 一 五 七 五
 一 〇 三 三 八
 〇 六 一 〇 三 八
 (千八百九十五年)

性質

水に可溶性にして橙赤色を、苛性ソーダにて褐色を與へ、ソーダに不溶解。濃硫酸にて褐色を呈す。

製法

四十分の硫化ソーダと二十分の硫黄とを百四十度にて融解し、十分の二・八又は二・七或は二・六ナフトールモノサルホニツク酸を徐々に加へ、全く蒸發乾燥せしめし後、更らに之れを二百五十度乃至二百六十度にて四時間加熱し、冷却して粉狀となし其のまま使用に供す。加熱度及び使用藥品量の差に依り種々異なる色合を得。
 尙ほ前記の原料に代ふるに、二ナフトール三・六又は六・八ダイサルホニツク酸を或は一ナフトール四・八ダイサルホニツク酸又はナフトサルトン等を使用し得べし。何れも種々異なる色合の染料を得。

ナフトールサルホニツク酸の製法につき次に記すべし。
 前記のナフトールサルホニツク酸は、何れも互に密接なる關係を有し、或物は同量の原料を用ひ、單に熱度の差に依り異なる物を得。或は一工程中に二化合物の混合せられあることあり。

普通同量のメタナフトールと普通硫酸とを通常温度にて作用せしむる際は、二ナフトール一モノサルホニツク酸を構成す。メタナフトールの倍量の硫酸を以て之れを五六十度にて稍々長時間作用せしむれば、殆んど同量の二・八ナフトールモノサルホニツク酸(クロロセイン酸又はバイエル酸と稱す)と、二・六ナフトールモノサルホニツク酸(普通シエツフハー酸と稱す)との混合酸を得。此際若し其の硫酸温度を二十度以下にて作用せしむる際は多量の二・八酸を得。若し之に反して高温を以て處理すれば多量の二・六酸を得。尙ほ倍量の硫酸を以て同じく作用せしむれば之等のダイサルホニツク酸(三・六及び六・八)を得。尙ほ又、メタナフトールの三倍量の濃硫酸を百十度にて長時間作用せしむる際は、メタナフトールダイサルホニツク酸 G、R の混合物を得。G 酸は即ちクロロセイン酸にして、R 酸はシエツフハー酸なり。

メタナフトールに發烟硫酸を作用せしむる際はメタナフトール三、六、八トライサルホニツク酸を得。二・七ナフトリンダイサルホニツク酸(アルフツナフトリンダイサルホニツク酸と稱し、一分のナフトリンに五分の濃硫酸を百六十度にて四時間作用せしめて得)を分子等量の苛性ソーダと共に、二百度乃至二百五十度に融化せしむる際は、メタナフトール七サルホニツク

褐色染料

二一五

硫化染料製造法

二一六

酸(通常下酸又はデルタ酸と稱す)を得。尙ほ之れに硫酸を作用せしむる際はメタナフトール三・七ゲイサルホニツク酸を得。

アルフハナフタリンモノサルホニツク酸に少量の硝酸を作用せしむればナイトロナフタリンサルホニツク酸を得。酸粉及び鹽酸を以て其の硝酸基を還元せしむればアルフハナフチラミン八サルホニツク酸を得。此のダイアゾ化合物を煮沸すればアルフハナフトールサルホニツク酸を得。尙ほ之れに硫酸を作用せしむればアルフハナフトール四・八ダイサルホニツク酸を得。アルフハナフトール八サルホニツク酸の無水物は即ちナフトサルトンなり、サフトサルトンは次の如し。



二二三 褐色染料

特許 獨 一 二 一、六 八 七
製造所 ラーテボイルヘーデン商會

性質

水及び硫化ソーダに可溶性にして黄褐色を呈し、濃硫酸にて紫褐色を呈す。木綿を硫化ソーダ溶にて黄褐色に染色し得。

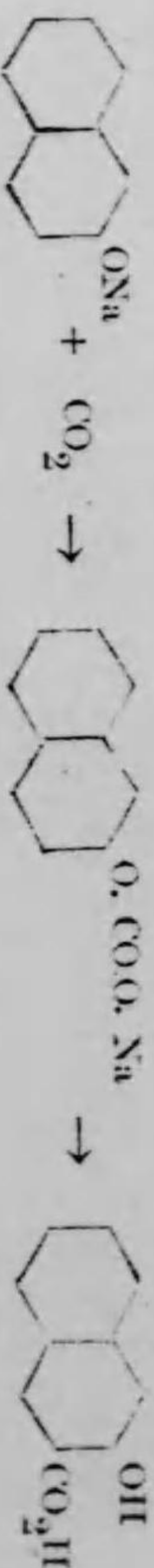
製法

百分の硫化ソーダと四十分の硫黄とを混合し、百度内外にて融解して二十五分のダイナイトロベンゾールオキシメタナフト

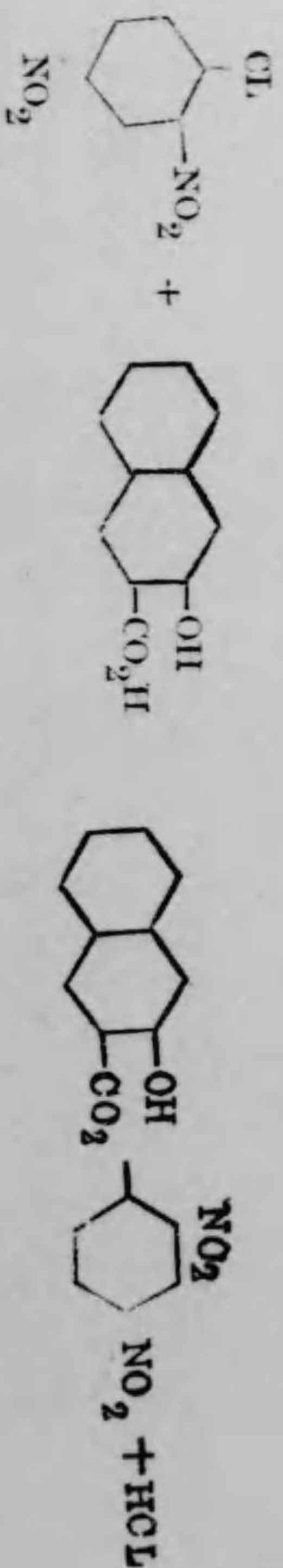
イツク酸を除々に加へ、之れを百四十度乃至百六十度にて数時間加熱し、全く乾燥固塊せしめし後、之れを冷却して其のま、粉状となし市場に出す。

ダイナイトロベンゾールオキシナフトイツク酸に代ふるに、ダイナイトロベンゾールアミドナフトイツク酸を使用せしむる際は褐色染料を得。

ダイナイトロベンゾールオキシメタナフトイツク酸は次の方法にて製せらる。先づメタナフトールを苛性ソーダを以て溶解したる液を加圧釜に入れ、二百度乃至二百五十度に加熱し、二酸化炭素ガスを通じたる後、鹽酸を以て沈澱せしめメタオキシナフトイツク酸を得。



二百〇二分のダイナイトロクロロベンゾールと百八十八分のメタオキシナフトイツク酸とを混合し、之れをアルコールにて溶解し約百分の無水醋酸ソーダを加へ、煮沸して水中に注加すればダイナイトロベンゾールメタオキシナフトイツク酸は析出す。



褐色染料

二一七

二四 褐色染料 (チオナルアラ)

(ウング 2G)

特許

英獨 一三六、六一八
米 七、八四九 (千九百〇二年)

製造所

サンドウ化学薬品製造会社

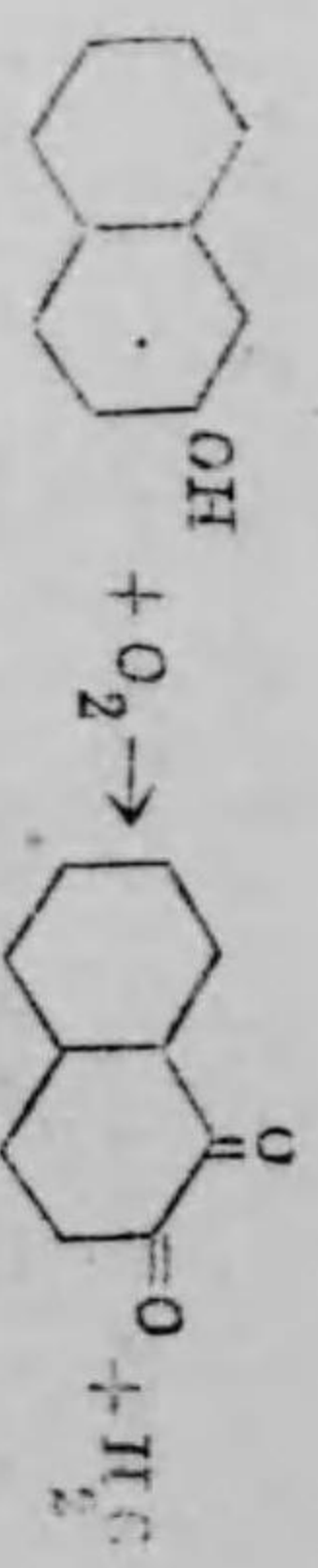
性質

水に可溶性にして黄褐色を呈し、濃硫酸に不溶解。沸騰アルコールに稍々溶解し、硫化ソーダ浴にて木綿を黄褐色に染色し得、染色後酸化剤の作用を與ふれば色合は變化す。

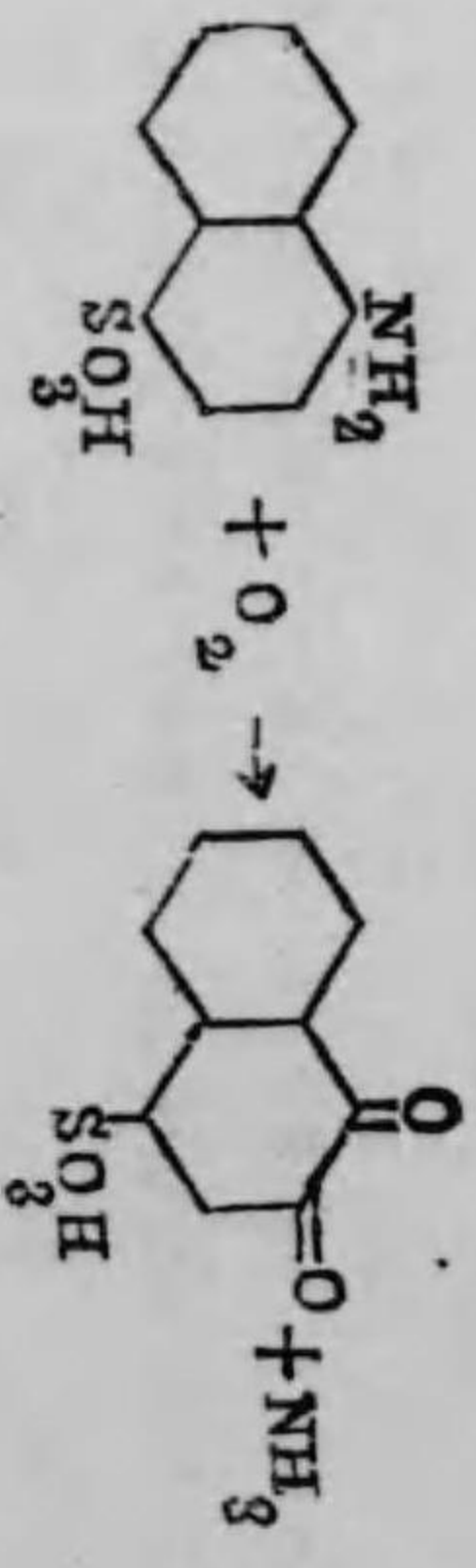
製法

二百五十分の硫化ソーダと五十分の硫黄とを混合し、之れを百二十度にて融解し、五十分のメタナフトキノールアニールパラサルホニツク酸を徐々に加へたる後、温度を漸次上げて二百度にて數時間作用せしむ。而して融解物の全く糊状を呈するに至らば、之れを淺き鐵製の釜に擴げ、更に二百六十度乃至二百八十度にて六乃至八時間加熱し、全く固き暗褐色の塊状を得るに至らば、之れを冷却して粉状となし、其のまゝ使用に供す。

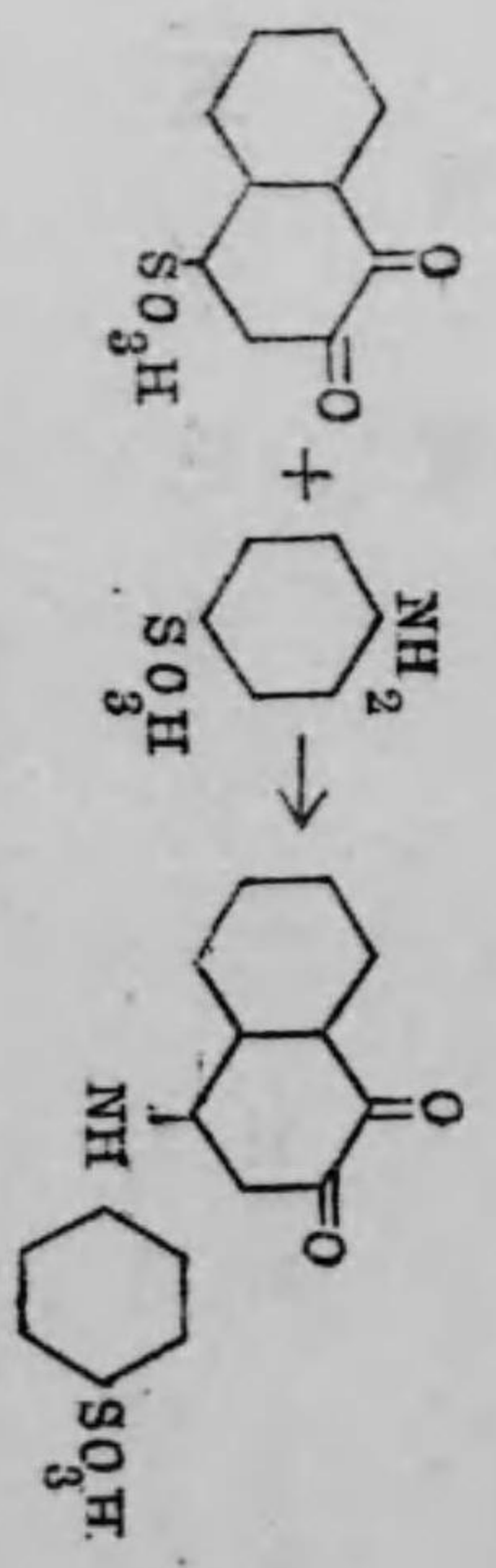
メタナフトキノールアニールパラサルホニツク酸は次の方法にて製せらる。
先づメタナフトール四サルホニツク酸を、硫酸及び重クロム酸加里又は氷醋酸及びクロム酸と共に煮沸酸化せしむればメタナフトキノール四サルホニツク酸を得。メタナフトール四サルホニツク酸に代ふるに、アルファナフチラミン四サルホニツク酸を用ふるも同結果を得。又メタナフトールを硫酸、重クロム酸加里或は氷醋酸、クロム酸と共に酸化せしめ得たるメタナフトキノールを硫酸を以て処理せしむる際にも亦、メタナフトキノール四サルホニツク酸を得。



メタナフトキノール



百七十三分のパラサルファアニール四サルホニツク酸と二百三十九分のメタナフトキノール四サルホニツク酸とを混じ、數時間煮沸すればメタナフトキノールアニールパラサルホニツク酸を得。即ち、



メタナフトキノールアニールパラサルホニツク酸

此の際、何れかの硫酸根は除去せらるゝものとす。
又、パラサルファニール四サルホニツク酸に代ふるにメチール基を有せるアミド化合物、即ちトレイサン、ザイリサン、キエミサン又はト

硫化染料製造法

二二〇

ルイレンダイアミン、ザイレンダイアミン等の硫酸化合物を使用せしむる際は褐色乃至赤褐色染料を得。
或はベタナフトキノリンダイサルホニツク酸を使用し、方アニリン、トルイザン、ザイリザン、トルイレンダイアミンザイレンダイアミン等を使用せしむるも同一結果を得。

二五 褐色染料

特許 獨 一、二六、一六五
米 六八一、六八九
製造所 カセラ染料製造株式会社

性質

黒色金屬性光輝ある塊状にして、水に可溶性にて橙赤色を呈す。

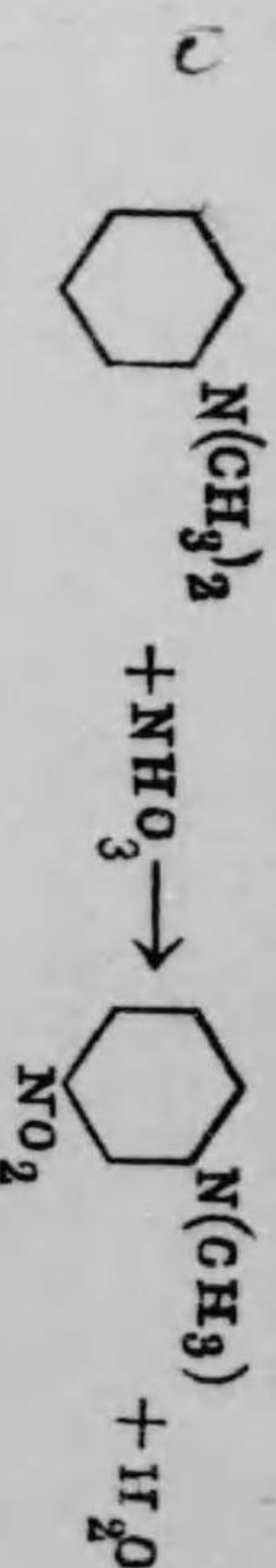
製法

六十分の硫化ソーダと二十分の硫黄とを混合し、此の融解物中へ十分のテトラメチルダイナイトロペンザンを徐々に加へ二百三十度にて數時間加熱し乾燥したる後、更に之れを密閉し、二百八十度乃至二百九十度にて尙ほ一二時間加熱せしめし後、冷却し其のまゝ使用に供す。

備考

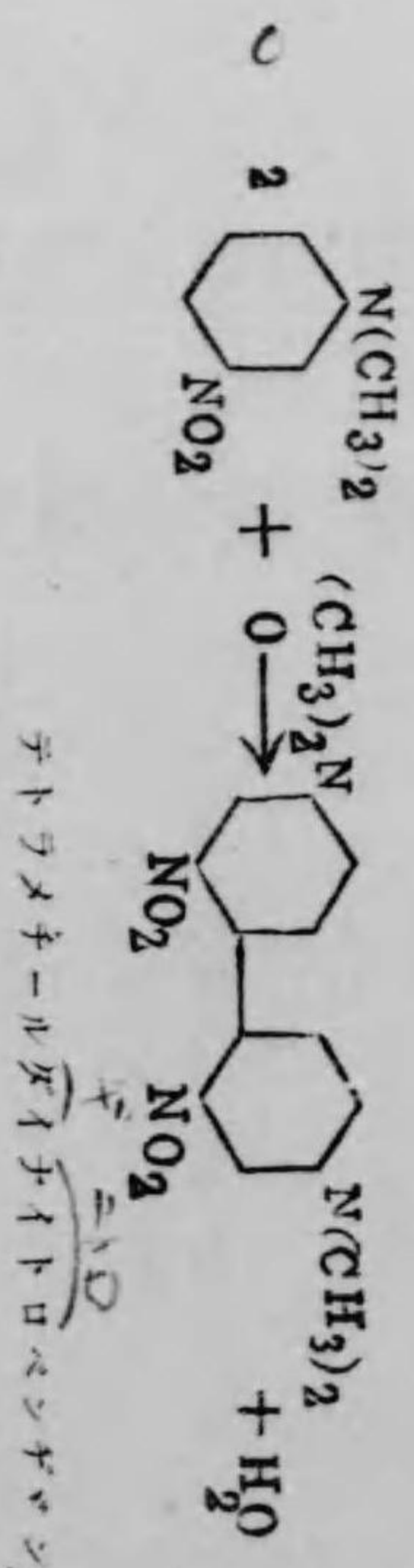
硫化ソーダの増量及び加熱温度の長きに渡る際は其の暗色を増加す。
テトラメチルダイナイトロペンザンは次の方法にて製せらる。
一分子等量のナイトラニリン(メタ又はパラ)と、二分子等量のメチルアルコール及び鹽酸と共に之れを加壓釜にて二百四十度にて數時間加熱せしむ。然る時はナイトロダイメチルアニリンを得。或はダイメチルアニリンを普通温

度にて稀硝酸(トリドル五十度)により作用せしむる時もナイトロダイメチルアニリンを得。



ナイトロダイメチルアニリン

ナイトロダイメチルアニリンを硫酸及び酸化剤(硝酸化合物又は水銀或はテレピン油の如き)と共に、二百度にて數時間加熱せしむる時はテトラメチルダイナイトロペンザンを得。(獨乙特許一二七、一七九及び一二七、一八〇)



テトラメチルダイナイトロペンザンに代ふるにテトラメチルテトラナイトロペンザンを使用する際には、前記の物に比し更に赤き褐色染料を得。(獨乙特許一二一、八七四) テトラメチルテトラナイトロペンザンはテトラメチルダイナイトロペンザンを更に硝化して得らるものなり。

褐色染料

二二一

二六 褐色染料

特許 獨 一三九、九八九
製造所 カセラ染料製造會社

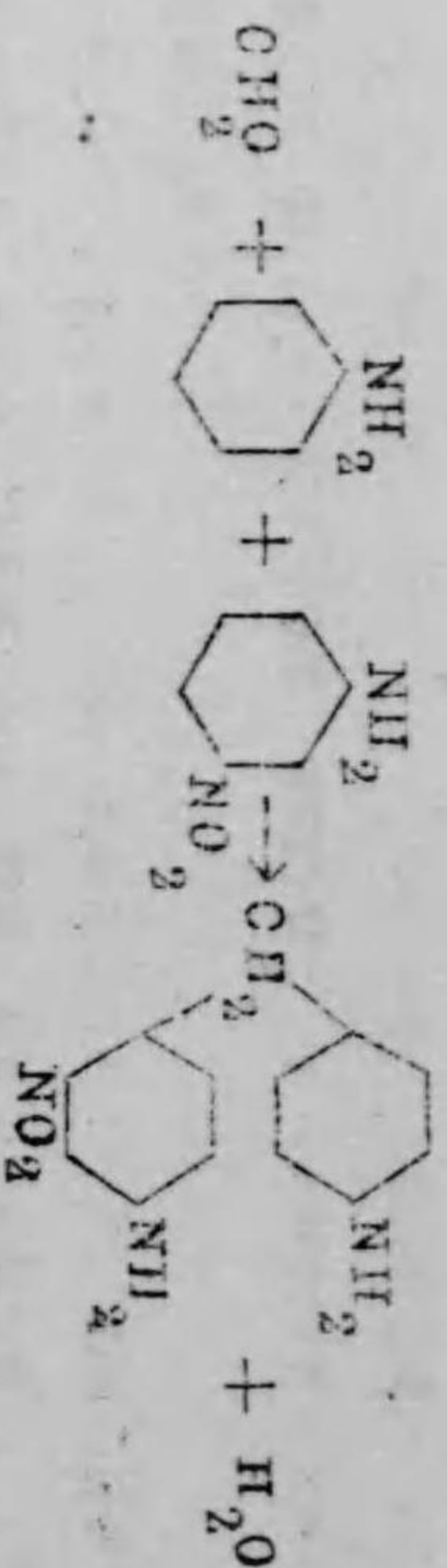
性質

水に溶解して赤紫色を呈す。硫化ソーダ浴にて木綿を赤褐色に染色し得。

製法

五十分の硫化ソーダと二十分の硫黄と十分のダイアミドダイニトロダイフェニールメタン又はダイアミトダイニトロダイフェニールメタンとを、百五十度乃至百七十度に加熱し、全く乾燥固塊せしむるに至らしめ緑黒色の塊を得。尙ほ之れを二百四十度乃至二百五十度にて數時間加熱したる後、固き黒褐色の塊状を得るに至らば加熱を停止し、冷却して粉末となし使用に供す。

ダイアミドダイニトロダイフェニールメタンは次の方法に依り製せらる。
メタナイトロアニリンにフォルムアルデハイドを作用せしむればアンハイドロフォルマールデハイドダイニトロアニリンを得。之れをアニリンサルト及びアニリン油と共に約拾時間八九十度に加熱したる後、苛性ソーダを以て中性となし、過剰アニリンを蒸氣に依て蒸溜し除去せしめ、其の残渣をアルコールにて精製す。



ダイアミドダイニトロダイフェニールメタン

二七 褐色染料

特許 獨 二二二、七二三
製造所 元バイエル染料製造株式會社

性質

硫化ソーダに溶解せしめて濃青色を呈し、染色後酸化すれば赤褐色を得。

製法

五十分の苛性ソーダ、六十分の硫黄を百五十分の熱湯中に溶解し、二十分のダイオキシダイフェニールメタンを徐々に加へ、二百六十度乃至二百八十度にて數時間加熱し、全く乾燥固塊せしむるに至りし後、冷却し其のまゝ使用に供す。硫化融解中に硫酸銅を加ふる際は赤褐色染料を得。

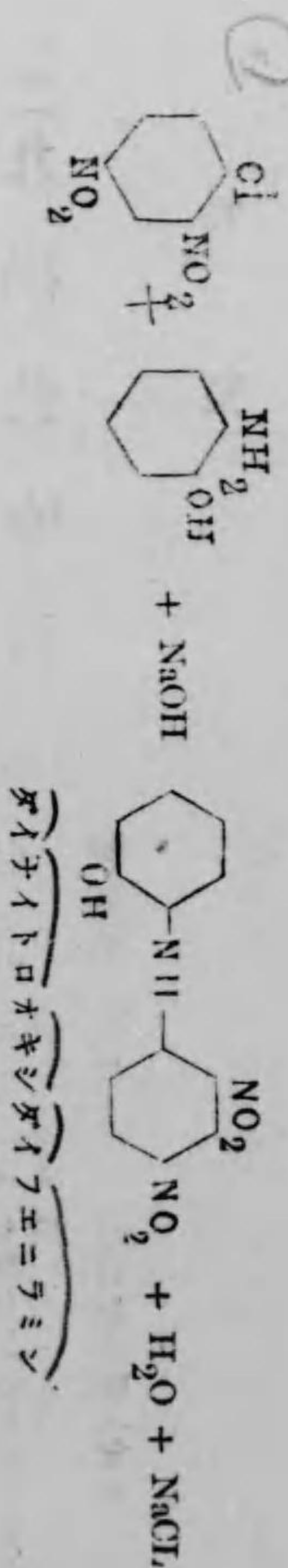
ダイオキシフェニールメタンはフェニールに、フォルマールデハイドを作用せしめて得たる物なり。

褐色染料

硫化染料製造法

二二六

ダイナイトロオキシダイフェニラミンは次の方法にて製せらる。
 二百〇二分のクロロダイナイトロベンゾールと百〇九分のオルツアミドフェノールとを多量の水と共に逆流冷却器の装置ある釜にて数時間加熱す。煮沸の開始せらるるや否や、四十分乃至五十分の苛性ソーダの濃厚溶液を加へ。全く酸素カスの除去せられたる後、之れを冷却せしむればダイナイトロオキシダイフェニラミンは結晶して析出す。之れを其のまま、精製法を行はずして使用するものとす。



三〇 褐色染料 (サルブソニールアラウン)

特許 獨 一二五、五八四
 製造所 カレー染料製造株式会社

性質

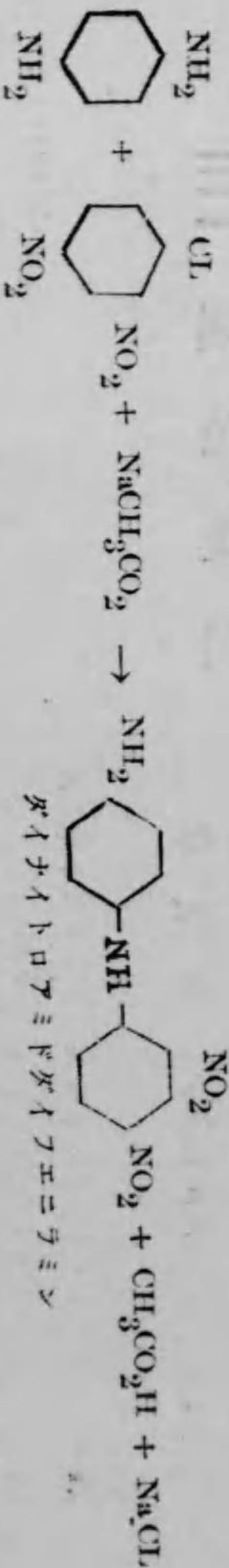
水に溶解せしむれば紫黒色を呈し、苛性ソーダを加へて褐色に變じ、濃硫酸に作用せしむれば黒褐色を呈す。硫化ソーダ浴にて木綿を純褐色に染色するを得。

製法

八十分の硫化ソーダ、三十分の硫黄、百分の水を混じ煮沸溶解したる中へ、四十分のダイナイトロオキシダイフェニラミンモノサルホニック酸を八十分の温湯に溶解したる物を加へ、之れを百四十度乃至百六十度にて数時間全く乾燥固塊するに至るまで加熱し、冷却して其のまま使用に供す。

本法に使用せられたるダイナイトロオキシダイフェニラミンモノサルホニック酸は、前法に記せし法とは相違し左の方法に依り製せらる。

二百〇二分のダイナイトロクロロベンゾールと百八分のパラフェニレンジアミンとを前記せし如くに處理す。然る時はダイナイトロアラウンダイフェニラミンを得。

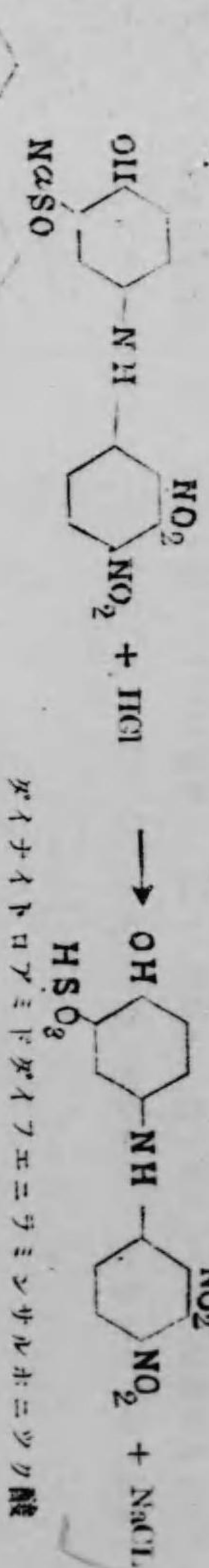
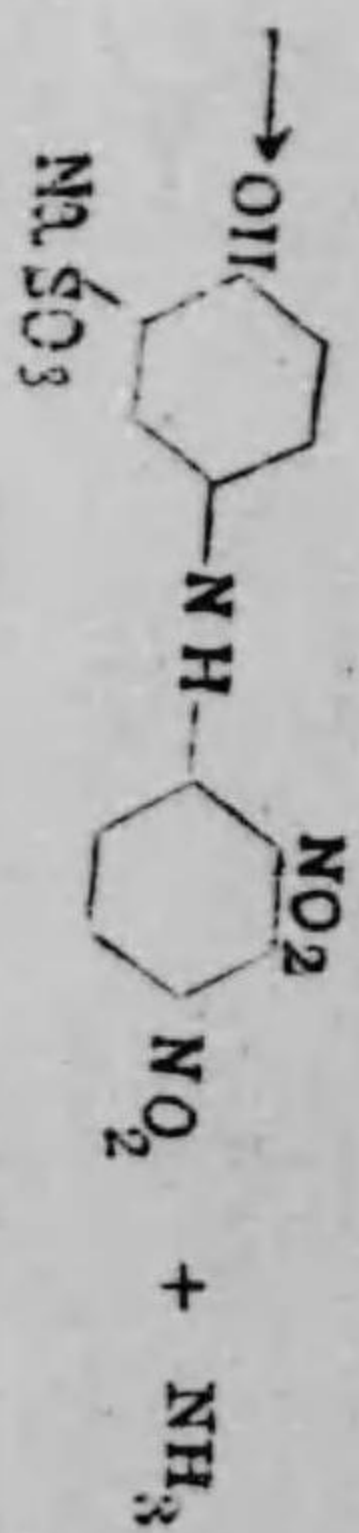


ダイナイトロアラウンダイフェニラミン六十五分につき百分の水、二百五十分の重亜硫酸ソーダ四十六%液(苛性ソーダを以て中性となせし物)を加圧釜に入れ、百五十度にて二時間加熱す。而して冷却後、酸を加へ化合物を沈澱析出せしめ、濾過、乾燥して使用に供す。此の結果アラウン根はハイドロオキシ根に變化し、尙ほ硫酸根をメタの地位に入らしむるものとす。



褐色染料

二二七



三三 褐色染料

特許 獨 一九四、一九九
製造所 伯林アニリン染料製造株式会社

性質

硫化ソーダ浴にて木綿を黄褐色に染色し得。

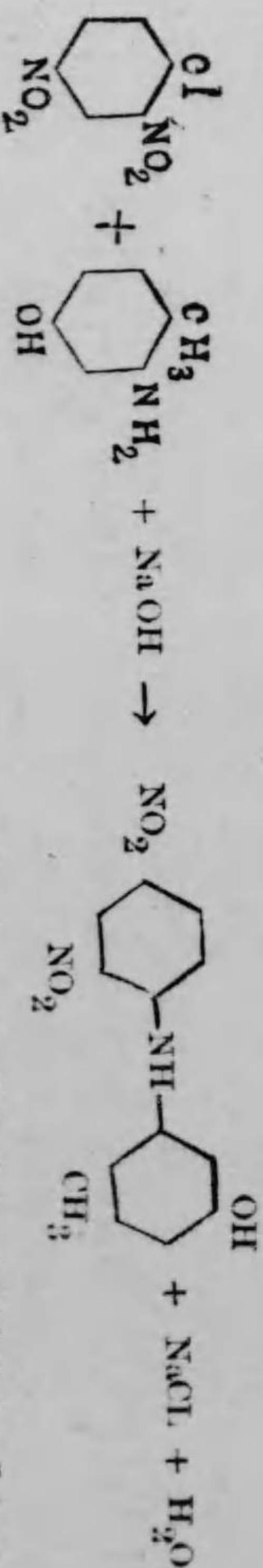
製法

三百九十分の硫化ソーダを七百九十分の熱湯に溶解せしめ、百二十分の硫黄を加へ全く溶解したる後、百分のダイナイトロオキシメチルダイフェニラミンを加へ、更に五十分の硫酸銅を少量の熱湯に溶解したる物を加へ、之れを逆流冷却器の装置ある

釜にて二十四時間加熱作用を與へたる後、冷水を加へて稀薄ならしめ、之れを濾過し、濾液に通風して染料を沈澱せしめ、之れを濾過、洗滌、乾燥せしむ。

ダイナイトロオキシメチルダイフェニラミンは次の方法にて製せらる。

二百〇二分のダイナイトロクロロベンゾールと百二十三分のパラアミドクレソール及び五十分の苛性ソーダを熱湯にて溶解混合し、之れを全く鹽素ガスの消失するまで加熱し、冷却せしむればダイナイトロオキシメチルダイフェニラミンは析出す。之れを濾過し其のまゝ使用に供す。



三三 褐色染料

特許 獨 一一〇、三六〇
英 九、五一四
佛 二八八、五四五
製造所 英、佛、獨、美、日、露、中、印、支、米、各、國、の、染料製造株式会社
(千八百九十九年)

性質

水、アルカリ、硫化ソーダ等には容易に溶解し青紫色を呈す。木綿を赤褐色に染色し得べし。

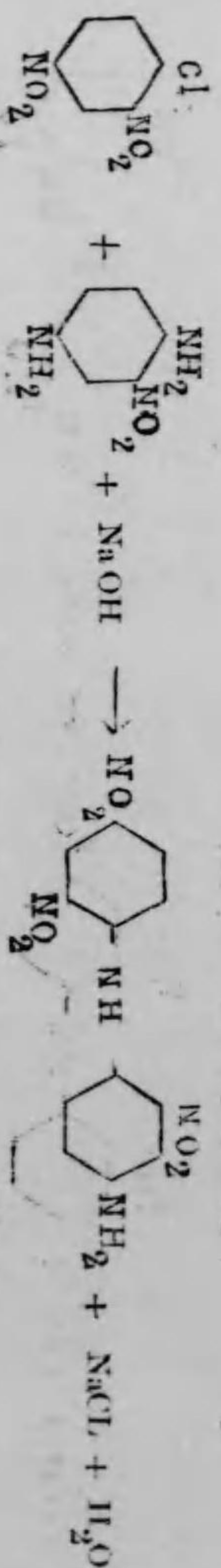
褐色染料

硫化染料製造法

1130

製法

三十分の硫化ソーダと十五分の硫黄とを百十度にて融解せしめたる中へ、十分のダイナイトロアミドナイトロ、ダイフェニラミンを加へたる後、百五十度乃至百八十度にて全く乾燥固塊するに至るまで加熱し、冷却せしめて其のまま、使用に供す。
 ダイナイトロアミドナイトロダイフェニラミンは次の方法にて製せらる。
 二百〇二分のダイナイトロクロロベンゼン、百五十三分のナイトロパラフェニレンダイアミンを五十分の苛性ソーダと共に、逆流冷却器を具備せる釜にて數時間煮沸したる後、冷却せしむれば之れを得。



1131 褐色染料

特許 獨 一七、八二〇
 英 二二、六五七
 佛 二九四、三二四
 (千八百九十九年)
 製造所 カセラ染料製造株式會社

性質

苛性ソーダ、硫化ソーダに褐色を呈し、ソーダには不溶解なり。硫化ソーダ浴にて木綿を黄褐色に染色し得。

製法

百分の硫化ソーダ、十五分の硫黄を融解せしめたる中へ、十五分のダイナイトロフェニルアミドインダゾールを硝酸化したる淡黄色泥状物を加へ徐々に温度を昇せて百二十度乃至百六十度にて加熱作用を與へ、全く乾燥固塊せしめたる後、其のまま、使用に供す。

ダイナイトロフェニルアミドインダゾールは第三十六カリー染料参照。

ダイナイトロフェニルアミドインダゾールの硝酸化合物は次の方法に依り得らる。

十五分のダイナイトロフェニルアミドインダゾールを七十五分の濃硫酸(ボーマ六十六度)に溶解せしめし後、十分の濃硫酸と六三分の硝酸との混合酸を攪拌しつゝ徐々に加へ。硝化作業中は其の温度を攝氏五度乃至拾度に保たしむ。暫時攪拌したる後、之れを多量の水水中に注加せしむれば忽ち淡黄色沈澱を生ず。之れを濾過し水洗したる後、其のまま使用に供す。

1132 褐色染料

特許 獨 一二一、一五六
 佛 三〇五、九六八
 製造所 伯林アニン染料製造株式會社

性質

水に可溶性にして綠褐色を、濃硫酸にて褐色を呈し、硫化ソーダ浴にて木綿を暗綠褐色に染色し、染色後、酸化劑を作用せしむれば赤色を増加す。

褐色染料

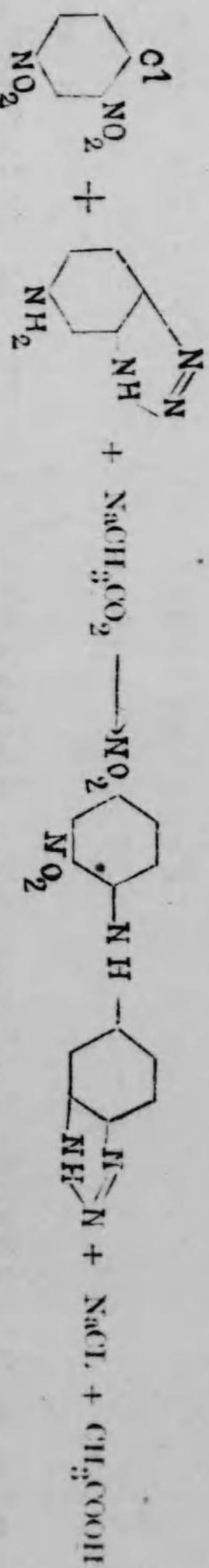
1131

製法

八十分の硫化ソーダと二十分の硫黄とを混合融解したる中へ、二十分のダイナイトロフェニルアジミドアミノベンゾールを加へ、百八十度にて全く乾燥するに至るまで加熱し、冷却後、其のまゝ使用に供す。

ダイナイトロフェニルアジミドアミノベンゾールは次の方法にて製せらる。

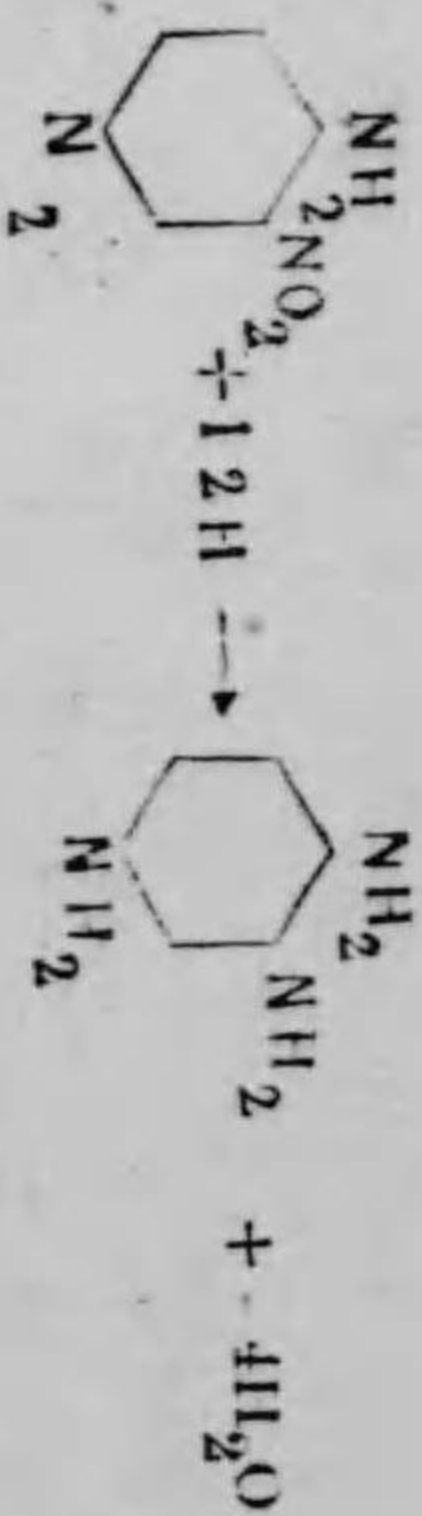
二百二分のダイナイトロクロロベンゾール、百三十四分のアジミドアミノベンゾールを混合してアルコールに溶解せしめ百分の無水醋酸ソーダを加へ、逆流冷却器の装置ある釜にて數時間、全く鹽素ガス臭氣の消散したるまで加熱したる後、アルコールを蒸發せしめ水中に注加すれば、忽ちダイナイトロフェニルアジミドアミノベンゾールは析出す。之れを濾し水洗、乾燥して使用に供す。



ダイナイトロフェニルアジミドアミノベンゾール

尙ほ又、アジミドアミドベンゾールは次の方法にて製せらる。

一、二、四ダイナイトロニリンを、鐵粉及び鹽酸を以て還元せしむればトリアミドベンゾールを得。板狀結晶體にして九十八乃至九十九度の融點を有す。



トリアミドベンゾール

此トリアミドベンゾールに亞硝酸を作用せしむればアジミドアミドベンゾールを生ず。



アジミドアミドベンゾール

三五 褐色染料

特許
 獨一 一三三、三三七
 英二 二〇、八四八
 佛二 九三、九一〇
 米六 五〇、二九二

製造所
 馬獅子アニンソンソーダ株式會社

性質

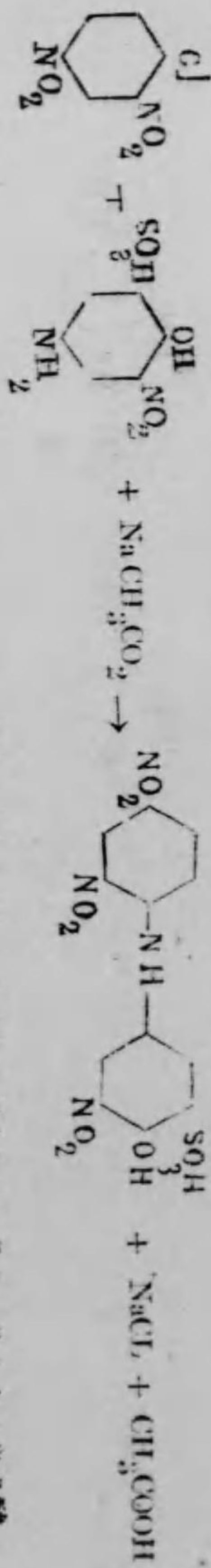
水に可溶性にして赤褐色を呈し、硫化ソーダ浴にて木綿を赤褐色に染色し得、染色後酸化劑を以て處理せしむれば暗褐色を得。

褐色染料

製法

百五十分の硫化ソーダと六十分の硫黄とを混合融解せしめたる中へ、三十分のダイナイトロオキシナイトロダイフェニラミンサルホニツク酸を加へたる後、之れを百四十度にて乾燥するに至るまで加熱し其のまゝ使用に供するが、又は之れを多量の熱湯に溶解せしめ、其の不溶解物を濾し、濾液に食鹽又は鹽酸を加へて染料を沈澱せしめし後、之れを濾過、洗滌乾燥せしめ使用に供す。

ダイナイトロオキシナイトロダイフェニラミンサルホニツク酸は次の方法にて製せらる。
二百〇二分のダイナイトロクロロベンゼールと二百三十四分の二、四、一、六ナイトロアミドフェニールサルホニツク酸と百の無水醋酸ソーダとのアルコール溶液を數時間煮沸し之れを冷水中に注加して得らる。



ダイナイトロクロロオキシナイトロダイフェニラミンサルホニツク酸

三六 褐色染料

特許 英 七、〇二二 (千八百九十九年)
佛 二八七、五一四
製造所 伯林アニリン染料製造株式会社

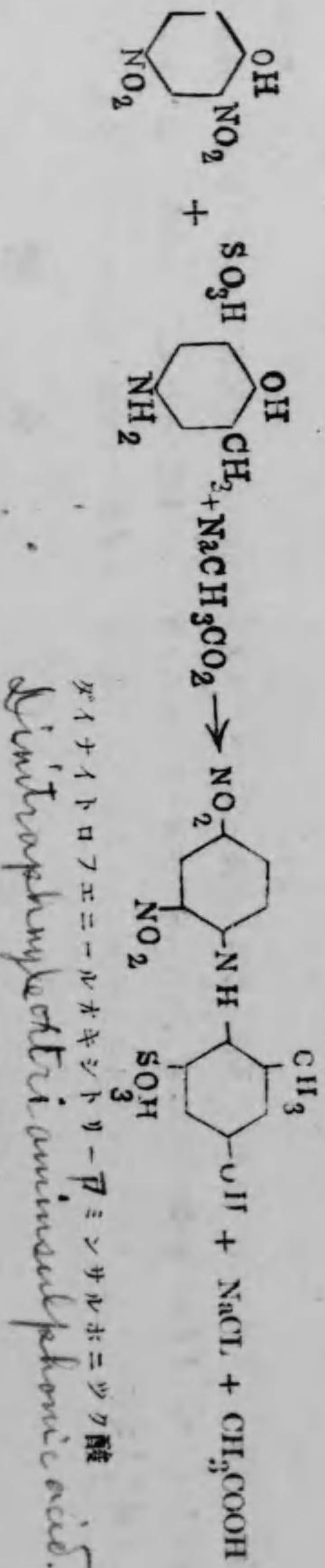
性質

水に可溶性にして、硫化ソーダ浴にて木綿を暗褐色に染色し得。

製法

七十五分の硫化ソーダ、二十五分の硫黄を百度にて融解せしめし中へ、三十分のダイナイトロフェニールオキシトリラミンサルホニツク酸を加へ、之れを百五十度乃至百六十度にて數時間加熱し、全く乾燥固塊するに至り、冷却して粉末となし使用に供す。

ダイナイトロフェニールオキシトリラミンサルホニツク酸は次の方法にて製せらる。
二百〇二分のダイナイトロクロロベンゼールと二百〇三分の一、二、四、六アミドフェニールサルホニツク酸、百分の無水醋酸ソーダと共に其のアルコール溶液を長時間煮沸して得らる。



特製

英 一一一、七八九
佛 二九〇、二五四
獨 一九〇、二五四
(千八百九十九年)

カセラ染料製造株式会社

三七 褐色染料

褐色染料

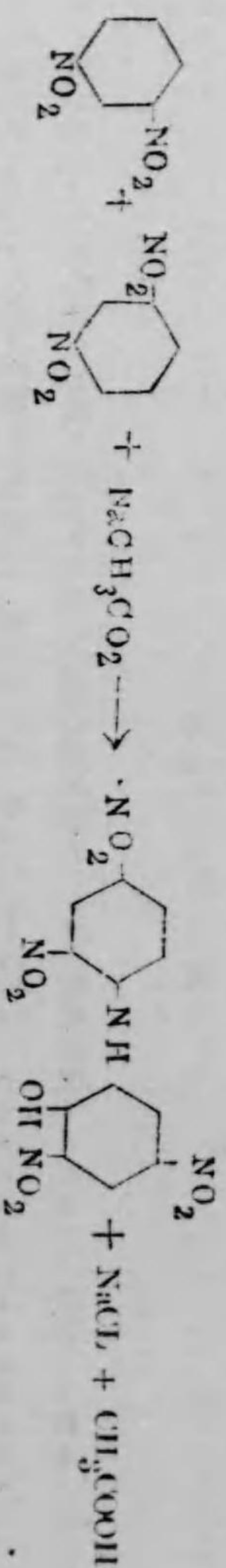
性質

硫化ソーダ浴にて木綿をそれぞれ異なる褐色に染色し得。

製法

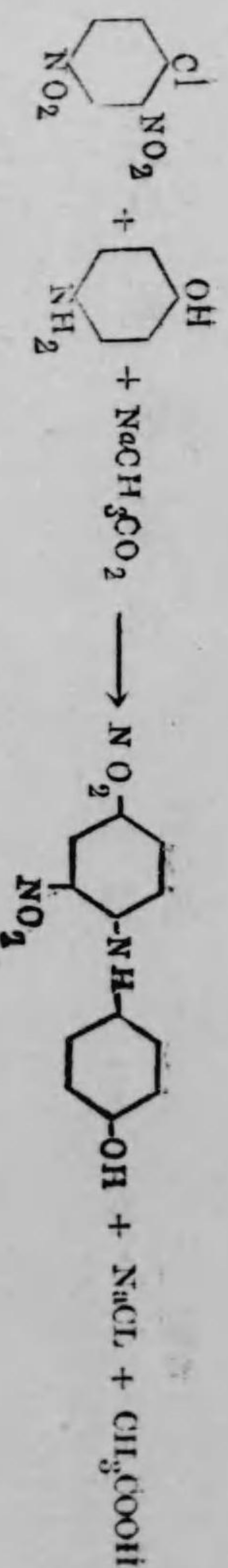
六十分の硫化ソーダと十五分の硫黄とを融解せしめし中へ、十分のテトラナイトロオキシダイフェニラミンを徐々に加へ、之れを百四十度にて乾燥するに至るまで加熱し、冷却して其のまゝ使用に供するが、又は之れを熱湯に溶解せしめて其の不溶解物を濾過し、濾液に食鹽又は鹽酸を加へて染料を沈澱せしめし後、濾過、洗滌、乾燥して使用に供す。新しく得たる染料は栗茶色なり。

テトラナイトロオキシダイフェニラミンは、二百〇二分のダイナイトロクロロ、ベンゼンと百九十九分のピクватаミツケ酸（ピクワミツケ酸を硫化アンモニアにて還元せし物）と百分の無水醋酸ソーダと共に、其のアルコール溶液を煮沸して得らる。



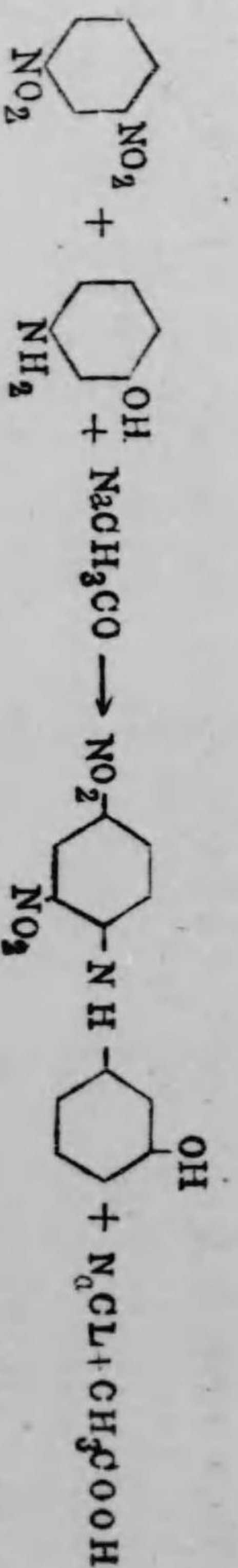
テトラナイトロオキシダイフェニラミン

テトラナイトロオキシダイフェニラミンに代ふるに、ダイナイトロクロロ、ベンゼンとパラアミドフェノールとの化合物たるダイナイトロパラオキシダイフェニラミン



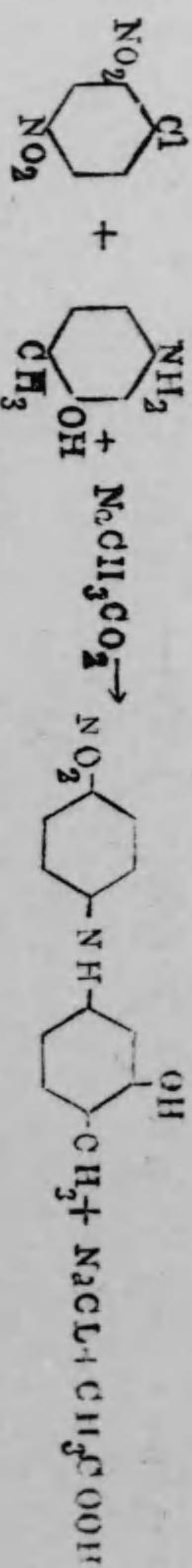
ダイナイトロパラオキシダイフェニラミン

を使用せしむる際は黒暗色を、ダイナイトロクロロベンゼンとメタアミドフェノールとの化合物たるダイナイトロメタオキシダイフェニラミン



ダイナイトロメタオキシダイフェニラミン

を使用せしむる際は黄褐色染料を、ダイナイトロクロロベンゼンと一、三、四アミドフェノールとの化合物ダイナイトロフェニルオキシダイフェニラミン

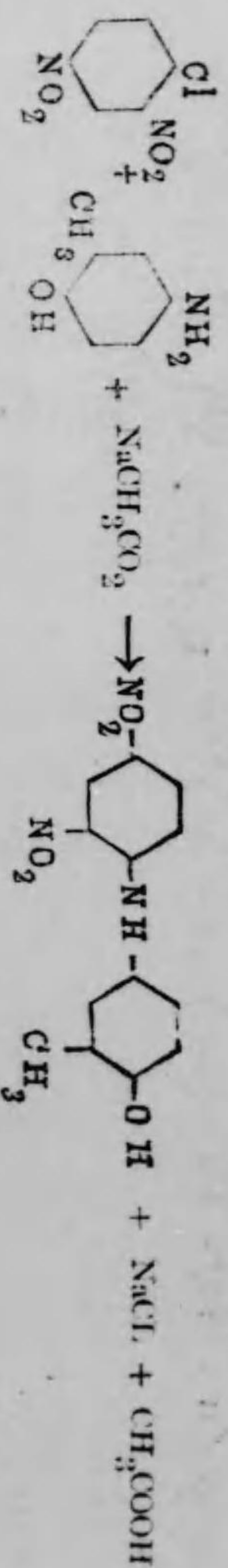


ダイナイトロフェニルオキシダイフェニラミン

褐色染料製造法

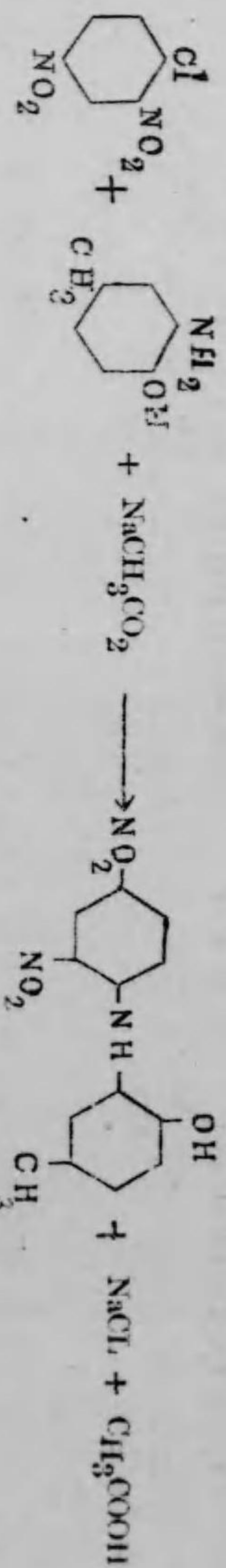
二三八

を使用せしむれば純褐色染料を、ダイナイトロクロロベンゾールと一、四、五アミドクレゾールとの化合物ダイナイトロフェニールオキシトリラミン



ダイナイトロクロロベンゾールと一、二、五アミドクレゾールとの化合物ダイナイトロフェニールオキシトリラミン

を使用せしむれば暗褐色染料を、ダイナイトロクロロベンゾールと一、二、五アミドクレゾールとの化合物ダイナイトロフェニールオキシトリラミン



ダイナイトロクロロベンゾールと一、二、五アミドクレゾールとの化合物ダイナイトロフェニールオキシトリラミン

を使用せしむる際は黄褐色染料を得。

三八 褐色染料

特許 獨 一二九、六八四
製造所 フーテンホール、ヘーデン商會

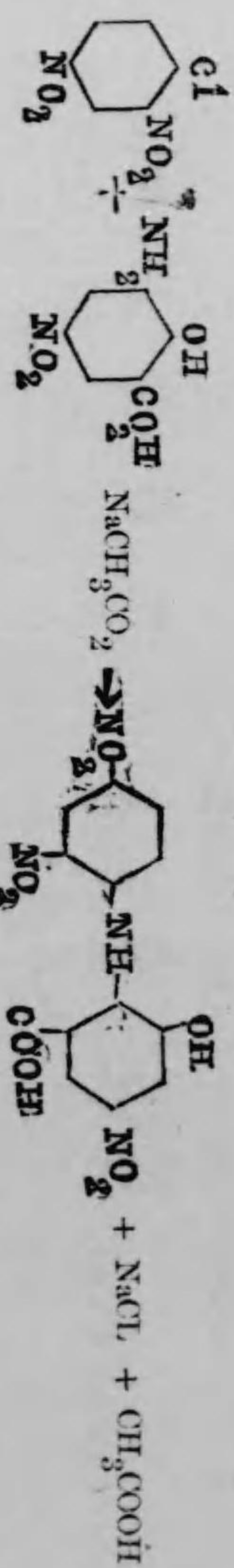
性質

水、アルカリ、濃硫酸等に溶解して何れも紫褐色を呈し、硫化ソーダ溶にて木綿を紫褐色に染色し得べく、其の色相は染色後に酸化せしむれば暗褐色を増加す。

製法

百分の硫化ソーダと四十分の硫酸とを融解したる中へ、二十五分のダイナイトロオキシナイトロダイフェニールカーボキシシリック酸を加へたる後、之れを百六十度乃至百八十度にて數時間乾燥固塊するに至るまで加熱せしめ、冷却して粉末となし、其のまゝ使用に供す。

ダイナイトロオキシナイトロダイフェニールカーボキシシリック酸は、二百〇二分のダイナイトロクロロベンゾールと百九十八分の四、六、一、二ナイトロアミドサルチル酸と百分の無水醋酸ソーダと共に、前記せし如く長時間煮沸して得らる。



ダイナイトロオキシナイトロダイフェニールカーボキシシリック酸
ダイナイトロオキシナイトロダイフェニールカーボキシシリック酸

尚ほ又、四、六、一、二、ナイトロアミドサルチル酸に代ふるに六、四、一、二、ナイトロアミドサルチル酸を使用する際は赤褐色染料

褐色染料

二三九

硫化染料 製造法

料を得。

ナイトロアミドサルチル酸はサルチル酸を硫酸硝酸の混合酸を以て処理しダイナイトロサルチル酸に至らしめ、之れを醋酸及び鐵粉に依り其の硝酸基の一部を還元せしめたる物なり。

三九 褐色染料

特許 獨一〇七、〇六一
英二八九、五九六
佛六四〇、五五九
米六四〇、五五九
(千八百九十九年)

製造所 伯林アニリン染料製造株式會社

性質

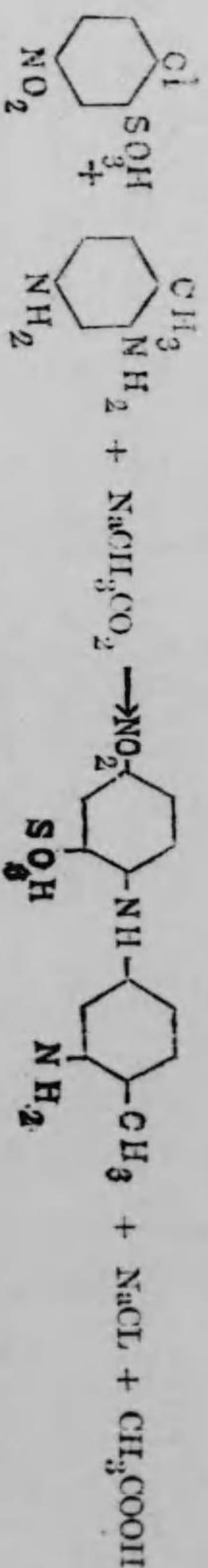
水に可溶性にして褐色を呈し、硫化ソーダにて赤褐色、濃硫酸にて紫褐色を呈す。硫化ソーダ溶にて木綿を暗褐色に染色し得べく、染色後金屬鹽類を以て後處理法を行へばブロンズ色に變化す。

製法

六十分の硫化ソーダと二十分の硫黄とを融解したる中へ、二十分のナイトロアミドトリラミンサルホニツク酸を加へ、百八十度にて數時間融化物の全く乾燥固塊するに至るまで加熱せしめたる後、冷却して粉狀となし、其のまゝ使用に供す。

ナイトロアミドトリラミンサルホニツク酸は次の方法にて製せらる。
二百三十七分のパラナイトロクロロベンゾールサルホニツク酸と、百二十二分のメタトルイレンダイアミン、百分の

無水醋酸ソーダと共に長時間煮沸變化を與へたる後、冷却して之れに酸を加ふればナイトロアミドトリラミンサルホニツク酸は黄色沈澱となりて析出す。之れを濾過、洗滌、乾燥し、使用に供す。



ナイトロアミドトリラミンサルホニツク酸

向は又、パラナイトロクロロベンゾールサルホニツク酸に加ふるに、オルソナイトロクロロベンゾールパラサルホニツク酸を以てし、得たるナイトロアミドトリラミンサルホニツク酸を既記せし如く處理するも同結果を得(獨乙特許一〇七、五二二)。

四〇 褐色染料

特許 獨一一六、三三九
佛二九八、二〇一
製造所 パーブル化學工業會社

性質

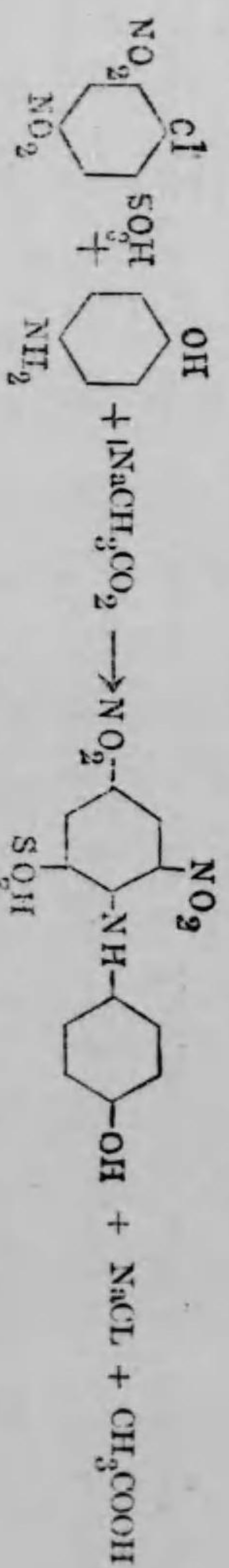
硫酸に作用せしめて紫褐色を呈し、硫化ソーダにて暗褐色を呈し、木綿を紫褐色に染色し得。

褐色染料

製法

二十分の硫化ソーダ、八分の硫黄を融解せしめたる中へ十分のダイナイトロオキシダイフェニラミンサルホニツク酸を加へ、之れを二百度にて全く乾燥し得るに至るまで加熱し、冷却後に其のまゝ之れを使用するが、又は之れを熱湯に溶解せしめて濾過し、其の濾液に鹽酸を加へ染料を沈澱拆出せしめし後、之れを濾過、洗滌、乾燥せしむ。

ダイナイトロオキシダイフェニラミンサルホニツク酸は、二百八十二分の四、六ダイナイトロ一、二クロロベンゾールサルホニツク酸と百分のバラアミドフェノールと百分の無水醋酸ソーダと共に之れを數時間煮沸し、全く鹽素臭氣の消失したる後、之れを冷却せしむればダイナイトロオキシダイフェニラミンサルホニツク酸を拆出す。



ダイナイトロオキシダイフェニラミンサルホニツク酸

尙ほ又、四、六ダイナイトロ一、二クロロベンゾールサルホニツク酸に代ふるに、二、六ダイナイトロ一、四クロロベンゾールサルホニツク酸を使用すればダイナイトロオキシダイフェニラミンサルホニツク酸よりは赤灰色を帯びたるものと與ふ。

四一 褐色染料

特許

英 一六、六七七
佛 三〇二、五〇七
米 六五八、〇五五

(千九百年)

製造所

馬獅子アニンソンソーダ製造株式会社

性質

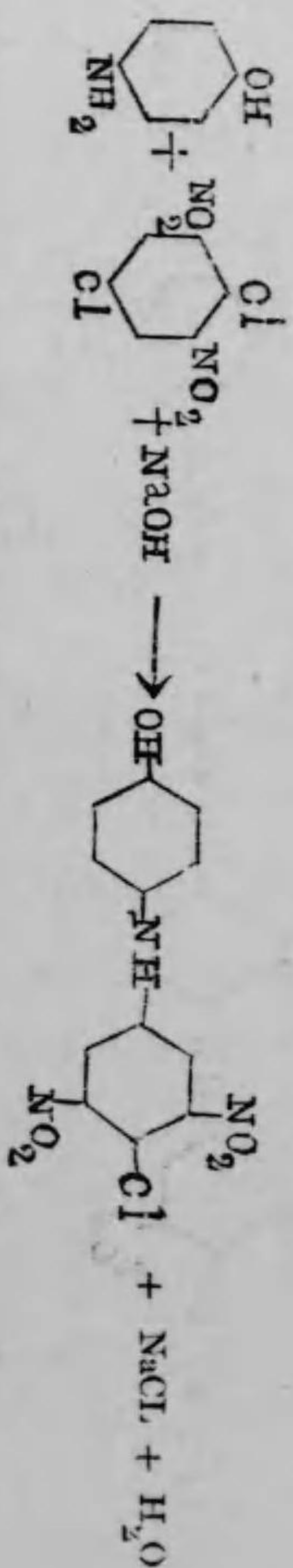
水に可溶性にして褐色を呈し、硫化ソーダ浴にて木綿を純褐色に染色し得。

製法

五十分の硫化ソーダ、二十分の硫黄を加熱融解せしめたる浴中へ、十分のダイナイトロクロロパラヒドロオキシダイフェニラミンを加へ、百四十度乃至百五十度にて數時間加熱し、融化物の全く乾燥したる後に加熱を停止し、冷却して粉狀となし其のまゝ使用に供す。

ダイナイトロクロロパラヒドロオキシダイフェニラミンは次の方法にて製せらる。

二百三十六分の一、四ダイクロロ二、六ダイナイトロベンゾールと百〇九分のバラアミドフェノールと五十分の苛性ソーダと共に、長時間逆流冷却器の装置ある釜にて全く鹽素ガス臭氣の消失したるまで加熱したる後、之れを冷却せしむればダイナイトロクロロパラヒドロオキシダイフェニラミンは析出す。

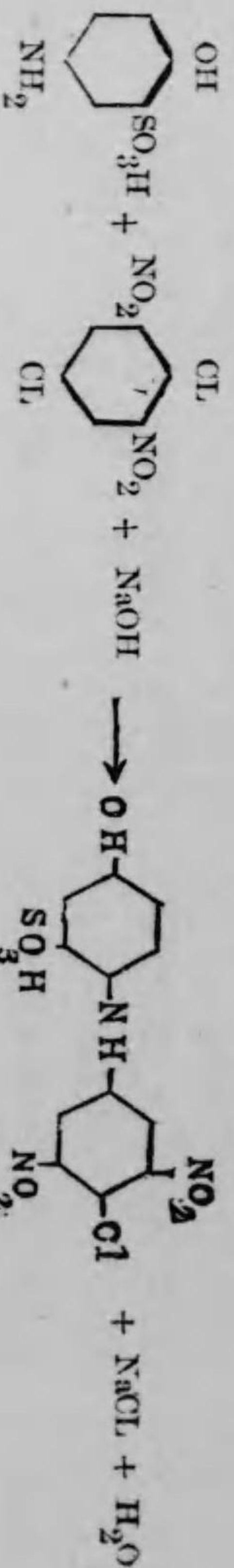


ダイナイトロクロロパラヒドロオキシダイフェニラミン

硫化染料製造法

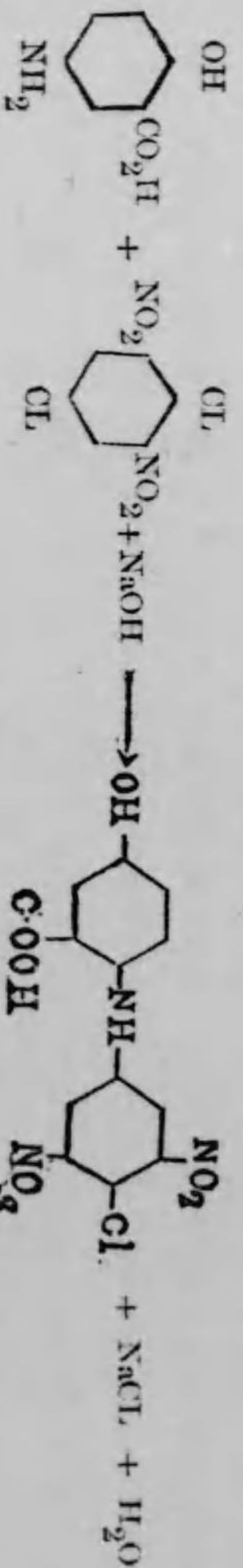
二四四

又、パラアミドフェノールに代ふるに、パラアミドフェノールサルホニツク酸を以て得たるダイナイトロクロロパラヒドロ
オキシダイフェニラミンサルホニツク酸



ダイナイトロクロロパラヒドロオキシ
ダイフェニラミンサルホニツク酸

を以て既記の如く硫化融解を行ふも同結果を得。尙ほ或は之等のアミドフェノール又は其のサルホニツク酸に代ふるに、アミ
ドサルチル酸を使用し得たるダイナイトロクロロパラヒドロオキシダイフェニラミンカーボオキシリツク酸



ダイナイトロクロロパラヒドロオキシ
ダイフェニラミンカーボオキシリツク酸

を以てするも同結果を得べし。

四二 褐色染料 (ピロゲンブラウン)

特許 英 一三五、三三五
佛 二九五、〇〇七
製造所 パーブル化学工業會社 (千九百年)

性質

硫化ソーダ浴にて木綿を種々褐色に染色し得べし。

製法

十分のパラナイトロベンザール、ガムマ、アミドナフトールモノサルホニツク酸を、豫め二十分の硫化曹達及び八分の硫黄
と共に百十度乃至百廿度に融化せしめたる中へ加へ、徐々に温度を昇せ百四十度乃至百六十度にて二時間加熱作用を與へたる
後、更に百八十度乃至二百十度にて二時間加熱せしめ、之れを乾燥固塊するに至らしむ。而して冷却後、其のまゝ之れを使用
するか、又は多量の熱湯に溶解して其の不溶解物を濾過し、濾液に通風するか、又は食鹽を加へ染料を沈澱せしめ、之れを濾
過、水洗、乾燥せしむ。斯くして得たる染料は硫化ソーダ浴にて木綿を暗褐色に染色するを得。

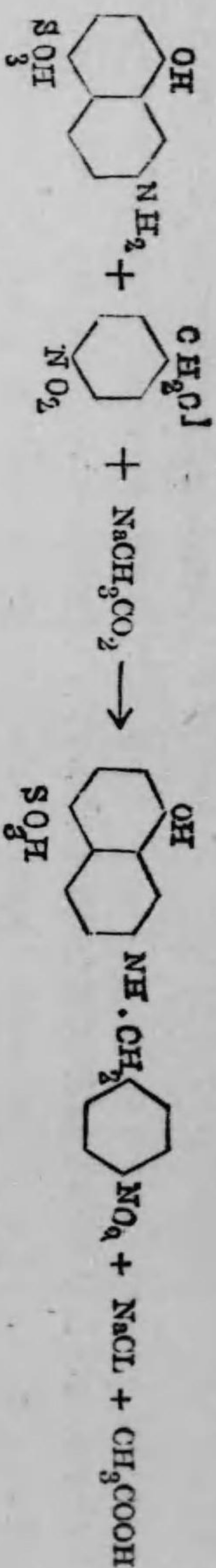
パラナイトロベンザールガムマ、アミド、ナフトールモノサルホニツク酸は次の方法にて製せらる。
三十五分のパラナイトロベンザールクロライドに、五十八分の二、五、八アミドナフトールモノサルホニツク酸(ガムマ酸)
二十五分の醋酸ソーダ及び百分のアルコールを加へ、之れを逆流冷却器装置の釜にて數時間加熱作用せしめし後、冷却してア
ルコールを蒸發せしめ、其の残渣を水中に注加せしむれば忽ちにパラナイトロベンザールガムマアミドナフトールモノサルホ
ニツク酸は析出す。之れを濾過乾燥後使用に供す。

褐色染料

二四五

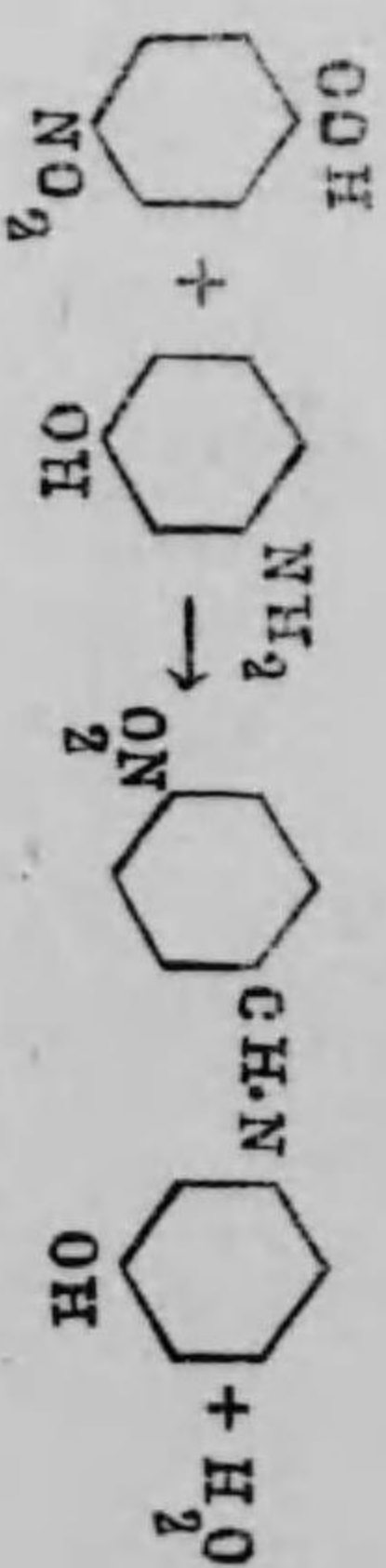
硫化染料製造法

二四六



パラナイトロベンゼン・カラムアミン・ヒェン・アミン
モノサルホニル酸

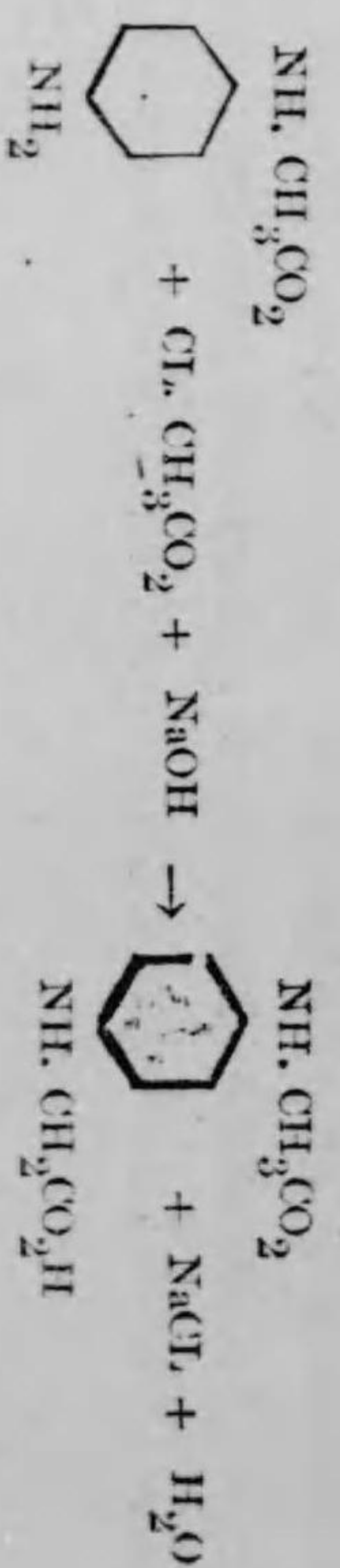
十五分のパラナイトロベンゼン・アルデハイドと十一分のメタアミドフェノールとをアルコールに溶解せしめ、逆流冷却器装置の釜にて数時間煮沸作用を與へたる後、アルコールを蒸發せしめ、之れを冷水中に注加せしむれば忽ちにしてパラナイトロベンゼン・アミドフェノールを生ず。是に於て之れを濾過し、洗滌し、乾燥して前記せし如くに硫黄及び硫化ソーダと共に加熱作用を與ふれば赤褐色染料を得。



パラナイトロベンゼン・アミン・ヒェン・アミン

百六十六分のパラアミドアセトアニライドと九十四分のクロロ醋酸とを多量の熱湯に溶解せしめ、八十分の苛性ソーダを加へて之れを六十度乃至八十度にて二時間煮沸したる後、冷却し鹽酸を加へて中性とならしむればパラアセトアミドフェノール・グリシンは沈澱析出す。之れを母液より去り乾燥せしめたる後、既記せし如くに硫化ソーダ及び硫黄と共に融化解せしむれば暗

褐色染料を得。



パラアセトアミドフェノール・グリシン

四三 褐色染料

特許 獨 一八、三九〇
米 六六一、九〇七
製造所 カレー染料製造株式会社

性質

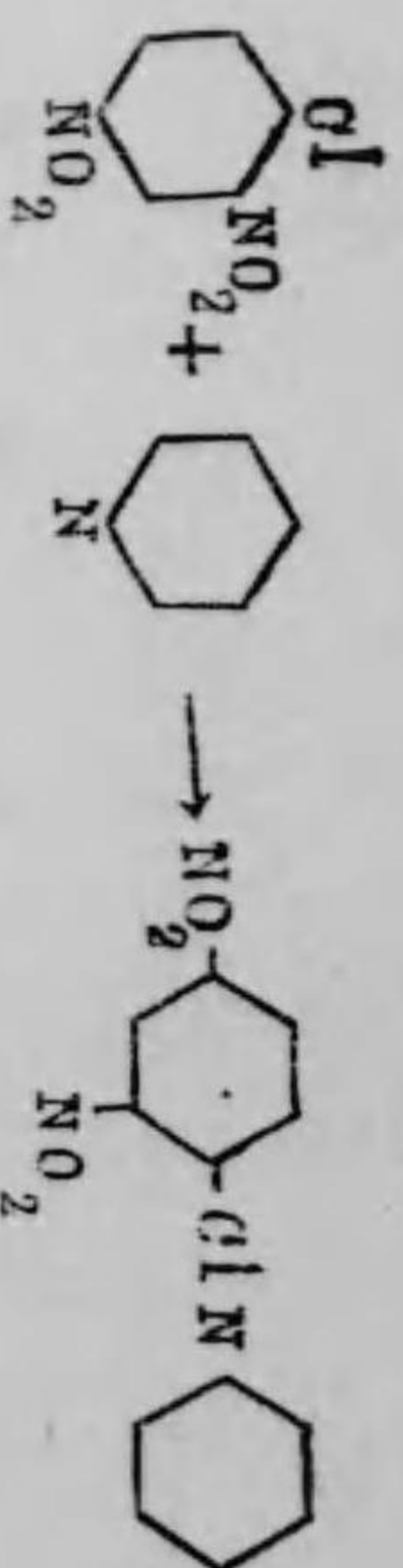
水に可溶性にして黄褐色を、硫酸にて黄褐色を、苛性ソーダにて褐色を呈し。硫化ソーダ浴にて木綿を黄褐色に染色し得。

製法

二百〇二分のダイナイトロクロベンゾールと七十九分のヒリヤンとを濃液にて混合し、之れを冷却せしむれば褐色結晶物を生ず。即ち左の如き物ならん。

褐色染料

二四七



九十分の硫化ソーダと三十分の硫黄とを融解せしめたる中へ、二十五分の前記化合物を加へ百八十度にて融化物の全く乾燥固塊するまで数時間加熱し、冷却し粉碎して使用に供す。

四四 褐色染料 (コットンブラウン)

特許 獨 一〇二、八二一
製造所 ヴィルフイング・ダール染料製造會社

性質

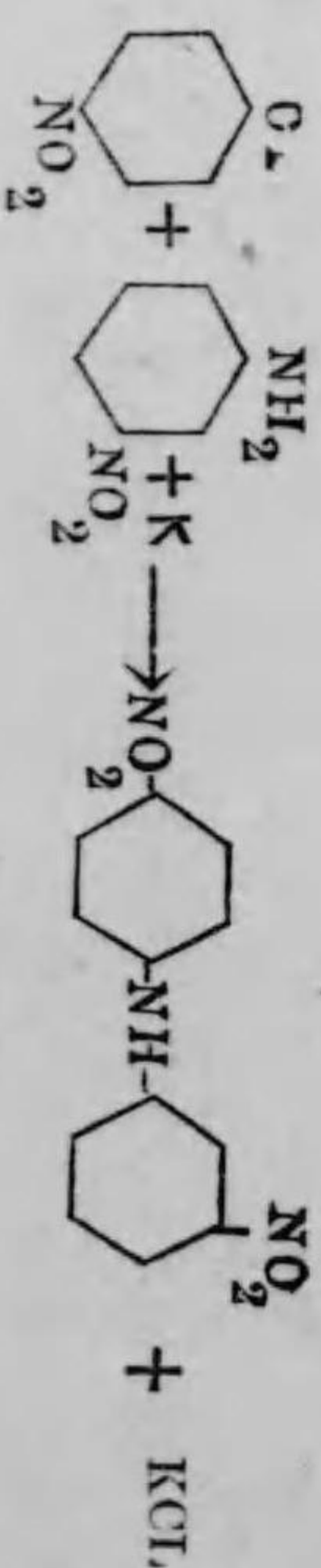
水に可溶性、硫化ソーダ溶にて木綿を褐色に染色し得。

製法

ダイナイトロロダイフェニラミン九分を六十分の硫化ソーダ百分の水と共に長時間煮沸し、其の硝酸基の還元されたる後、其の水分を蒸發せしめ、二百度にて尙ほ数時間加熱し、全く乾燥し冷却して使用に供す。
ダイナイトロロダイフェニラミンはダイフェニラミンを多量の濃硫酸にて溶解し、数時間加熱しダイフェニラミンダイサルホニツク酸となしたる後、更に硝酸硫酸の混合酸を徐々に加へ、而して其の硫酸基を硝酸基と置換せしむるにある事余がダール社

勤務中に開ける所なれどもそは全く舊法にして、最も新らしく一般に行はれつゝある方法は次の如し。

十分のバラナイトロクロベンゾール、〇・一分の沃度、〇・三分の銅粉を混じ加熱して其の溶液の褐色に變じたる後、七十分のメタナイトラニン及び五分の加里を混合し、之れを二十時間逆流冷却器の装置ある釜にて煮沸せしめ冷却すればダイナイトロロダイフェニラミンは析出す。



ダイナイトロロダイフェニラミン

四五 褐色染料

特許 獨 一、二七、六七六
英 一〇、七二八
佛 三、一一、一九〇
米 六九〇、二七一
製造所 馬獅子アニンソード株式會社
一九〇一年

性質

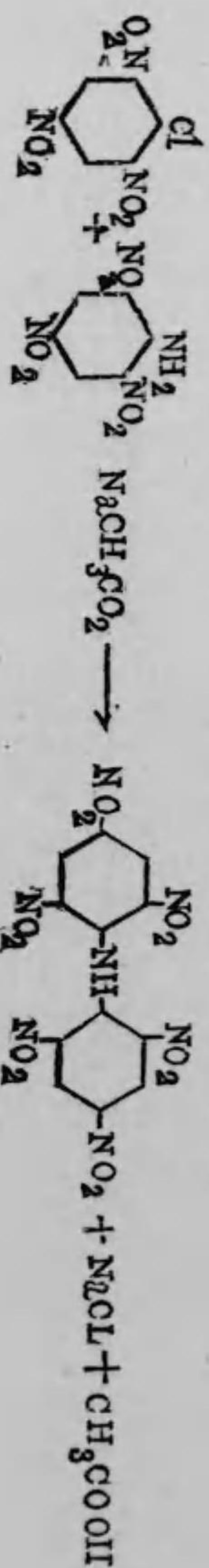
水に可溶性にして褐色を呈し、濃硫酸に黄褐色を呈す。硫化ソーダ溶にて木綿を褐色に染色し得べく、染色後に於て金屬鹽類後処理法を行ふ時は尙ほ暗褐色を増加し、又ダイアナ化し顯色法を行ふ事を得べし。

製法

二百五十分の硫化ソーダを同量の温湯を以て溶解したる中へ、五十分のヘキサナイトロダイフェニラミンを加へ、攝氏五十分にて數時間作用せしめ、更に百分の硫黄を加へたる後、徐々に温度を昇せ、攝氏百四十度にて全く乾燥せしむるに至るまで加熱し之れを冷却せしめ、粉末となし市場に出す。

ヘキサナイトロダイフェニラミンは次の方法にて製せらる。

二百四十八分の一、二、三、四又は一、二、四、六ツライナイトロクロロベンゾール(針狀結晶又は多角形板狀結晶體にして、前者は五十五度、後者は五十七度の融點を有す)と、二百二十九分のツライナイトラニン(紫黄色針狀結晶にて百八十八度の融點を有す)と、百分の無水醋酸ソーダとの水溶液を數時間煮沸したる後、之れを冷却せしむればヘキサナイトロダイフェニラミンを析出す。



四六 褐色染料 (クレイトン)

特許

英 一、二〇、五六〇
佛 二、八一、八三二
米 六、八一、四六五
六、四一、五八六

(千八百九十八年)

製造所

クレイトンアニン製造會社

性質

水に不溶解、濃硫酸に作用せして暗色を呈し、アルカリ類にて暗色を呈し、硫化ソーダ浴にて木綿を褐色に染色し得、極めて堅牢なる色相を得。

製法

十八、六分のパラアミドフェニールを六十七分の稀硫酸(三十三%硫酸)に溶解せしめたる後四百三十三分の冷水を加へて、四百分の硫酸アルミナ溶液(五十四%溶液)を混合し、之れを零度に冷却せしめて更に四百分のチオ硫酸ソーダ溶液(四十四%溶液)を混合し、能く攪拌して更に五百分の重クロム酸加里液(九、一六%溶液)を加へ、百四十四分の醋酸(五十%)を加へて之れを零度乃至五度に保たしめ、充分作用せしめたる後、更に三十七、三分のオルソフェニレンジアミンを六十七分の冷水と百三十三分の稀硫酸(三十三%)とに溶解したる物を加へ、其の温度を約拾五度に保ち攪拌しつゝ充分之れを酸化せしめ七百五十分の重クロム酸加里液(九、一六%溶液)を加へ、尙ほ二百六十分の醋酸(五十%)を加へたる後、最後に八百七十五分の濃硫酸を加へ、之れを攪拌しつゝ徐々に加温し、攝氏百度にて一二時間作用したる後、三十分乃至一時間沸騰せしめ、其の溶液の消色せざるに至らば加熱を停止し、冷却して其の沈澱を濾過し、充分能く水洗して之れを乾燥せしめ使用に供す。

尙ほ又、オルソアミドフェニールをパラアミドフェニールに代用する時は純褐色染料を得、即ちオルソアミドフェニールのダイチオサルホニツク酸をオルソアミドフェニール、又はオルソフェニレンジアミン、又はツライアミドベンゾール等を以て酸化せしむるにあり。

四七 褐染色料 (N. R. G. B. V. 3G)

特許 獨一 一二五、五八六
英 三一、六四四
佛 三〇六、六五五
米 六八八、八八五
(千九百〇一年)

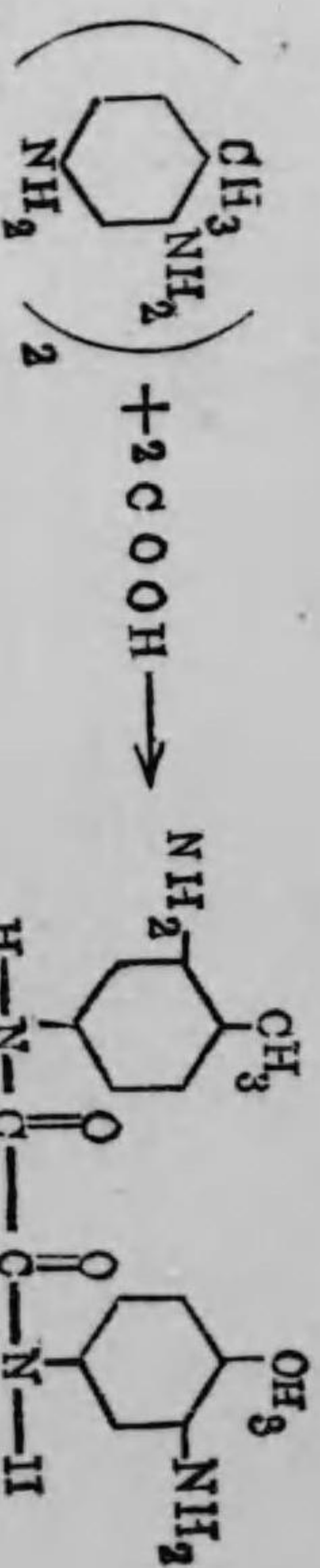
製造所 ガイギー化学染料製造會社

性質

水に可溶性にして栗茶色を呈し、鹽酸を作用せしむれば硫化水素ガスを發生し黄褐色沈澱を生ず。硫酸にて橙褐色を呈す。硫化ソーダにて木綿を種々異なる色相に染色し得。

製法

百二十分の硫化ソーダと四十分の硫黄とを百十度にて融解したる中へ、三十四分のメタトルイレンダイアミン、十七分の硫酸を加へ、先づ二百度にて之れを數時間加熱したる後、三百度にて尙ほ數時間加熱せしむ。而して其の融化物の全く乾燥し因塊するに至りて加熱を停止し、冷却して粉末となし其のまゝ使用に供す。
硫酸使用に代ふるに酒石酸又はチオダイグリコール酸を以てするを得べく、又は分子等量のメタトルイレンダイアミン及メタトルイレンオキサミドを混合使用し得。而して之れ等原料の差、配合量の相違、及び加熱度の相違等に依り各々異なる色の染料を得。
メタトルイレンオキサミドは二分子のメタトルイレンダイアミンと一分子の硫酸とを作用せしめて得らる。



四八 褐染色料

特許 獨一 一七〇、四七五
英 一〇九、一八六
佛 三五七、九八六
(千九百五年)
製造所 伯林アニン染料製造株式會社

性質

硫酸に不溶解。苛性ソーダの熱液にて橙褐色、硫化ソーダにて赤褐色を呈す。硫化ソーダ溶にて木綿を赤褐色に染色し得其の色合は極堅牢なり。

製法

五十分の硫黄を百二十度にて融解したる中へ、十二分のメタトルイレンダイアミンと六分のメタフェニレンダイアミンとの混合物を加へ、之れを二百八十度乃至三百度にて三四時間加熱作用を與へたる後、之れを冷却せしめて粉碎し、更らに九十分の硫化ソーダを融解したる中へ加へ、百十度乃至百二十度に加熱せしめて、其の化合物の全く温湯に溶解し得るに至らば加熱を

硫化染料製造法

二五四

停止し、冷却して其のまゝ使用に供するか、又は之れを更に多量の熱湯に溶解せしめて其の不溶解物を濾過し、濾液に鹽酸を加へて染料を沈澱せしめし後、濾過、洗滌、乾燥せしめて使用に供す。

硫黄と共に加熱の際、其の温度の低き場合には帶黄褐色を、又メタフェニレンジアミンの混合量大いなる際も亦、帶黄褐色を得。

メタフェニレンジアミンに代ふるにオルソ又はパラアミドフェノールを以てして既記せし如くに融化解せしむるも同結果を得。オルソ化合物を使用する際はパラ化合物を使用せし際よりも赤褐色を帯び。尙ほ又、トルイレンジアミンとアミドフェノールとの配合量は、アミドフェノールの増減に依り其の染料の色合に、帶黄褐色乃至帶褐色の變化を與ふ。(獨乙特許二一五、五四七)

パラ又はオルソアミドフェノールに代ふるにアセトオルソアミドフェノールを使用せしめ、既記せしと同法にて處理せしむる時は純褐色染料を得。(獨乙特許二二二、四九三)

アセトオルソアミドフェノールに代ふるにフォーミールオルソアミドフェノールを使用せし場合も同結果を得。(獨乙特許二二九、一五四)

四九 褐色染料

許 獨 一、二、三、六、一一
製造所 ヴィルフインゲ・ダール染料製造會社

性質

水に不溶解。アルコールに稍々溶解して褐螢光色を呈す。苛性ソーダ、硫化ソーダ等に溶解して褐色を、濃硫酸にて黄褐

色を呈す。硫化ソーダ浴にて木綿を黄褐色に染色し得。

製法

百分の硫黄を百二十度内外にて融解せしめたる中へ、三十分のアセトパラフェニレンジアミン、二十分の石炭酸を混合したる物を加へ、二百五十度にて三四時間加熱し(此の際、石炭酸の幾部分は加熱作用のため消失す)たる後、之れを冷却して粉末となし、尙ほ約三倍量の硫化ソーダを百度にて融解したる中へ注加し、百十度乃至百二十度にて數時間加熱し、其の融化物が全く温湯に溶解し得るに至らば加熱を停止し、粉末となして其のまゝ使用に供するか、又は多量の熱湯にて溶解せし後、其の不溶解物を濾過し、濾液に鹽酸を加へ染料を沈澱せしめて之れを濾過し、洗滌し乾燥して使用に供す。

石炭酸に代ふるにメタナフトールを以てすれば帶綠褐色を、アルフナフトールを以てすれば暗褐色を、又クレゾールを以てすれば黄褐色染料を得べし。(獨乙特許二二五、五八五)

五〇 褐色染料

特許 獨 一六七、四二九 (千九百〇五年)
英 一三、九五〇
佛 三五五、七八三
米 八〇一、五九八
製造所 カー、エーラー染料製造會社

性質

水に可溶性にして赤褐色を呈し、濃硫酸に作用せしめて黄褐色を呈す。硫化ソーダ浴に木綿を純褐色に染色し得。其の色合極めて堅牢なり。

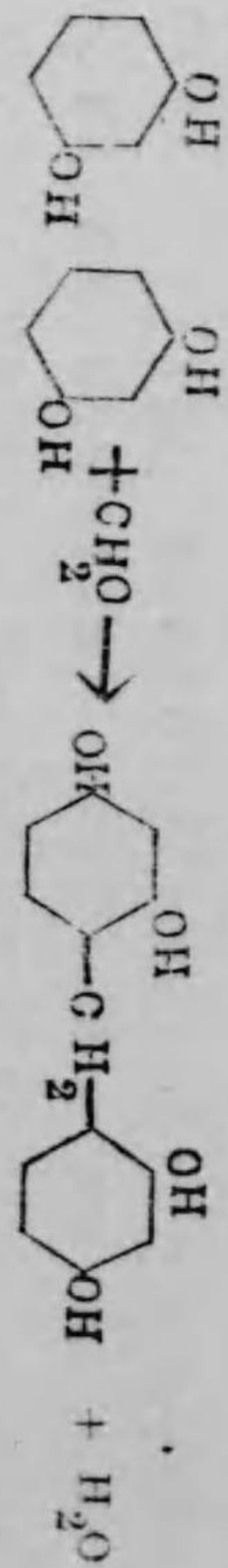
褐色染料

二五五

製法

百分の硫化ソーダと二十七分の硫黄とを混合し、之れを百度にて融解せしめたる中へ、二十三分のメチレンダイレゾルジンと十分のタフエニレンダイアミン又はメタダイナイトロペンゾールを加へ、二百度にて數時間加熱せしめ全く乾燥固塊せしめたる後、更に二百二十度にて尙ほ一二時間加熱作用を與へ、冷却せしめて其のまゝ使用に供す。

メチレンダイレゾルジンは左の方法に依りて得らる。
二百二十分のレゾルジンを少量の水に溶解せしめたる後、百分のフォーマルデハイド（四十%）を加へて之れを能く攪拌し更に暫時煮沸せしめて冷却せしむれば、メチレンダイレゾルジンは白色沈澱又は塊狀となりて拆出す。之れを濾過、水洗、乾燥後使用に供す。



メチレンダイレゾルジン

五一 褐色染料

特許 英 一八、七六二（千八百九十七年）

製造所 エ、アスウオース化学工場（英國マンチエスター）

性質

水に可溶性にして硫化ソーダ溶にて木綿を黄褐色に染め得。

製造

六十分の硫化ソーダを少量の熱湯に溶解したる中へ、十分のナイトロサルチル酸及び十分のナイトロフェノールを加へ之れを加熱し、先づ水分を蒸發せしめし後二百二十五度にて二時間加熱し、更に十六分の硫黄を加へ之れを二百度にて數時間加熱し、乾燥し冷却せしめ、其のまゝ使用に供す。

五二 褐色染料

特許 獨 一九九、九七九（千九百〇八年）

製造所 佛 三三八、四八八
英 八八九、九三六
米 八八九、九三六
 그리스ハイム、エレクトロン化学工業會社

性質

硫化ソーダ溶にて木綿を褐色に染色し得。其の色合何れも極めて堅牢なり。

製法

二百分の硫化ソーダ、五十分の硫黄、百分の熱湯を混じ之れを溶解したる中へ、五十分のダイナイトロ化合物及び二十三分のグレイセリンを徐々に加へ、加熱して其の水分を蒸發せしめし後、二百三十五度乃至二百四十度にて四五時間加熱作用を與へ、而して其の固塊乾燥物を冷却し粉末となして使用に供す。

褐色染料

硫化染料製造法

本法に使用す可きダイナイトロ化合物は左の如き物を最も適當となす。

- 一、二、四ダイナイトロクロロベンゾール、メタダイナイトロベンゾール、メタダイナイトロトルオール、二、四ダイナイトロダイフェニラミン等、又之れ等ダイナイトロ化合物に代ふるにメタナイトロニリン、一、二、四クロロダイアミドベンゾール等を使用するを得。又グリセリンに代ふるに澱粉、砂糖、デキストリン、メントール、ヘキソール等を使用するも同結果を得。(獨乙特許二〇二、六三九)

備考 本染料製造に當り、グリセリン又は其の他の代用品を使用せずして硫化法を行ふ時は、只だ單に綠灰色染料を得るに過ぎず、然れどもグリセリン又は其の他の代用品を使用せしむる際は褐色染料を得。

五三 褐色染料

特許 一七二、〇一六 (千九百〇三年)
 英 二二三、一八八
 佛 三三七、三一六
 製造所 伯林アニリン染料製造株式會社

性質

硫酸に作用せしめて黃褐色を與へ、酸化ソーダ浴にて木綿を種々なる褐色に染色するを得。其の色合は金屬鹽類後處理に依り變化せざれども、其の堅牢度甚だしく増加す。

製法

二十五分の硫黄を豫め融解せしめたる中へ、十五分のパラアセトアニリッドと、十四分のダイメチルメタアミドフェノールとの混合物を加へたる後、四五時間之れを百八十度乃至二百度にて加熱し冷却後粉狀となしたる後、五十分の酸化ソーダを加へて少量の水と共に、百十度にて尙ほ數時間其の硫黄化合物の全く水に溶解し得るに至るまで加熱し、之れを多量の熱湯に溶解して不溶解物を濾し、濾液に通風するか又は食鹽を加へて染料を沈澱せしめし後、之れを濾過、洗滌せしめて乾燥す。斯くして得たる染料は木綿を黃褐色に染色し得。

パラアセトアニリッドに代ふるにメタトルイレンダイアミン又はパラトルイアンを使用するを得べく、其の得たる染料は前者より稍々褐色を帶ぶ。又レゾルシンを使用せし場合(パラアセトアニリッドに代はりて)には赤褐色染料を得。硫黄融化に當りて酸化ソーダを混合し、之れを前記の如く融化せしむる時は紫褐色染料を得。鹽化硫黄及び硫黄と共に融化せしむる際は橙褐色染料を得。

尙ほ又、ダイメチルメタアミドフェノールに代ふるに、ダイエチルメタアミドフェノール、モノメチル、モノエチル、メチルエチル、ベンザールメタアミドフェノールを使用せしむる際は何れも赤褐色を得。ダイメチルメタアミドフェノールは左の方法にて製せらる。

- 一、九十三分のアニリン、百分の粗製鹽酸、六十四分のメチルアルコール。
- 二、百二十九分アニリンサルト、六十四分のメチルアルコール。
- 三、五十六分アニリン、八分濃硫酸、四十五分メチルアルコール。
- 四、四十分のアニリンサルト、三十分のアニリン、四十五分のメチルアルコール。

右の何れかの混合物を加壓釜(オートクレーブ)に入れ、十八乃至二十五氣壓にて五時間又は二百五十度にて拾時間加熱せしめて之れを冷却し、石灰又はソーダを以て之れを弱アルカリ性とならしめ、之れを攪拌しつつ火力を以てダイメチルアルコールを蒸溜し、攝氏百九十五度乃至二百五度迄の蒸溜物を蒐集して其ま、使用に供す。或はソーダを以て弱アルカリとなし

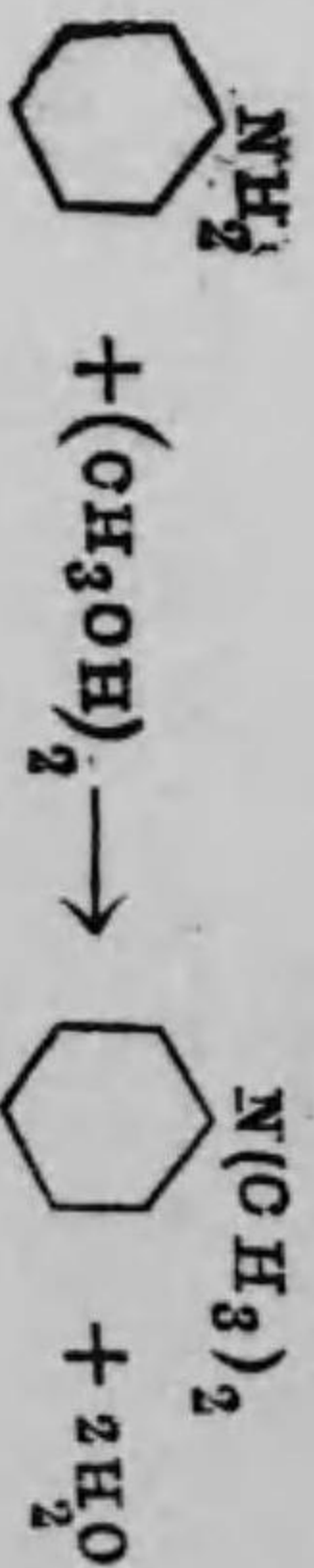
硫化染料製造法

二六〇

なしたる後、之れに蒸氣を通じ、ダイメチールアニリン及び水を蒸溜蒐集せしめて油分と水分とを分離し、更に其の油分へダイメチールアニリンを蒸溜釜に入れ火力を以て加熱せしめ、攝氏百九十五度乃至二百五度迄の蒸溜物を捕集し其のまゝ使用に供す。

ダイメチールアニリンの不純物として不變化アニリン及びモノメチールアニリンの混合する事あり。此の場合には可檢ダイメチールアニリンに數滴の濃硫酸を混合せしむ。不變化アニリンの存在する場合は忽ちにしてアニリンサルフェートを生じ白色塊状を生ず。

尙ほ又、可檢ダイメチールアニリンに無水醋酸を加ふれば、モノメチールアニリンの存在する場合にはダイメチールアニリンは自ら昇温す。

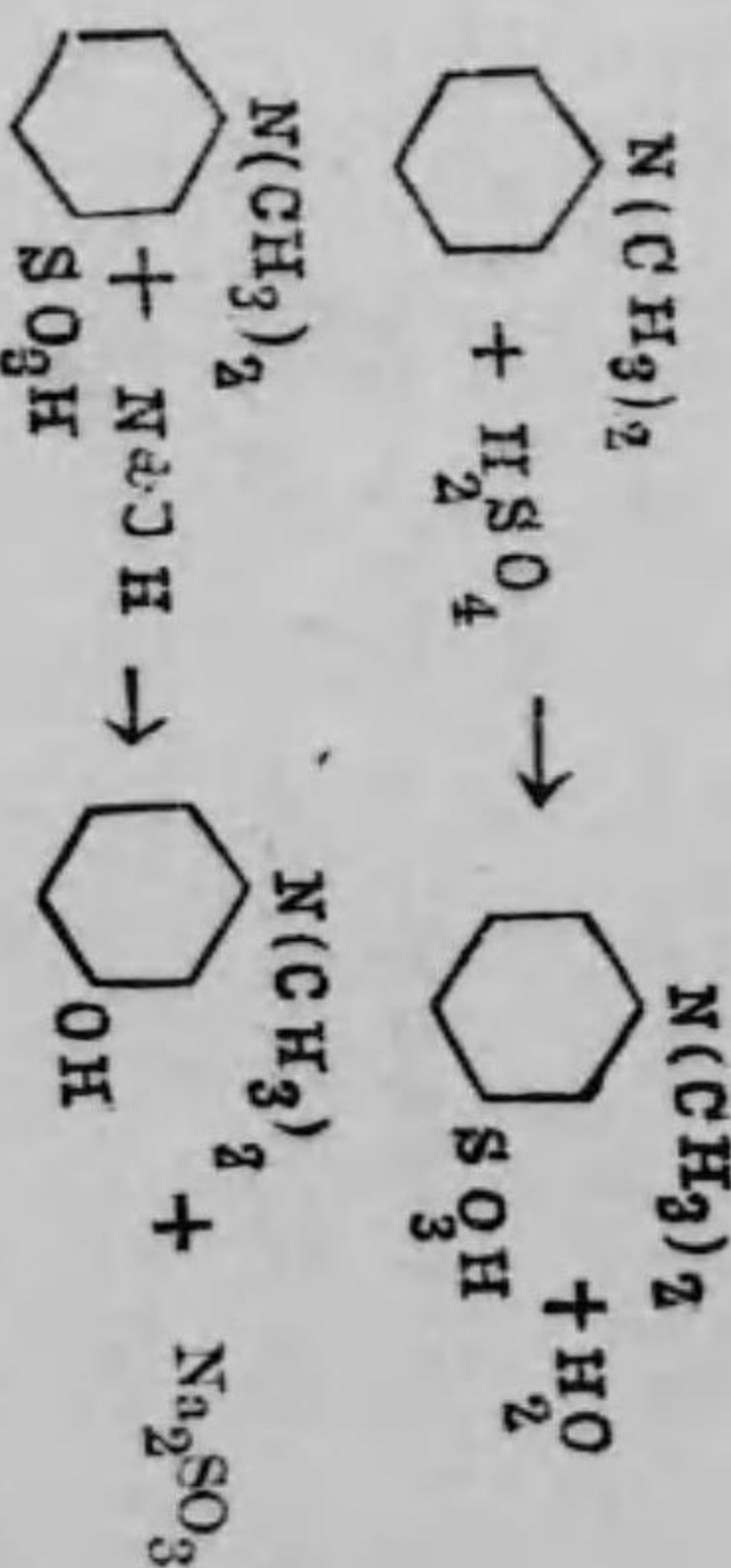


ダイメチールアニリン

百五十分の發煙硫酸(三十%の SO_3 を含有する物)中へ五十分のダイメチールアニリンを攪拌しつゝ、徐々に加へ、之れを八十分にて數時間加熱せしむ。而して其の硫酸化合物の見本を時々抽出し少量の冷水を混合し、エーテルを以て不變化ダイメチールアニリンを抽出せしむ。全くダイメチールアニリンの變化し終りたる後は之れを冷水に混合し、石灰乳を以て注意深く中性となさしむ。而して其の硫酸石灰を濾し残渣(沈澱即ち硫酸石灰)を温湯を以て能く洗滌したる後、其の濾液に炭酸ソーダを加へ(充分炭酸石灰沈澱の生じ終るまで)之れを濾し、其の濾液を蒸發し冷却せしむれば、ダイメチールアニリンメタサルボ

ニツク酸ソーダは結晶析出す。

能く乾燥せるダイメチールアニリンメタサルボニツク酸ソーダ十分を、徐々に十分の苛性ソーダ、三分の熱湯中に溶解せしめ、攪拌しつゝ加ふ。而して全く加へ終らば温度を二百七十度にて約一時間加熱せし後(此の融解工程に當り、苛性ソーダの温度二百六十度以上に達すれば其の融化物は軟らかき糊状を呈す。糊状を呈せし後尙、三十分乃至一時間加熱せしむ)冷却し温湯を以て之れを溶解せしめ、其の溶液に鹽酸を加へ中性とならしめ放置すれば、銀光を有せる板状結晶物を析出す。之れを濾し乾燥して使用する。即ちダイメチールメタサルボニツク酸ソーダなり。



ダイメチールメタサルボニツク酸ソーダ

或は他の方法にてもダイメチールアニリンメタサルボニツク酸ソーダを構成せしむるを得。

五十五分のレゾルシンを四十分の鹽化ダイメチールアニリン、二百分のダイメチールアニリン十%液と共に之れを加壓釜に入れ十二時間二百度にて加熱し。冷却せしめ鹽酸を加へて酸性となし、不變化レゾルシンを除去したる後、更に多量のソーダを加へアルカリ性となし、溶劑を以て(ベンゾールイサ等)ダイメチールメタサルボニツク酸ソーダを抽出せしむ。

五四 褐色染料

特許 獨 一、二〇、八三三
英 一、一八、八二七
佛 三〇四、七八五
(千九百年)
製造所 伯林アニリン染料製造株式会社

性質

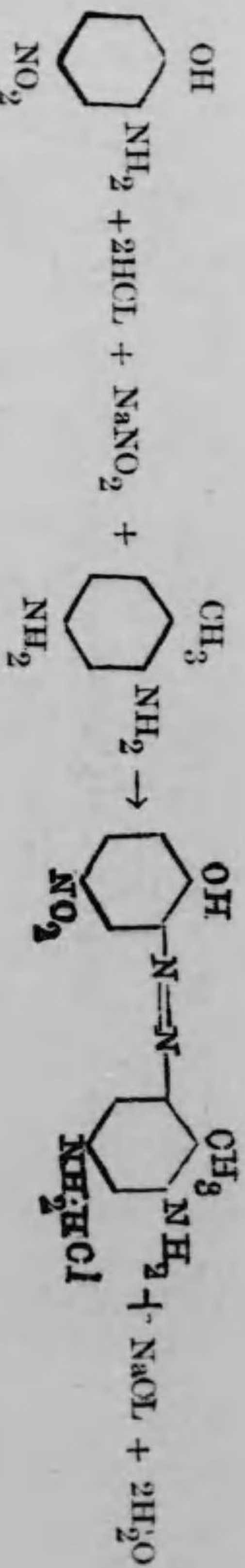
水に可溶性にして黄褐色を、濃硫酸に作用せしめて黄褐色を呈す。硫化ソーダ浴にて木綿を黄褐色に染色し得。

製法

百十五分の硫化ソーダ、二十九分の硫黄、二十五分の水を共に加熱溶解せし中へ二十七分の四ナイトロニアミド一フェノールアゾメタトルイレンダイアミンを加へ、百八十度にて數時間加熱せしめたる後、更に二百度乃至二百〇五度にて一二時間加熱作用を與へ、冷却せしめて其のまゝ使用に供す。

四ナイトロニアミド一フェノールアゾメタトルイレンダイアミン其の物は一種のアゾ染料にして、タンニン媒染を施せる木綿を橙褐色に染色し得。

百五十四分のナイトロアマミドフェノールを倍量のアルコールに溶解せしめたる後、之れを五十倍の冷水に混合し、三分の鹽酸を加へ攝氏十度以下に保ちつゝ、七十分の亞硝酸ソーダを少量の冷水に溶解せしめたる物を、攪拌しつゝ加へ、之をダイアゾ化したる後、百二十二分のメタトルイレンダイアミンを同量の鹽酸に溶解せしめ、更に十倍冷水を加へて之を溶解せし物を、前記ダイアゾ液中に攪拌混合し、五十度乃至六十度に加温し、之れに多量の食鹽飽和水を加へ染料を分離せしめし後濾過乾燥し使用に供す。



五五 褐色染料

特許 獨 一、二九、四九五
製造所 ガイギー化學染料製造會社

性質

水に可溶性にして暗褐色を呈し、濃硫酸に稍々溶解す。硫化ソーダ浴にて木綿を帶黄褐色に染色し得べく、其の色合は極めて堅牢なり。

製法

四十分の百分硫化ソーダと拾五分の酸性染料オレンヂIIとを能く混合せしめ、之れを密閉加壓釜にて三百五十度にて四五時間加熱したる後、冷却せしめ粉末となし、其のまゝ使用に供す。オレンヂは左の方法にて製せらる。

十分のアニリン油と十分の濃硫酸とを混合し、之れを百八十度にて拾時間加熱せしめたる後、冷却して粉末となし、之れを

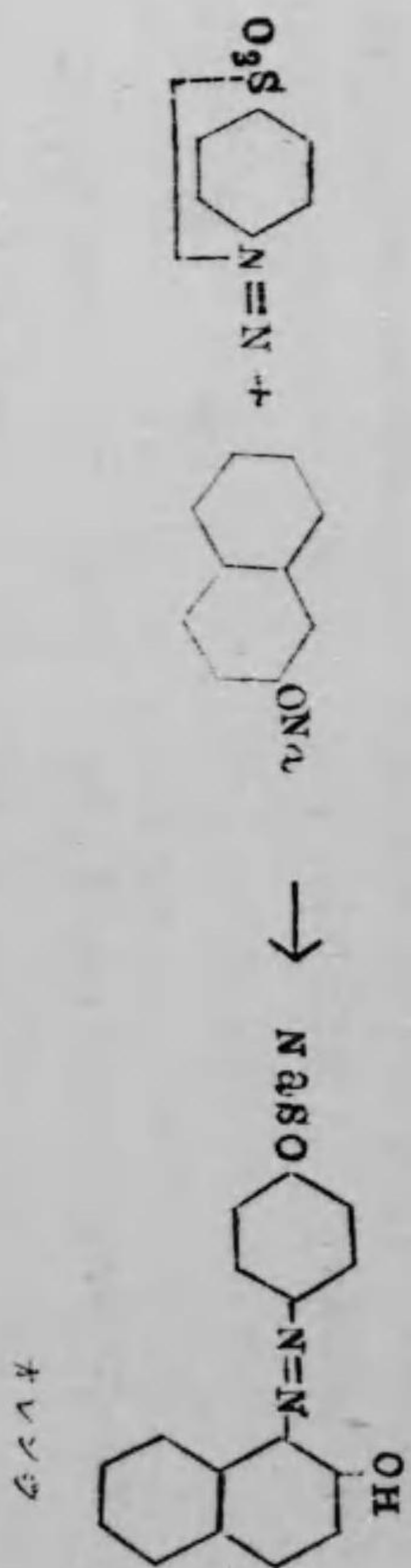
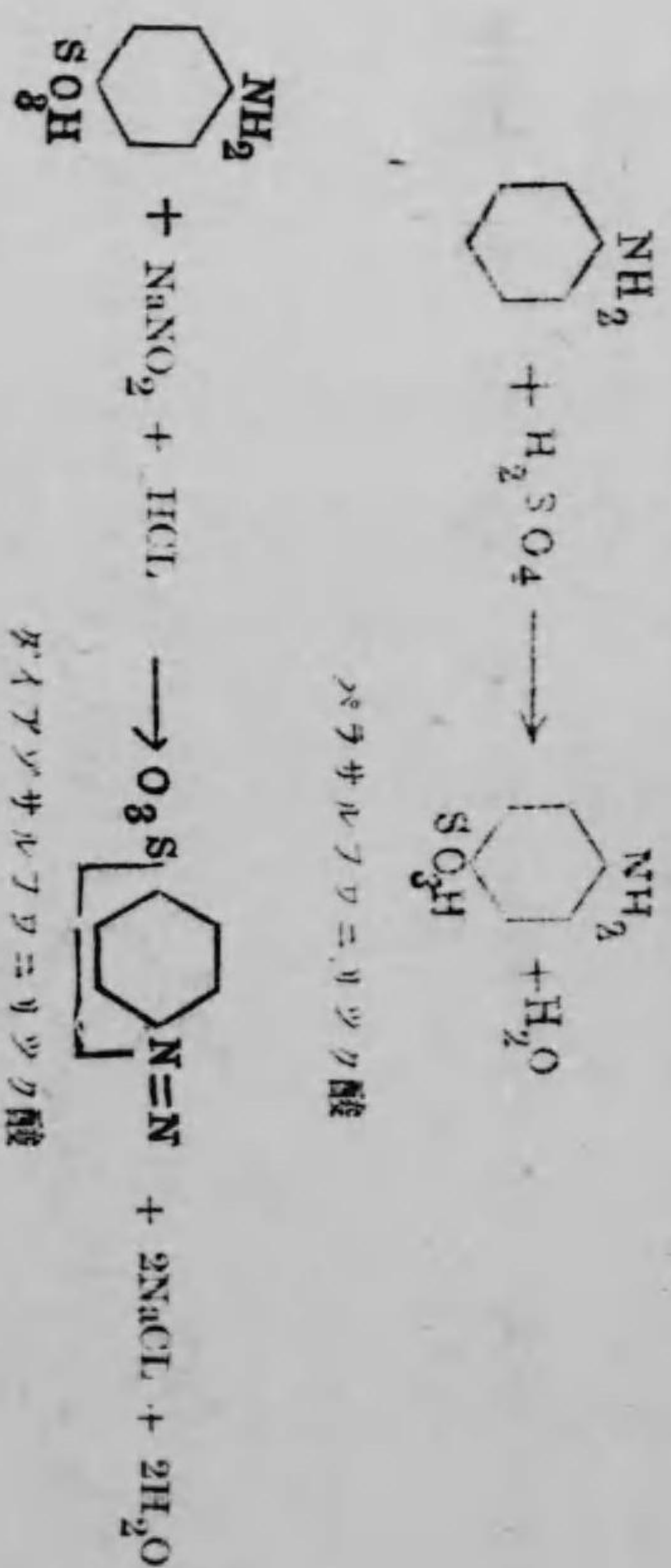
褐色染料

硫化染料製造法

二六四

五分の苛性ソーダ液を以て煮沸溶解せしめ、濾過し、濾過液に鹽酸を加へて之れを弱酸性となして、冷却して放置せしむればパラサルフワニリック酸は結晶析出す。之れを母液より濾過し乾燥せしむ。

百七十三分のパラサルフワニリック酸を五百分の熱湯に溶解せしめ、二千分の冷水を加へて之れを溶解せしめし後（若し溶解の場合には少量の苛性ソーダを加ふ）多量の氷塊を加へ、攝氏五度以下に保たしむ。而して三分の鹽酸を加へ能く攪拌したる後、七十二分の亞硝酸ソーダを一千分の冷水に溶解したる物を攪拌しつゝ、徐々に加ふ。而して時々其のダイアソ液を濃粉沃度試験紙上に滴下し、ダイアソ化の過不及を檢し、微青色を呈するに至らば亞硝酸ソーダの滴加を停止す。更に別器に百四十四分のベタナフトールを五十分の苛性ソーダ、二百分の熱湯中に溶解せしめ、冷水を加へて一千分となしたる物を攪拌しつゝ、前記ダイアソ液浴中に混合せしむれば忽ちにして赤褐色を呈す。全部のベタナフトールを加へたる後、之れを七八十度に加熱し多量の食鹽飽和水を加へ、染料を分離沈澱せしめし後、之れを濾し乾燥して使用に供す。



五六 褐色染料

特許 獨 一六二、二二七
製造所 カレー染料製造株式会社

性質

硫化ソーダ浴にて木綿を黄褐色に染色し得べく、其の色合は日光、洗濯、石鹼等に基だ堅牢なり。

製法

八十分の硫化ソーダ、三十分の硫黄、三十分のビスマークアラウンを混合し、之れを二百二十度にて六時間加熱せしめたる後、粉末となし其のまゝ使用に供す。

ビスマークアラウンは次の方法にて製せらる。
三百二十四分のメタフェニレンダイアミンを六百分の鹽酸及び五千分の冷水中に溶解せしめたる中へ、百四十分の亞硝酸ソ

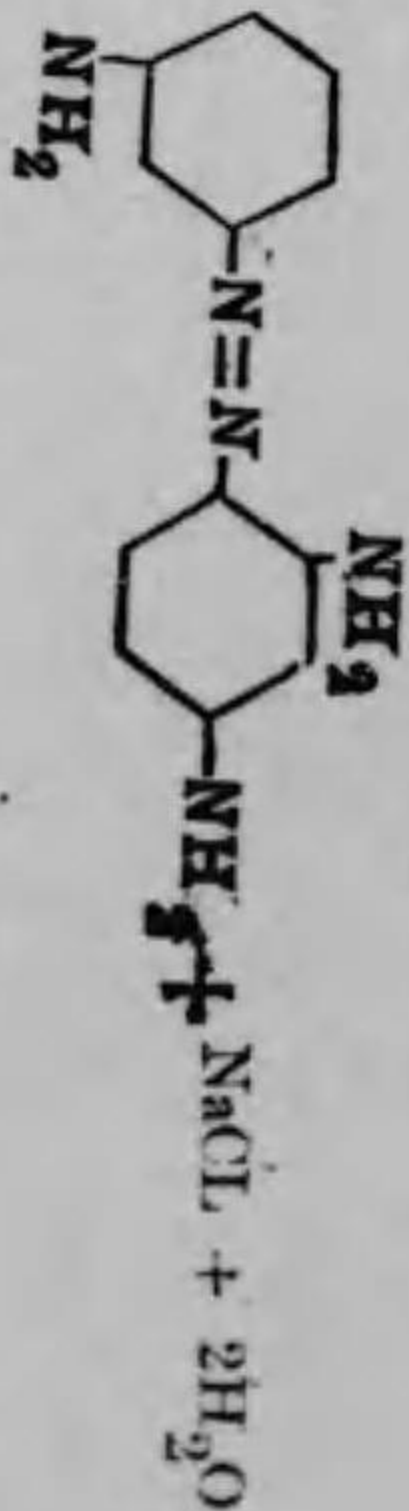
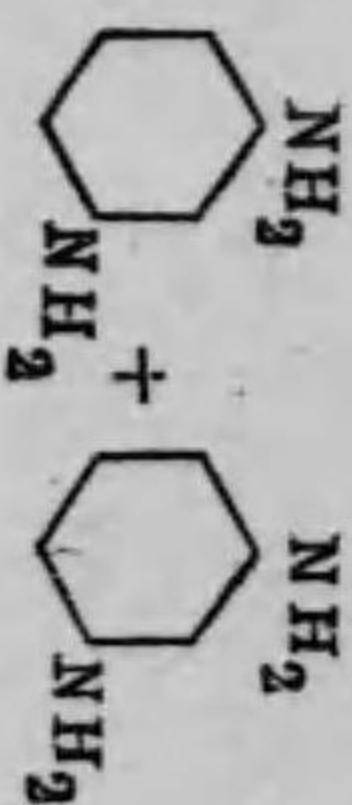
褐色染料

二六五

硫化染料製造法

二六六

ソーダを千四百分の冷水に溶解したる物を攪拌しつゝ徐々に加ふ。然る時は忽ちビスマークアラウンは黄色す。是に於て之れを六七十度に加熱し、多量の食鹽飽和水を加へ染料を沈澱析出せしめて、之れを濾し、乾燥して使用に供す。



ビスマークアラウ

五七 褐色染料

特許

獨 一六〇、一〇九
英 二五、五〇六
米 七八五、六七五

(千九百〇四年)

製造所

カ、エラー染料製造會社

性質

苛性ソーダに溶解困難。硫化ソーダにて黄褐色を呈し木綿を橙褐色に染色し得。濃硫酸には不溶解なり。

製法

十六、四分のモノアセチルメタフェニレンダイアミンを十一、四分の鹽酸(ボーメ二十度の物)と混合し、二百分の冷水を加へ四十二分の醋酸ソーダを加へて全部溶解せしめたる後、其の溶液を攝氏零度に保たしむ。尙ほ又、別器に九、三分のアニリン油

を三十四分の鹽酸(ボーメ二十度)の物に溶解せしめ、百分の冷水を加へ、多量の水塊を加へて攝氏零度に保たしめたる中へ、六、九分の亞硝酸ソーダを冷水に溶解したる物を徐々に攪拌しつゝ加ふ。而して得たる黄色のダイアゾベンゼンハイドロクロライドの溶液を前記のモノアセチルメタフェニレンダイアミン溶液と混合し、之れを能く攪拌せしむればアニンアゾアセチルメタフェニレンダイアミンの沈澱を生ず。之れを濾過乾燥せしめし後、更に百分の碱黄、二十分のベンザン、二十分の前記アニンアゾアセチルメタフェニレンダイアミンを能く混合し徐々に加熱し、二百二十度乃至二百四十度に十時間加熱せしめたる後、之れを冷却し粉末となし、百分の苛性ソーダと百三十五分の熱湯とを加へ、一時間百十度乃至百二十度に加熱せしめたる後、五百分の熱湯を加へて之れを溶解し、其の不溶解物を濾し、濾液に鹽酸を加へて染料を沈澱せしめし後、能く洗滌し乾燥せしむ。尙ほ又、百分の苛性ソーダに代ふるに三分の硫化ソーダを使用した際も同結果を得。ベンザンに代ふるにアルフハナフトラミンを使用する際は帶黄褐色染料を得。

五八 褐色染料

特許

獨 一〇二、〇六九
英 一三、七九七
佛 二七二、六〇〇
米 六三〇、九五二

(千八百九十八年)

製造所

巴里メルツク商會

性質

黒褐色の粉末にして水に溶解し易く、硫化ソーダ浴にて木綿を種々なる褐色に染色し得。

製法

二十一分半のアニリンとダイオキシナフタリンとのダイアゾ化合物又はレゾルシンとの化合物を、三十分の硫化ソーダ、八

褐色染料

二六七

分の硫黄、少量の水と共に加熱せしむ。最初加熱中は絶へず少量の水を注加し、而してダイアゾ化合物の全く還元し終りてより（此の際は橙色のダイアゾ化合物は全く褐色乃至黒褐色に變ず）水の注加を停止し、二百二十度乃至二百八十度にて五時間加熱せしめ乾燥固塊せしむるに至らしめ、冷却して粉末となし其のまゝ使用に供す。

ダイアゾ化合物は前記せし（第九十五褐色染料）と同法にて得らる。

又、各々異なるダイオキシナフタリンを使用すれば種々異なる色合を得。例へば、

二、五ダイオキシナフタリンは純褐色を、二、八ダイオキシナフタリンを使用する際は黄褐色を、一、八ダイオキシナフタリンは赤褐色を、一、五、二、七。二、六ダイオキシナフタリンは何れも暗褐色を呈す。

尙ほダイオキシナフタリンにつきて次に記す。

一、二ダイオキシナフタリンはベタナフタキノンを亞硫酸と共に還元せしめ得らる。六十度の融點を有せる銀色板狀結晶體なり。

一、三ダイオキシナフタリンはナフトレゾルミンと稱し、一、三、五、七ナフトリントナサルホニツク酸を苛性ソーダと共に融解してダイオキシナフタリンダイサルホニツク酸を得。尙ほ之れを稀薄酸と共に氣壓の下に二百三十度にて數時間煮沸すれば、其の硫酸根は放棄せられて一、三ダイオキシナフタリンを得。百二十四度の融點を有せる透明なる板狀結晶體なり。

一、四ダイオキシナフタリンは、一、四アルフワフトールモノサルホニツク酸を苛性ソーダと共に高熱にて加熱融解せしめて得らる。

一、五ダイオキシナフタリンは、一、五ナフトリンダイサルホニツク酸を苛性ソーダと共に加熱融解せしむるが、又はアルフワフトールモノサルホニツク酸を苛性ソーダと共に加熱作用せしめて得らる。二百六十度融點を有せる針狀結晶體なり。

體なり。

一、六ダイオキシナフタリンは、一、五ナフトリンダイサルホニツク酸の副生として生ずる。一、六ナフトリンダイサルホニツク酸を苛性ソーダと共に高熱に作用せしめて得らる。百三十六度の融度を有せる板狀結晶體なり。

一、七ダイオキシナフタリンは、一、七ナフトリンダイサルホニツク酸又はベタナフトールアルフワサルホニツク酸を苛性ソーダと共に融解せしめて得らる。百五十八度融點の針狀結晶體なり。

一、八ダイオキシナフタリンは、一、八ナフトサルトンに苛性ソーダと共に高熱にて作用せしめて得らる。百三十八度融點の針狀又は板狀結晶體なり。

二、三ダイオキシナフタリンは、ベタナフトールダイサルホニツク酸を苛性ソーダと共に融解し、硫酸根の一部は放棄せられて二、三ダイオキシナフタリンを得。百六十度融點の結晶體なり。

二、六ダイオキシナフタリンは、二、六ナフトリンダイサルホニツク酸又はベタナフトールベタサルホニツク酸を苛性ソーダと共に融解せしめて得らる。二百十六度融點の板狀結晶體なり。

二、七ダイオキシナフタリンは、二、七ナフトリンダイサルホニツク酸又はベタナフトールサルホニツク酸を苛性ソーダと共に融解せしめて得らる。百八十六度の融點を有せる針狀結晶體なり。

二、八ダイオキシナフタリンは、ベタナフトール八サルホニツク酸を苛性ソーダにて融解せしめて得らる。

五九 褐色染料

特許 英 二二、二二二 (千九百〇一年)
佛 三五一、六四八
米 七二三、四四八
製造所 カレー染料製造株式會社

硫化染料製造法

二七〇

性質

水に可溶性にして褐色を呈し、アルコールには不溶解。濃硫酸にて暗褐色を呈す。硫化ソーダ浴にて木綿を黄褐色に染色し得。

製法

八十分の硫化ソーダを少量の熱湯に溶解せしめ、三十分の硫黄を加へ全く硫黄の溶解したる後、二十五分の一、二、四五ツライアミドトルオールを加へ、之れを二百度乃至二百二十度にて全く乾燥する迄加熱せしめ、冷却して粉状となし其まゝ使用に供す。

ツライアミドトルオールは、一、二、四、五ツライアナイトロトルオールを鐵粉末及び鹽酸を以て還元せし物なり。

六〇 褐色染料

特許 獨 一、二五、五八三

佛 三〇四、九八一

製造所 舊マイスター、ルーチユース、ウインド
ブルーニング染料製造株式會社

性質

硫化ソーダ浴にて木綿を紫褐色に染色し得。

製法

百分の一、八ダイナイトロナフタリン、三百分の亞硫酸ソーダ、五百分の水を混じダイナイトロナフタリンの全く溶解し終る

煮沸し、濃暗褐色溶液を得。然る後に之を濾し。濾液を蒸發せしめ、全く乾燥するに至らしむ。全く乾燥せしダイナイトロナフタリンの亞硫酸化合物四十分を、三百二十分の硫化ソーダと百二十分の硫黄とを豫め水と共に溶解したる中へ徐々に加ふ。而して尙ほ三十分の鹽化亞鉛を加へ、百五十度乃至百六十度にて數時間加熱せしめたる後、更に二百二十度にて尙數時間加熱せしめ、全く固塊乾燥せしめ、冷却し粉末となし其のまゝ使用に供す。或は之を多量の熱湯に溶解し、其不溶解物を濾し、濾液に食鹽を加へ、染料を沈澱せしめ之れを濾し、乾燥せしめて使用に供す。

六一 褐色染料

(「インメジアルアラウン」B、インメサアルダークアラウンA)

特許 獨 一、一二、四八四
英 二、二五、七五四
佛 二、九五、五九三
米 六六〇、〇五八

カセラ染料製造株式會社

性質

褐色色の粉末。水に不溶解。苛性ソーダに不變化。鹽酸に作用せしめ褐色沈澱を生じ、濃硫酸にて褐色を呈し。水を以て稀釋すれば褐色沈澱を生ず。

製法

四十分のダイナイトロナキシダイフェニラミンを、八十分の苛性ソーダ液(ボーメ四十度)、二百四十分の熱湯中に三四時間

褐色染料

二七一

之を煮沸せしむ。而して鹽酸を加へて弱酸性となせば黒色沈澱を生ず。此黒色沈澱を濾し乾燥せしめて、二十五分につき五分の苛性ソーダ液（ホーメ四十度）と二十分の硫黄とを混合せる物、又は五十二分の硫化アンモニヤと十三分の硫黄及び少量の水とを混じたる物の何れかと混合し、之れを百六十度にて数時間全く乾燥固塊し終るまで加熱したる後、冷却し、粉末となし其のまゝ使用に供するか、又は更に之を多量の熱湯に溶解せしめ、其の不溶解物を濾過せし後、其濾液に鹽酸を加へ、染料を沈澱せしめたる後、濾過、洗滌、乾燥せしむ。斯くして得たる染料は硫化ソーダ浴にて木綿を暗色に染色する事を得。

二十五分のダイナイトロフェニールオキシトリラミンを、五十分の苛性ソーダ液（ホーメ四十度）及び百五十分の熱湯と共に煮沸處理せし物へ二十分の硫黄を加へ、之れを百六十度にて全く乾燥するまで加熱せしめ、冷却して粉狀となし其のまゝ使用に供するか、又は既記せし如く精製法を行ふ。斯くして得たる物は木綿を硫化ソーダ浴にて黄褐色に染色し得可し

六二 褐色染料

特許

英獨 一二五、五八八
佛 三〇八、七三五

(千九百〇一年)

製造所

マイスター、ルーチエリス、ウンドブルーニク
染料製造株式會社

性質

水に可溶性にして紫黒色を呈し、硫化ソーダ浴にて木綿を暗褐色に染色し得。

製法

百分のダイナイトロオキシダイフェニラミンを、五百分の亞硫酸ソーダと五百分の水と加へ加壓釜にて百八十度で数時間加

熱せし後、其の溶液を蒸發乾涸し、礬め一千分の硫化ソーダと二百分の硫黄ソーダとを熱湯中に溶解せしめたる溶液中に加へ、百度乃至百二十度にて其の水分を蒸發せし後、百五十度乃至百六十度にて数時間加熱處理し、全く乾燥したる後、更に百八十度にて尙ほ數時間加熱し、冷却して粉末となし使用に供す。

以上列記せし以外の褐色硫化染料。

イ、十分のダイナイトロオキシダイフェニラミンと十分の硫化硫黄とを作用せしめ得たる化合物を、四十分の硫化ソーダ、

十分の苛性ソーダ、十分の水と共に二百度にて数時間加熱乾燥せしむ。斯くして得たる染料は赤褐色を呈し、硫酸に紫

褐色を呈し硫化ソーダ浴にて暗褐色を染得。

ロ、ダイナイトロフェニールキノニミドと苛性ソーダと共に煮沸し得たる化合物を、硫化ソーダ及び硫黄と共に數時間

加熱乾燥せしむ。

ハ、アニリンブラック又はエメラルダンの如き物を、更に硝酸を以て作用せしめて得たる物を硫化ソーダ及硫黄と共に百

五十度にて數時間加熱したる後、更に硫化ソーダを加へ、二百五十度乃至二百八十度にて尙ほ數時間加熱し、冷却し粉

末となして使用に供す。斯くして得たる染料は苛性ソーダにて褐色を呈しソーダ水に不溶解、硫酸に不溶解、鹽酸に不溶

解、硝酸に可溶性にて褐色を呈し、硫化ソーダ、アンモニヤの濃液等に溶解し褐色を呈し、硫化ソーダ浴にて木綿を暗

褐色に染色し得。

ニ、五十分の硫化ソーダ、十分の硫黄、五分のフェニールフタレイン又はフリウオシオン或はイオシンと共に二百八十度

乃至三百度にて加熱作用せしめ、黄褐色染料を得。

ホ、レゾルシンとフォーマルデハイドとの化合物に、ダイナイトロクロロベンゾールを化合せしめて得たる物を硫黄及び

硫化ソーダと共に加熱融化解せしむ。

へ、アンハイドロフオーマルデアニリンと二、七ダイオキシナフタインとの化合物を、硫黄及び硫化ソーダと共に加熱融解せしむ。

ト、六百二十五分の硫黄を百八十度にて融解せし中へ、二百五十分のトルイレンレッドベイスを加へ二百三十度にて数時間加熱せし後、百八十度に冷却せしめ千八百七十五分の硫化ソーダを加へ、之れを百八十度にて尙ほ数時間加熱し乾燥するに至らしむ。硫化ソーダ浴にて木綿を赤褐色に染色し得。

六三 褐色染料 (カツジユ、ド、ラバル)

特許 英 一四、八九 (千八百七十三年)
佛 九八、九五
發見者 クロアザン氏

性 質

黒褐色の塊状物にして、水に溶解し緑褐色乃至黒褐色を呈し、苛性ソーダ液等に溶解して暗褐色を、硫酸に不溶解、鹽酸に作用せしめて褐色を呈し、硫化水素を發生す。

製 法

百分の鋸屑を二百分の苛性ソーダと共に、二百七十度乃至三百度にて二三時間加熱す。鋸屑は苛性ソーダのため全く其の形を變じ、水に可溶性の泥状物と變化す。是に於て百分の硫黄華を加へ、尙一二時間加熱作用を與へたる後、稍々低温にて水分を全く蒸發乾燥せしめ其のまゝ使用に供す。二百分の苛性ソーダに代ふるに三百五十分の硫化ソーダを使用せしむるも同結果を得。

本染料は鋸屑のみならず一般の天然有機物體に應用し得。殊に木屑、枯草、落葉、地衣、其の他苔類、糠、澱粉、膠、砂糖、グリーコース、セルロース、紙屑、綿屑、タンニン、五倍子、カゼイン、蛋白質、血、角、骨、羽毛、動物の異類、ロゲウロド、フスチツク、アラシル木、紅花、栗皮等は其のよく使用せらるゝ物なり。

カチゲンアラツクアラウンN、サルフロニールアラウン4B、カツシユイタリアン等と稱し市場に現はるゝ染料も亦、之等と軌を同じくして製せられたる物なり。

尙ほ之等の天然有機物體と石炭タールより得たるアミドハイドロオキシ化合物、例へばメタフェニレンダイアミンの如き、又はパラアミドフェノールの如き、或はメタナフトールの如き物と混合し、前記の如き方法にて處理すとも同結果を得。

カレ社より發賣せられたるサルフロニールアラウン4Bは、此の種の染料の亞硫酸化合物たるに過ぎず。即ちサルフハイトセルローズ製造に當り生ぜる廢液を蒸發濃厚ならしめ(ボイメ二十八度)炭酸ソーダを加へて含有石灰分を除去し、旁々中性となしたる物二十分につき、三十分の硫化ソーダ、七分の硫黄と共に百二十度乃至百三十度にて加熱し、最後に百八十度にて加熱乾燥せしめたる物なり。

伊太利のレヒチ、ドルフス商會より發賣せるスルフィンアラウンは同じくカツシユエドラバル式の染料にして、植物の脂肪酸を強アルカリに作用せしめ得たる染料なり。例へばロッド油、オリブ油、比麻子油、椿油、綿實油、亞麻尼油等を、ソーダ、硫黄と共に強熱にて作用せしむれば此の種の染料を得。例へば五分のロッド油(六十%)を〇、三分苛性ソーダ(トッドル三十度)九分のソーダ灰、九分の硫黄及び水と共に、初め百度にて全く混合溶解せしめし後、更に三百三十度乃至三百五十度にて十時間加熱せしめ、乾燥して其のまゝ使用に供す。尙ほ又、之れ等植物脂肪酸に代ふるに動物の脂肪即ち牛脂、豚脂、又は之等の鹼化物即ち石鹼等を適當なる方法にて、硫黄、ソーダと共に高熱にて融解せしむるも褐色染料を得。

木材乾溜に當り副生する木タールの、硫黄及び硫化ソーダと共に加熱作用せしむる時も同じくカツシユエドラバル式の染料を得。

得即ち木タールを十%の苛性ソーダ液にて煮沸処理すれば、木タール中に含まるゝ石炭酸及クレソール等は、苛性ソーダに溶解之れを抽出する事を得。而して苛性ソーダを分離せし残渣は黒色の半固塊状を呈す。之れを十分につき十分の硫化ソーダ、十五分の硫黄と共に数時間二百度以下にて加熱する時、遂に黒炭の如き物を得。此の物は水に可溶性にして硫化ソーダ液にて木綿を黒褐色に染色するを得べし。

海老茶色染料製造法

一 海老茶色染料

特許
製造所
英 一、二六、一七五
佛 一、四、八三六
米 三〇三、一〇七
七〇一、四三五
カセラ染料製造株式会社

性質

硫化ソーダ液にて木綿を帯赤褐色に染色し得。

製法

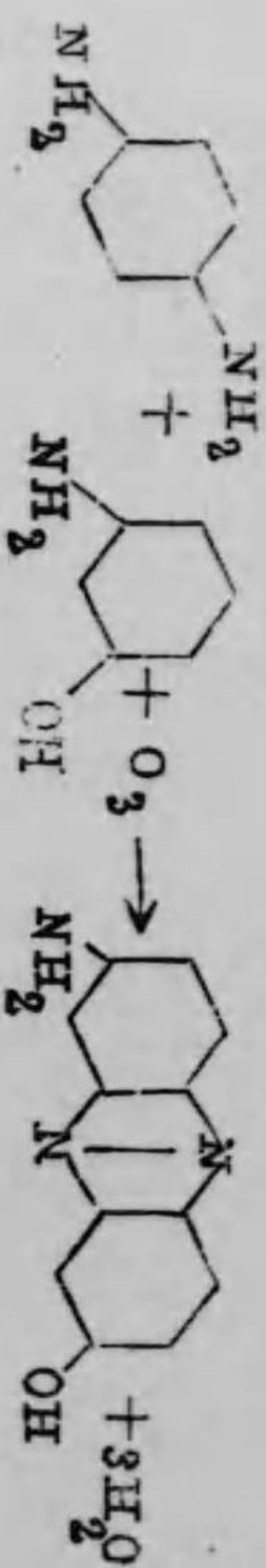
五十分の硫化ソーダを二十分の熱湯を以て溶解し、九十度乃至百度にて十分のアミドオキシフェナジンを徐々に加へ、全く加へ終らば、温度を徐々に百四十度乃至百五十度に昇せ数時間加熱を繼續す。而して時々此の融化物の見本を抽出し、水に全く溶解し黒紫色の溶液を得。尙ほ其の溶液を吸取紙上に滴下し黄色の滲輪を生ぜざるに至らば、尙ほ之れを百七十度に熱し全く乾燥するに至らしむ。而して之れを冷却して粉末となし、其のまゝ使用に供し得。又之れを多量の熱湯に溶解せしめ、其の不溶解物を濾し、濾液に通風するか又は適當なる方法にて染料を沈澱せしめ、之れを濾過、洗滌乾燥して使用に供す。

硫化染料製造法

アミドオキシフェナジンは次の方法にて製せらる。

百〇八分のパラフェニレンダイアミンを一千分の冷水及び三十分の濃硫酸と共に溶解し、更に百〇九分のメタアミドフェニールを一千分の冷水と三十分の濃硫酸と共に溶解し、右兩者を混合し、二百五十分の重クロム酸加里を二千五百分の冷水に溶解せしめたる物を攪拌しつつ、徐々に加ふ。而して更に五百四十分の濃硫酸を攪拌しつつ、徐々に加へたる後、之れを充分能く攪拌し綠色沈澱を生ず。綠色沈澱の全く生じ終りたる後は、徐々に百度に加熱し、綠色沈澱の徐々に赤褐色に變じ來たりたる後、尙ほ三十分乃至一時間餘り沸騰せしめたる後、之れを冷却し濾過す。

濾過殘渣を充分水洗したる後、其の濾液に食鹽を加へアミドオキシフェナジンを沈澱析出し、乾燥して使用に供す。



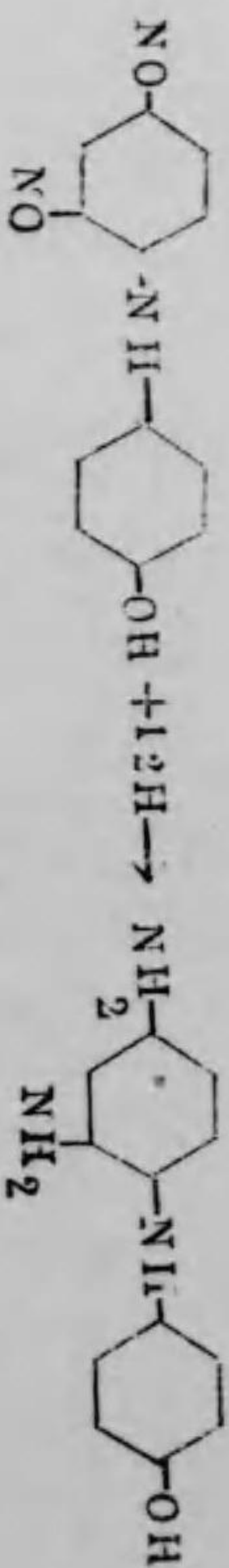
(アミドオキシフェナジン)

最も新らしき方法に依れば、分子等量のパラアミドフェニールとクロロダイナイトロマンゾールと醋酸ソーダと共に煮沸せしむる際オキシダイナイトロダイフェニラミンを生ず。(六十九褐色染料参照)。而して尙ほ、鐵粉及び醋酸を以て此の二硝基基を還元せしむればダイアミドオキシダイフェニラミンを生ず。此のダイアミドオキシダイフェニラミンを過酸化水素と共にソーダ液にて酸化せしめインドフェニールとなし、之れを煮沸してアミドオキシフェナジンに變化せしむ。

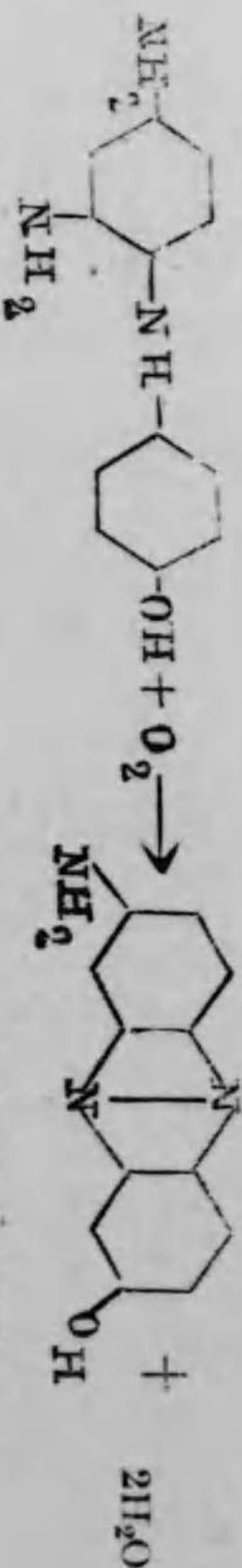
五十分の硫化ソーダ、二十分の硫黄を少量の熱湯中に溶解し、九十度乃至百度にて十分のサフランノールを徐々に加へ、



ダイナイトロオキシダイフェニラミン



ダイアミドオキシダイフェニラミン



アミドオキシフェナジン

百四十度乃至百五十度にて數時間加熱を繼續したる後其の融化物の全く水に溶解し吸取紙上に滴下し純紫色を呈するに至らば更に百六十度に加熱し、全く之れを乾燥せしめ冷却し粉末となし其のまゝ使用するが、又は前記せし如く精製法を行ひて使用に供す。

アミドオキシフェナジンに代ふるにサフランノールを使用せし製品は、其の色合鮮明にして且つ、前者よりも紫色を帯べる染料を得。

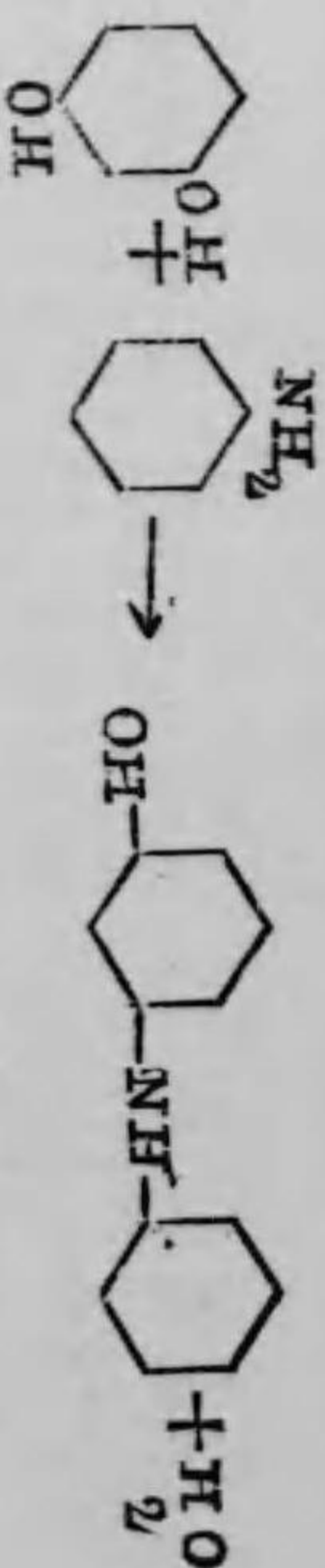
サフランノールは左の方法にて製せらる。

海老茶色染料

硫化染料製造法

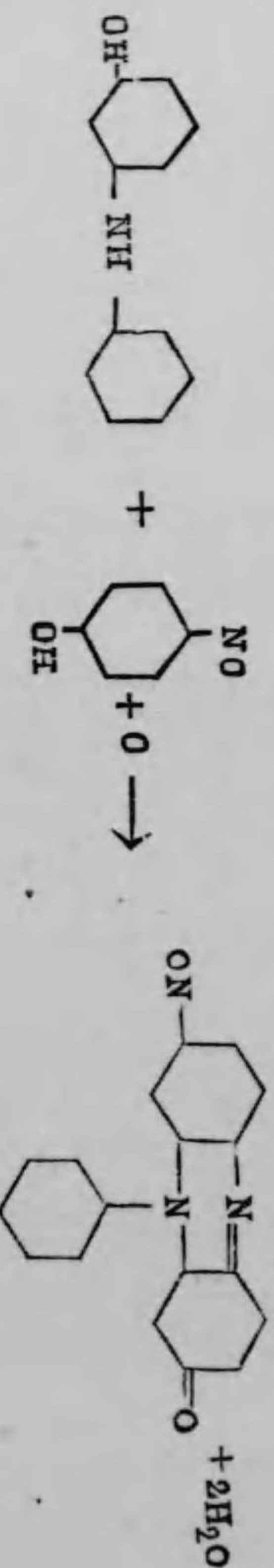
二八〇

一分子量のレゾルシン、二分子量のアニリン及び同量のアニリンサルトを混じ、加圧釜にて六時間百八十度に熱す。而して之を多量の稀鹽酸に注加し、冷却して其の結晶析出したる物を濾し、苛性ソーダの稀薄液にて溶解し再び濾し、其の濾液に鹽酸を加へて全く中性となし、放置すれば、小板状結晶のメタオキシダイフェニラミンを得。



メタオキシダイフェニラミン

一分子量のメタオキシダイフェニラミンを一分子量のナイトロソフェニロール又はパラアミドフェニロールと共に、其の中性若しくはアルカリ溶液にて煮沸せしめたる後、冷却し鹽酸を加へ、サフランロールを沈澱析出せしむ。



サフランロール

又はフェノサフランニンなアルカリ溶液にて煮沸せしむる際もサフランロールを得。

二 海老茶色染料

特許 英、一七七四九（千九百〇七年）
製造所 レビンスタイン染料製造會社

性質

硫化ソーダに溶解せしめて青色を呈し、酸化せしむれば暗赤色を呈す。硫化ソーダ溶にて木綿を暗赤色に染色し得。

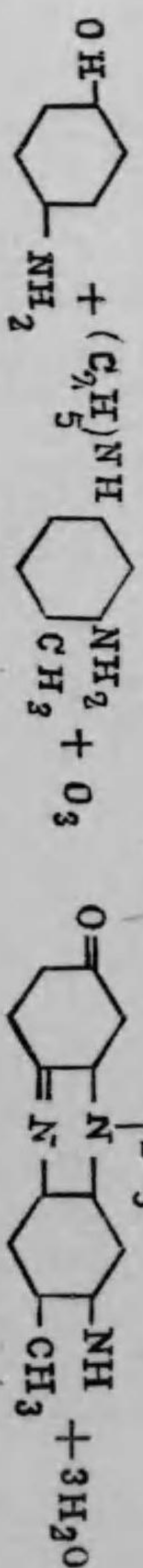
製法

五十分の硫黄と百十分の硫化ソーダ及び六十六分の水を混合し之れに廿分のアミドオキシフェナジンを加へ、三十二分の硫酸銅液（二十五%）を攪拌しつゝ加へ、逆流冷却器の装置ある釜にて百二十度にて拾五時間加熱したる後、之れを熱湯中に溶解し、其不溶物を濾過し、濾液を既記せし如く處理して精製法を行ふ。

二十六分の硫黄と五十五分の硫化ソーダとを熱湯にて溶解せし後、十分のエチルサフランニオンを加へ、尙ほ五分の硫酸ニツケルを少量の熱湯に溶解せし物を加へ、百二十五度にて廿時間作用を與へて精製し使用に供す。斯くして得たる染料は前者の物よりも尙ほ赤色を帯ぶ。

エチルサフランニオンは次の方法にて得らる。

十五分のモノエチルアミドメタトルイゲンと十一分のパラアミドフェニロールとを稀酸に溶解し、兩者を混合して硫酸及び重クロム酸加里を以て酸化せしめ得たるインダミンを煮沸し斯くて、得たる橙褐色沈澱を濾過し、濾液に食鹽を加へエチル



エチルサフランニオン

海老茶色染料

二八一

硫化染料製造法

サフランニオンを析出しめ之れをまた濾し、乾燥せしめて使用に供す。

又エチールサフランニオンは次の法方にて製せらる。

七十二分のナイトロソフェノールソーダ(約三十一分の百分ナイトロソフェノールを含有する物)を二千分の冷水に溶解せしめ、鹽酸又は硫酸を以て微弱酸性となせし液中へ、三十七、五分のモラエチールメタトルイレンダイアミンを百十度の鹽酸(ホメ甘度)と千五百分の冷水とに溶解せしめて百四十五分の炭酸ソーダを加へ、半ば中性となせし溶液を混合し、之れを能く攪拌せしむればインダミンを生ず。是に於て百分の炭酸ソーダを加へて之れを加熱し、沸點に達せしめし後、二百分の過酸化水素泥状(約四十%の H_2O_2 を含有する物)を加へ、綠色沈澱の全く赤色に變化するに至るまで煮沸せしめたる後、之れを濾して其の殘渣を尙ほ淡き炭酸ソーダ水と共に煮沸して濾過し、其の濾液に稀鹽酸を加へて酸性となし冷却せしむれば、エチールサフランニオンハイドロクローライドは結晶析出す。之れを母液より去り乾燥して使用に供す。

尙ほ又、エチールサフランニオンに代ふるにメチールサフランニオン(モノメチールメタトルイレンダイアミンを使用す)を以てするも同結果を得。

本染料製造に當り硫酸銅を加へずして單に硫化ソーダ及び硫黄と共に融化せしむる時は、硫酸銅を加へたる物よりも青色を帯ぶ。

又、パラアミドフェノールに代ふるにオルソクロロパラアミドフェノール、パラアミドクレソール、パラアミドサルチル液、パラアミドフェノールオルソサルホニツク酸等を使用せしむる際は各々異なる性質の物を得。色合も亦異れり(獨乙特許一八一、一二五、英二、七九七(千九百〇六年)佛三七二二七七、米八二九七四〇、(キスト))

三 海老茶色染料

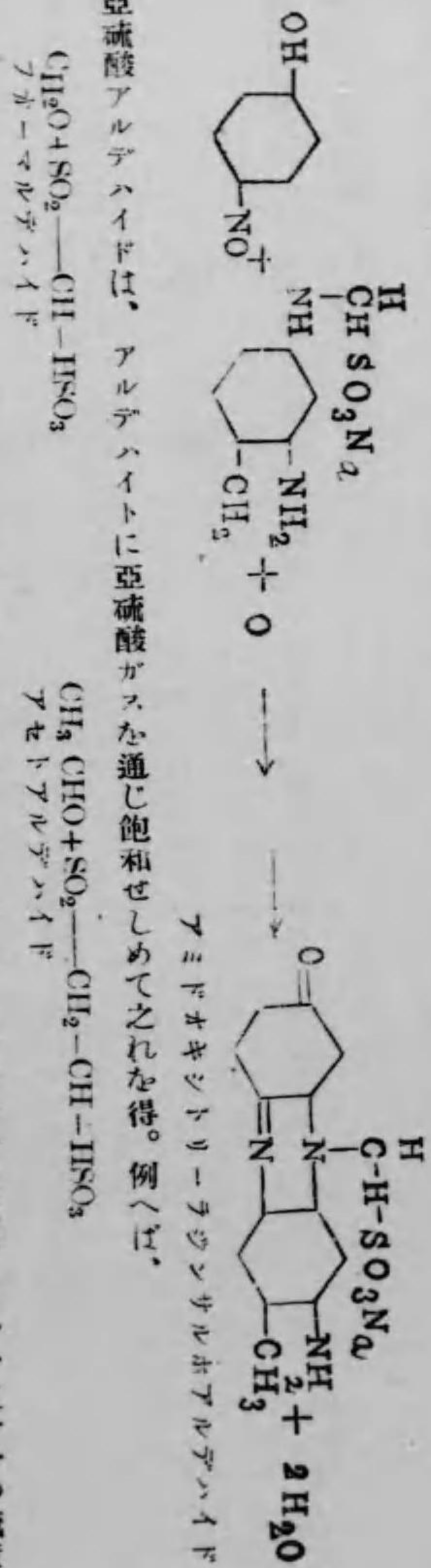
特許 英、二四〇〇八(千九百〇六年)
製造所 レビンスタイン染料製造會社

質 性

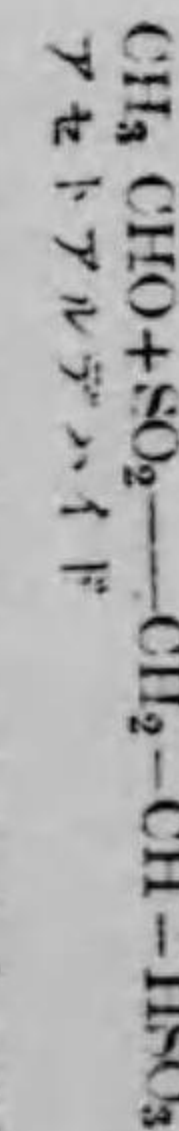
硫化ソーダ浴にて木綿を暗紫赤色に染色し得、

製 法

二十分の重亞硫酸アルデハイドを三十二分のメタトルイレンダイアミンのアルコール溶液に加へて之れを能く攪拌し、更に三十分のナイトロソフェノールを十分の苛性ソーダ、一千分の冷水に溶解せしめたる物を加へ、其の全溶液に鹽酸を加へて微弱酸性となせし後、之れを數時間攪拌せしむれば綠色のインドフェノール分離し來たる。是に於てソーダを以て弱アルカリ性となし、過酸化マンガンを加へ之れを煮沸し酸化せしむ。而して其の溶液を紙上に滴下し赤色の滲出するを期として煮沸を停止し、食鹽を加へ、尙ほ充分注意しつゝ、酸を加へて酸性化し析出せしむ。即ち次の如し。



重亞硫酸アルデハイドは、アルデハイトに亞硫酸ガスを通じ飽和せしめて之れを得。例へば、



斯くして得たるサフランニオンの重亞硫酸アルデハイド化合物二十分につき、百十分の硫化ソーダ、五十分の硫黄、十四分の硫酸銅、四十分の熱湯を加へ百二十度にて十時間加熱作用を與へたる後、冷却し更に多量の熱湯にて溶解し、其の不溶解物を濾し、濾液を適當なる方法を以て處理し、染料を沈澱析出せしむ。

四 海老茶色染料

特許

獨、二〇八、一〇八
英、三一九、五四八
佛、三八二、四一八
米、八六六、九三九
(千九百七年)

製造所

バイエル染料製造株式会社

性質

暗褐色の粉末にして、硫化ソーダ、水に溶解して黒褐色を呈し、ソーダには不溶解。濃硫酸に作用して暗褐色を呈し、水を以て稀釋すれば赤褐色の沈澱を生ず。

製法

十五、八分のパラアミドフェノールと十八分のメタトルイレンダイアミンとを混合し、一千分の冷水に溶解し、十五分のアノニア水(二十%)及び八十分の過酸化マンガンを加へ、之れを攪拌しつゝ、約二時間煮沸せしめたる後、五十分の苛性ソーダ液(二十七%)を加へ、而して其の溶液を濾し、其の濾液に食鹽及び過剰の鹽酸を加ふれば、アミドオキシトリフェナジンハイドロクロライドは沈澱析出す。依つて之れを濾し、其の全部を六百十分の硫化ソーダ液(四十二%の Na_2S を含有する物)と八十分の硫黄とを加へて徐々に加熱し、其の水分を蒸發せしめ、其の沸點の百三十五度に達せし時より逆流冷却器を裝置せしめ、同温を保ちつゝ、二十時間加熱せしめたる後、乾燥し冷却して粉末となし其のまゝ使用に供するか、又は之れを多量の熱湯に溶解し、其の不溶解物を濾過し、濾液を適當なる方法に處理し、染料を沈澱析出せしめ使用に供す。

本染料を以て木綿を染色せし物は、アミドオキシフェナジンを以て製せられたる染料よりも其の堅牢度に於て遙かに勝れり(本法はカセラ社の特許權にしてバイエル社に其の製造權を譲り渡せるものなり)

アミドオキシトリフェナジンは左の如し。



アミドオキシトリフェナジン

五 海老茶色染料

特許

獨、一七一、一七七
佛、三六一、六〇八
米、八一八、九八〇
製造所
マイスター、ルーチエス、ウインド、アルーニング
染料製造會社

性質

硫化ソーダ浴にて木綿を暗赤色乃至赤紫色に染色し得。

製法

八十三分の硫化ソーダ、三十八分の硫黄、七分の硫酸銅、十五分のアジン(詳細は下記す)十五分の水を混じ、百二十度乃至百四十度にて十二時間乃至十五時間加熱せしめ其のまゝ使用するか、又は精製法を行ひたる後使用に供す。

海老茶色染料

備考 一般の梅老茶色染料製造に當り、其の原料にアミド基の含まれたる物は帯青色の物を得。高熱を以て作用せしむれば暗色を帯ぶ然れども其の色相は低熱を以て作用せしめたる物よりも遙かに堅牢なり。一般に鮮明なる色合の染料を得んと欲する場合には、逆流冷却器装置の釜にて比較的低温にて長時間加熱せしむるを可とす。

アジン(イ)(ロ)(ハ)(ニ)(ホ)(ヘ)及び(ト)(チ)(リ)(ケ)(コ)(サ)を意味す。

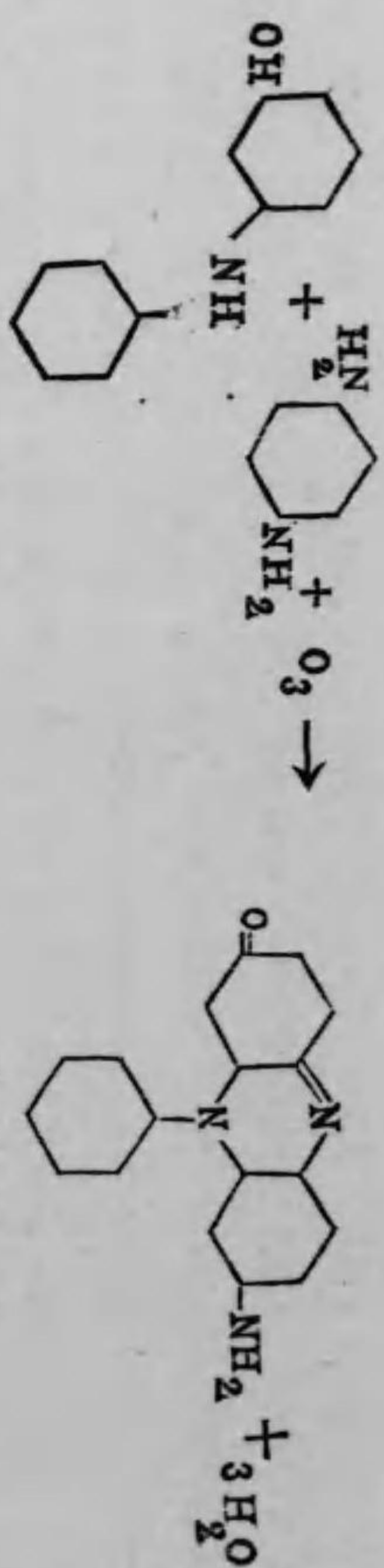
(イ) 三アミド六オキシフェナジン(百〇四インメツアルボルドウ参照)を以て、本法により製せられたる染料は木綿を暗赤色に染得。其の色合はインメツアルボルドウよりも赤色を帯ぶ。硫化ソーダ及び苛性ソーダ液に溶解し赤褐色を呈す。

(ロ) 三アミドニメチル六オキシ(フェナジンアミドオキシトリフェナジン百〇七海老茶染料参照)を原料に用ひ、本法にて製せられたる染料は第百〇七法にて製せられたる物よりも赤色を帯ぶ、硫化ソーダ、苛性ソーダ液に溶解せしめて黄褐色を呈す。

(ハ) 三、アミド六オキシNフェニールアジン(サフランニオン)を原料とし、本法に依り製せられたる染料は硫化ソーダ液にて木綿を紫赤色に染色し得べく、硫化ソーダ、苛性ソーダ液等に溶解せしめて赤紫色を呈す。

三、アミド六オキシNフェニールアジンは次法にて製せらる。
一分子量のメタオキシダイフェニラミン(百〇四参照)と、一分子量のパラフェニレンジアミンと、其の弱酸性液にて過酸化マンガンと共に酸化せしめたる後、アルカリ性となし濾し、濾液に食鹽及び鹽酸を加へてサフランニオンを沈澱拆せしめ、之を濾過、乾燥せしむ。

(ニ) 三、六、ダイオキシNフェニールアジンを原料となし、本法に依り製せられたる染料は硫化ソーダ液にて木綿を赤紫色に染得べく、硫化ソーダ又は苛性ソーダ液に溶解せしめて赤紫色を呈す。三、六、ダイオキシNフェニールアジンはサフランニオンと稱す。(百〇四参照)

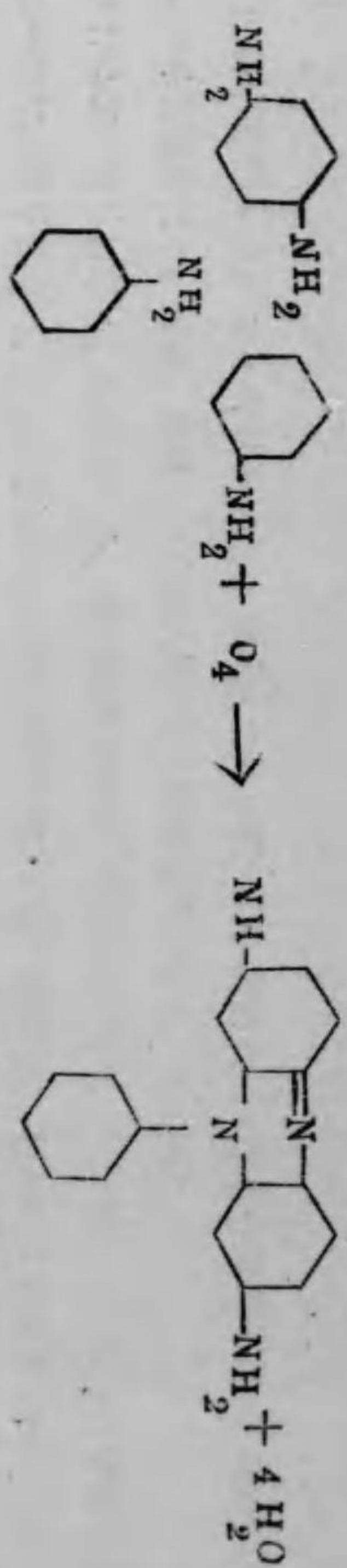


(ホ) 二、メチル三、アミド六オキシNエチルアジン(エチルサフランニオン)を原料として、本法に依り製せられたる染料は硫化ソーダ液にて木綿を暗褐色に染色し得べく、硫化ソーダ液に溶解せしめて黄褐色を、苛性ソーダ液に溶解せしめて赤色を呈す。

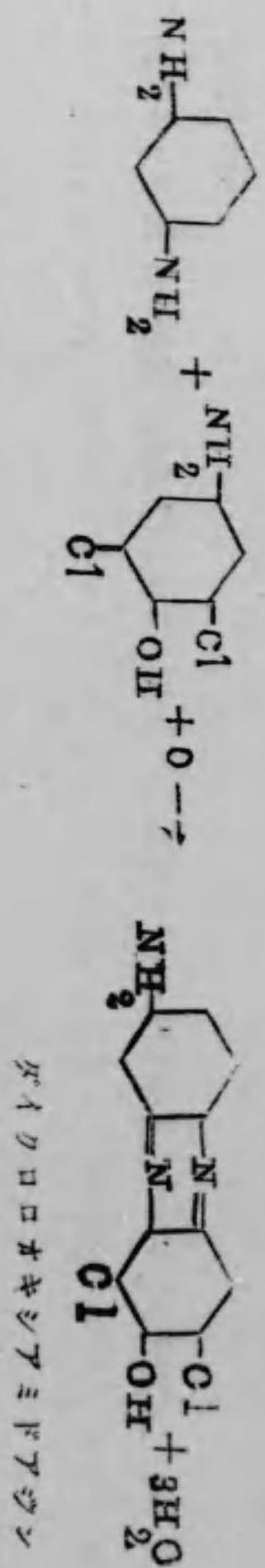
(ハ) フェノサフランニオンを原料となし、本法にて製せられたる染料は硫化ソーダ液にて木綿を赤紫色に染色し得。硫化ソーダ液に溶解せしめて紫色を呈す、フェノサフランニオンは左の方法にて製せらる。

十一分のパラフェニレンジアミンを百分の冷水に溶解せしめ、二十分のアニリンを三分の鹽酸と百分の冷水とに溶解せしめたる物を混合し、之れに十分の過酸化満俺を加へ能く攪拌し、徐々に綠色沈澱を生ず、全く綠色沈澱の生じ終りたる後之れを加熱し、沸騰せしめ、綠色沈澱の赤色に變化したる後、之れを濾し、濾液に食鹽を加へてフェノサフランニオンを沈澱せしめ、濾過、乾燥して使用に供す。(獨特逸許一七七、七〇九)

ハロゲン化合物のフェナジンを本法の如く處理せしむる際も亦、暗赤色乃至紫赤色染料を得。(獨乙特許一七四三

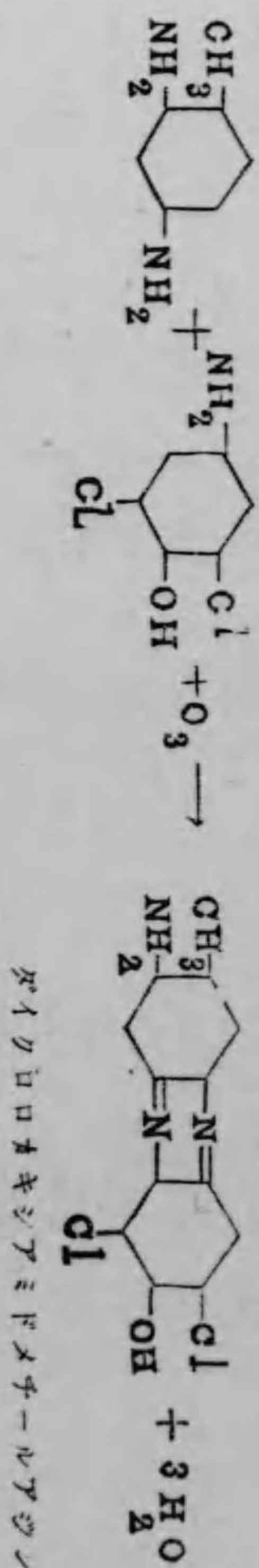


(ト) ダイクロロパラアミドフェニール又はダイクロロパラナイトロソフェニールとメタフェニレンダイアミンとの混合物を過酸化マンガンにて酸化せしめて得たる二、四ダイクロロ、三オキシ六アミドアジンを原料とし、本法に依り製せられたる染料は苛性ソーダに溶解せしめて褐赤色を呈し、硫化ソーダに溶解せしめ暗赤色を呈す、綿を暗赤色に染色し得。

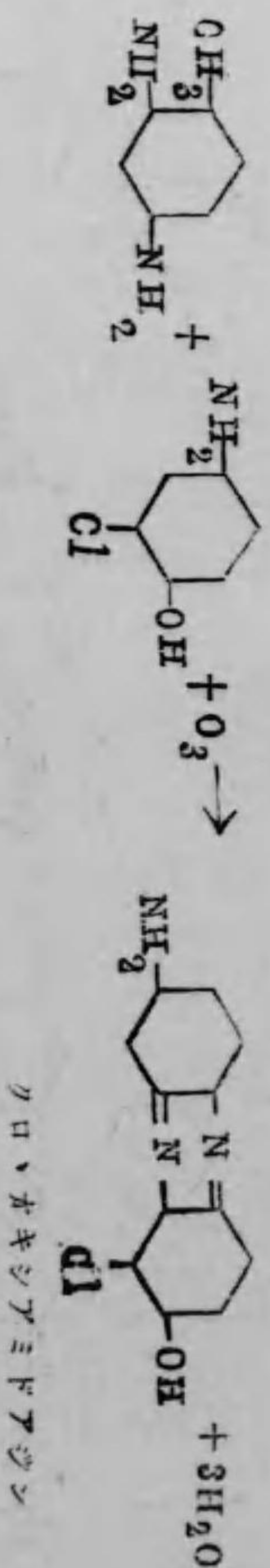


(チ) ダイクロロ、パラアミドフェニールとメタトルイレンダイアミンとの混合物を、過酸化マンガンにて酸化せしめて得たる二、四ダイクロロ、三、オキシ六アミド七メチルアジンを原料となし、本法にて製せられたる染料は苛性ソーダに溶解せしめて黄褐色を呈し、硫化ソーダに溶解せしめて何れも黄褐色を呈し、硫化ソーダ液にて木綿を暗赤色に染色し得。

(リ) モノクロ、パラアミドフェニールとメタフェニレンダイアミンとの混合物を、過酸化マンガンにて酸化せしめて得たる三、オキシ四クロロ、六アミドアジンを原料とし、本法にて製せられたる染料は苛性ソーダ液に溶解せしめて黄褐色を、



硫化ソーダ液に溶解せしめて褐赤色を呈し、同液にて木綿を暗赤色に染色し得。

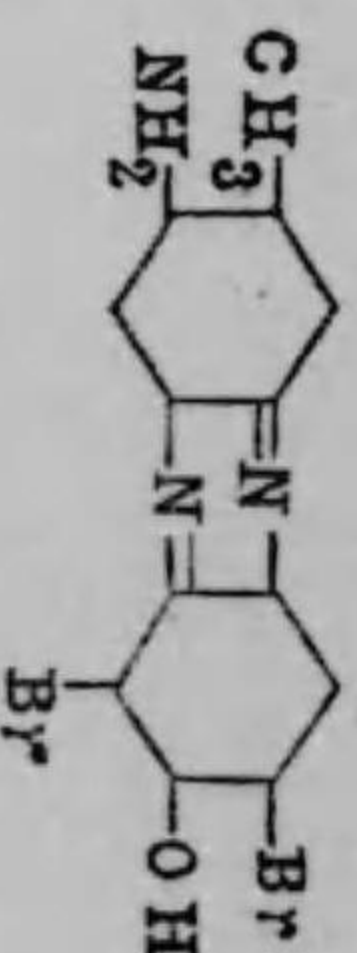
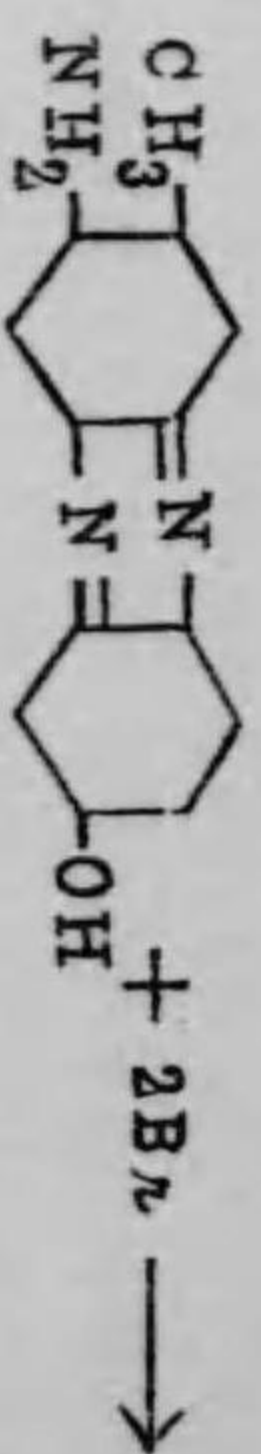


(ヌ) ダイプロモ三オキシ六アミドメチルアジン即ちダイプロモアミドオキシトリフェナジンを原料となし、本法にて製せられたる染料は苛性ソーダ液に溶解せしめて赤紫色を呈し、硫化ソーダ液にて櫻紅色を呈し、同液にて木綿を赤紫色に染色し得。

ダイプロモアミドオキシトリフェナジンは次の方法にて製せらる。

四十五分のアミドオキシトリフェナジンを百分の濃硫酸に溶解せしめ、三十二分のアローミンを攪拌しつつ、加へ之れを蒸発乾燥せしめ、其の乾燥物を苛性ソーダ水に混合し中性となしたる後、之れを濾し其のまゝ、使用に供す。

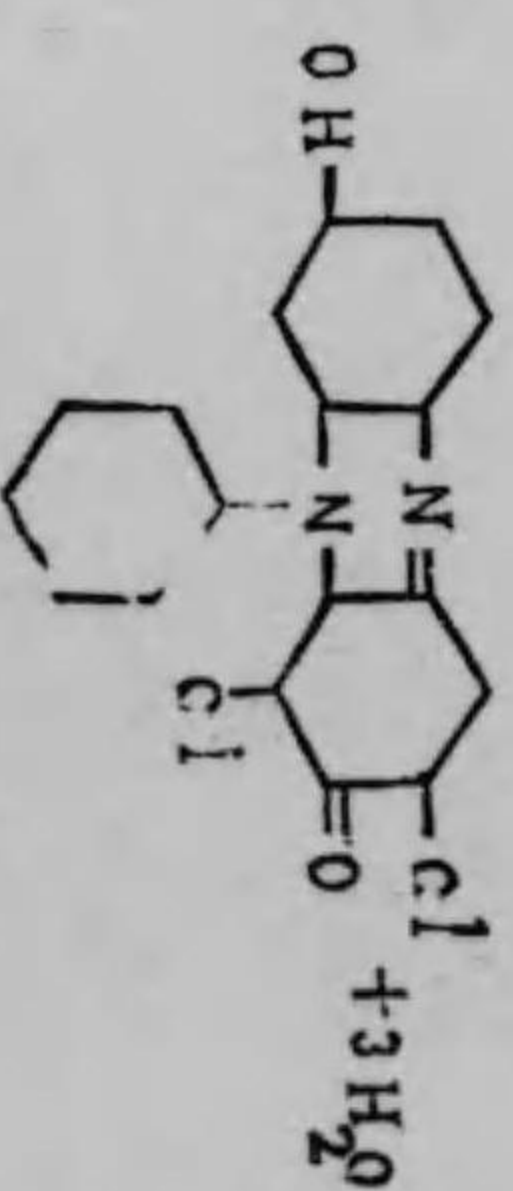
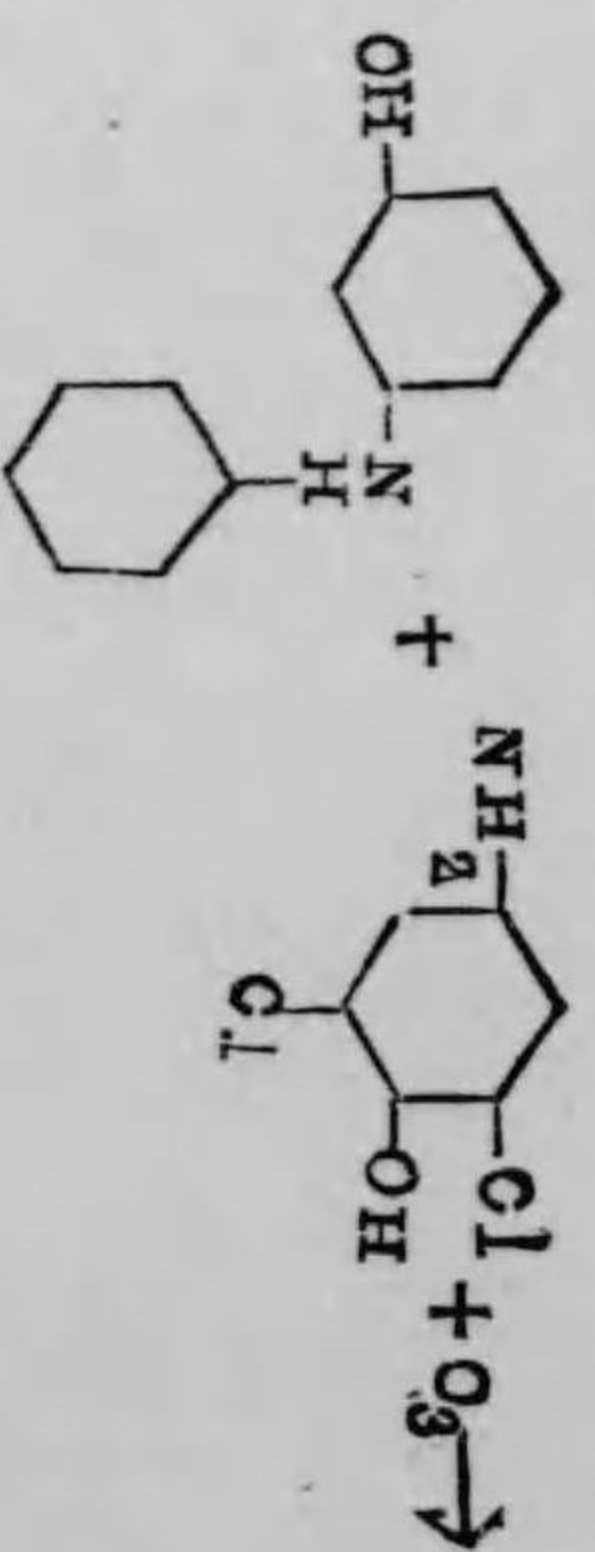
(ル) 二、四ダイクロ、三、六ダイオキシNフェニールアジン即ち二、四ダイクロソフランノールを原料となし、本法にて製せ



ダイプロモサフランニールフェニル

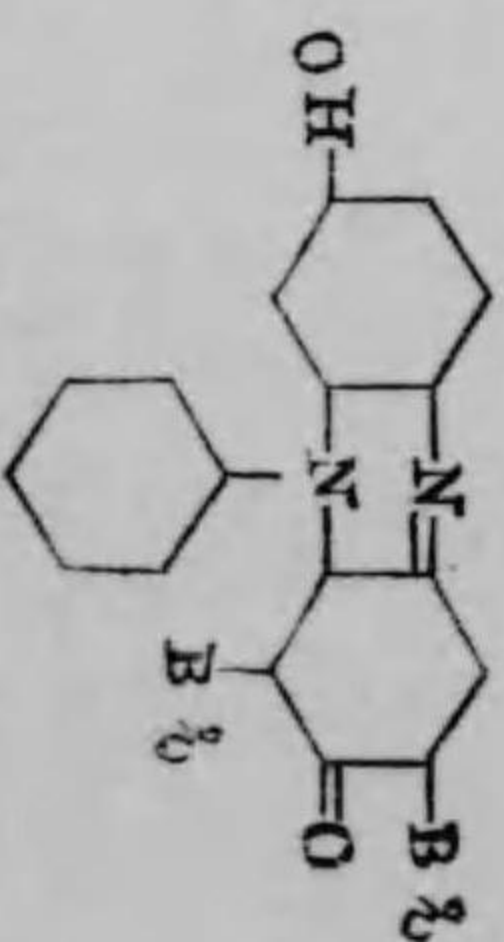
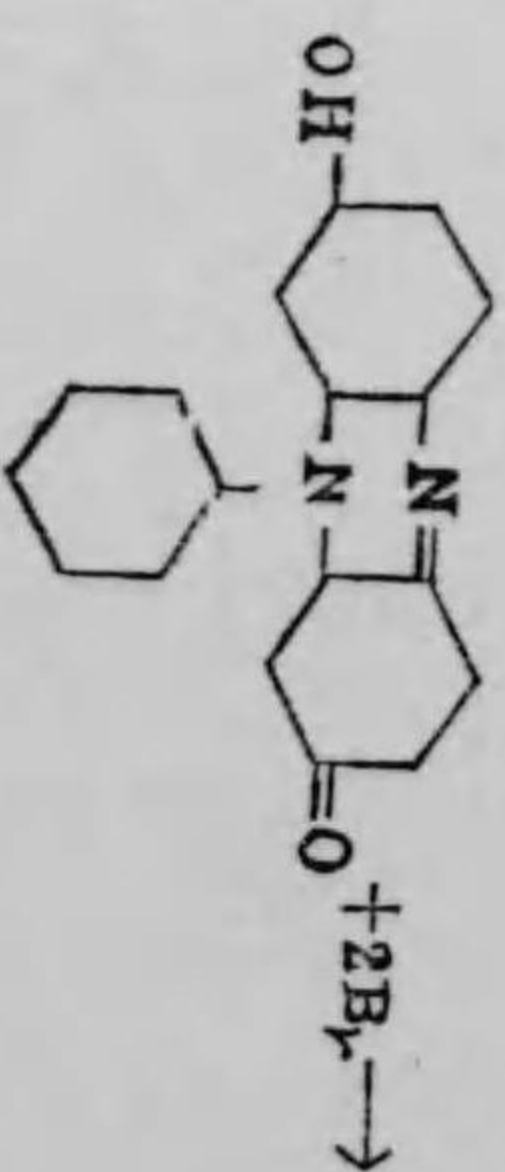
られたる染料は苛性ソーダ液に溶解せしめ赤紫色を呈し、木綿を赤紫色に染め得。

二、四ダイクロ、サフランニールはメタオキシダイフェニラミンとダイクロ、パラアミドフェニールとを酸化せしめて得らる。(百〇四参照)



ダイクロサフランニール

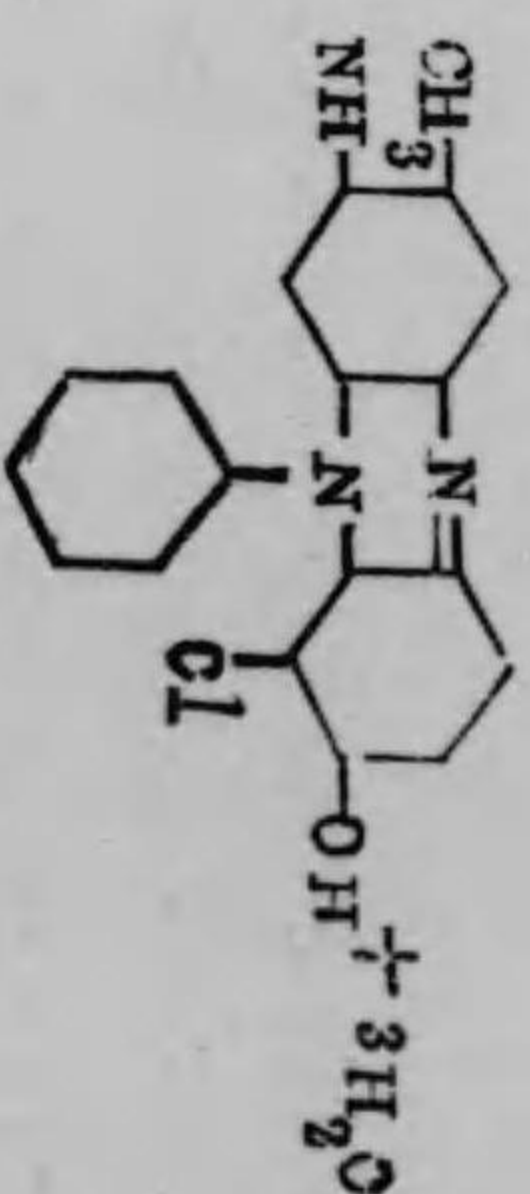
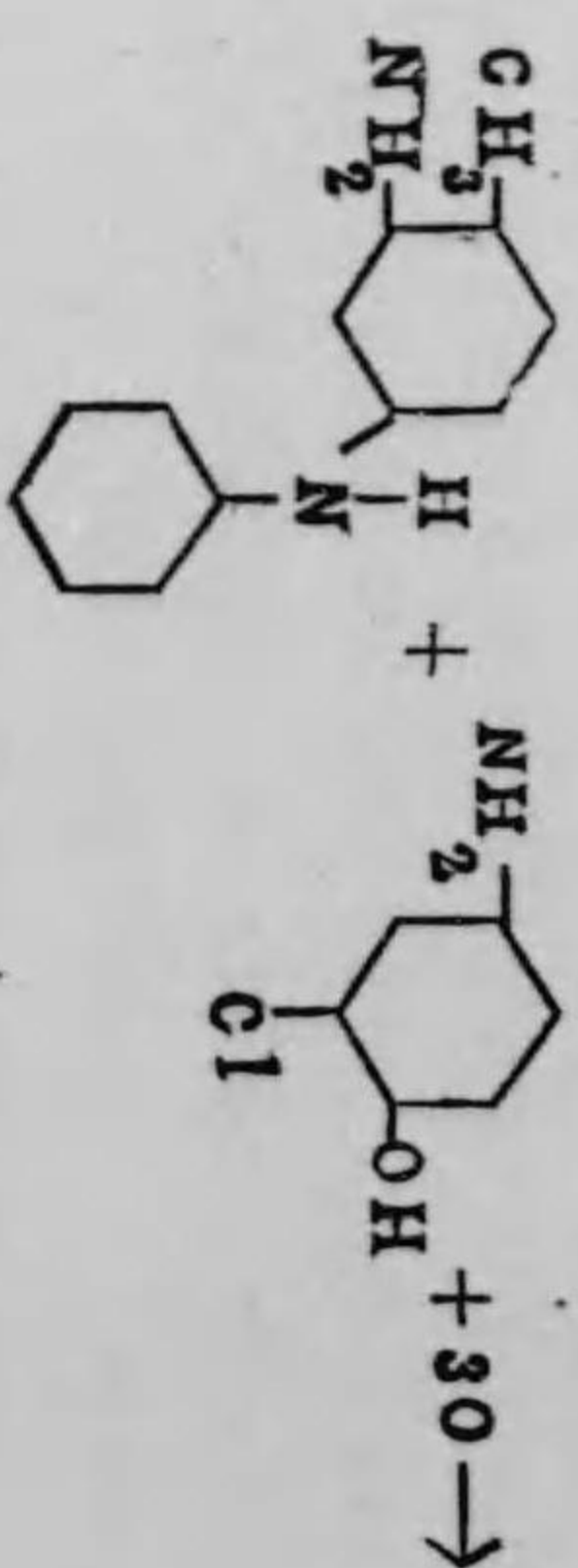
(オ) 二、四、ダイクロ、サフランニールに代ふるにダイプロモサフランニールを使用せしむる際も同結果を得。ダイプロモサフ



ダイプロモサフランニール

ラニールは一分子量のサフランニールの鹽酸溶液に二分子量のブローミンを作用せしめて得らる。

(ツ) メチールアミドダイフェニラミンとモノクロロパラアミドフェニールとを酸化せしむれば三、オキシ、四クロ、六アミド七メチールニフェニルアジンを得。



モノクロロオキシアミドメチールニフェニルアジン

之れを原料となし、本法に依り製せられたる染料は苛性ソーダ、硫化ソーダ液に溶解せしめて赤色を呈し、木綿を純海老茶色に染色し得。

既記せし(ト)(チ)(リ)(ヌ)(ル)(オ)(ツ)を其原料となし、其十分と硫化ソーダ四十分とのみを以て百十度乃至百四十度にて間數時加熱するも類似の染料を得。此の場合に前記せし物よりは何れも鮮明度を缺き暗色を帯ぶ。(獨逸特許一八一、三二七)

六 海老茶染料

特許 獨、二〇七、〇九六
佛、三八七、一二〇六
製造所 伯林アニリン染料製造株式會社

性質

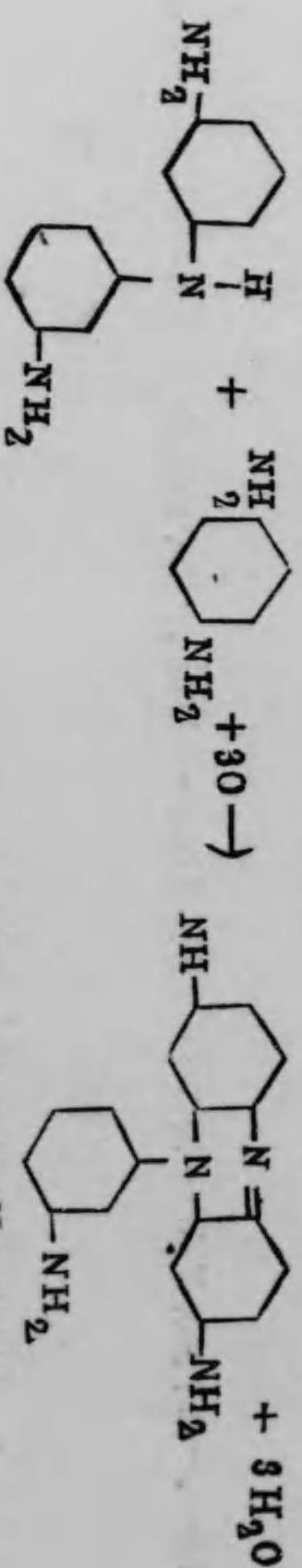
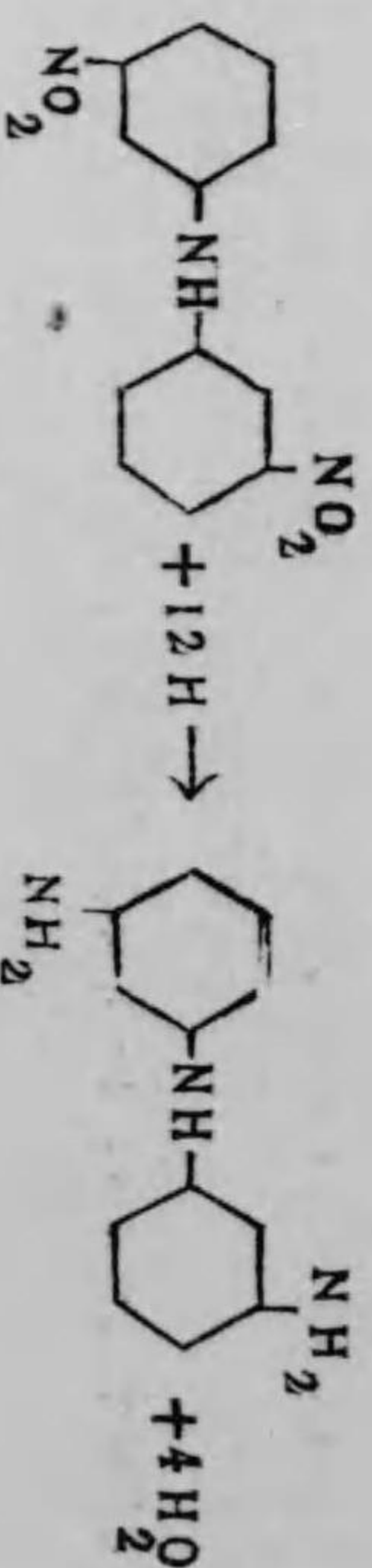
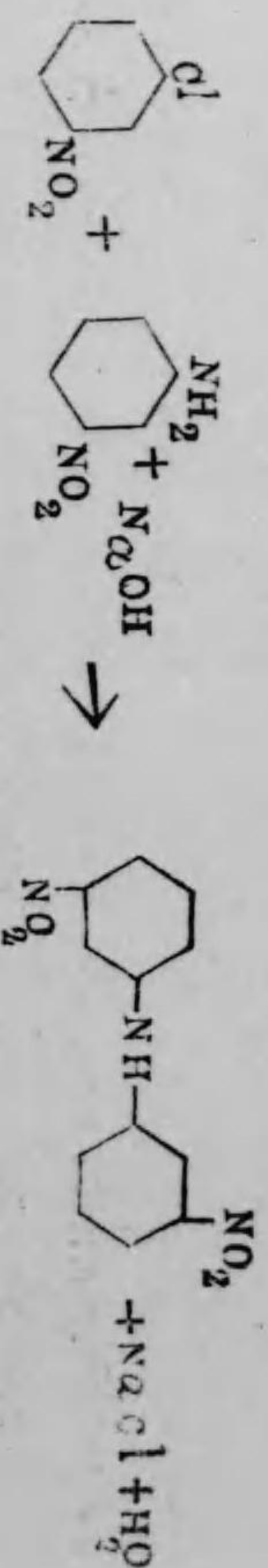
硫化ソーダ浴にて木綿を海老茶色に染色し得。

製法

百十七分の硫化ソーダ、四十七分の硫黄、八十分の水、十三分の硫酸銅及び十一分の三、六、ダイアミドNメタアミドフェニルアミンを混じ、逆流冷却器の装置ある釜にて百四十度にて廿六時間加熱したる後、其融化物を熱湯に溶解せしめて不溶解物を濾し、濾液に鹽酸を加へて染料を沈澱析出せしめ、濾過し洗滌し乾燥して使用に供す。

三、六ダイアミドNメタアミドフェニルアミンは次の方法にて製せらる。

分子等量のメタナイトロ、クロ、ベンゾールと分子等量のメタナイトラニン又はメタフェニレンジアミンと醋酸ソーダ又は苛性ソーダの存在にて、數時間煮沸變化を與ふれば、メタダイナイトロフェニラミン又はメタアミドメタナイトロダイフェニラミンを生ず。次で鐵粉及び鹽酸を以て、其硝酸根の全部をアミド根に還元せしむればメタダイアミドダイフェニラミンを得。メタダイアミドダイフェニラミンをパラフェニレンジアミンと共に過酸化マンガにて酸化せしむれば三、六ダイアミドNメタアミドフェニルアミンを得。即ち左の如し。



三、六ダイアミドNメタアミドフェニルアミン

七 海老茶色染料

特許 獨、一六一、五一六
製造所 ガイギー化学染料製造會社

性質

硫化ソーダ、苛性ソーダ液に溶解して暗褐色を呈し、アンモニヤ、ソーダ液等には溶解困難、黄橙色を呈し黄色の螢光を呈す。硫酸に溶解せしめて橙色を呈す。

海老茶色染料

製法

十六分の硫黄、十七、五分のレゾルシン、七、二分のダイメチルアニリンを混合し、逆流冷却器の装置を以て二百度にて二時間加熱作用を與へたる後、冷却せしめ其のまゝ使用に供す。
過剰のアニリンを使用する際は帯赤色の染料を得。此の場合は螢光の度強し。

八 海老茶色染料

特許

獨、一六〇、三九五

製造所

マイスター、ルーチユース、ウインド、アルーニンゲ染料製造株式会社

性質

水に不溶解、アルコールに稍々溶解して暗赤色を呈し、苛性ソーダ及び硫化ソーダに溶解して暗赤色を呈し、木綿を暗赤色に染色し得。

製法

三十二分の硫黄、十七、五分のレゾルシン、十五、五分のフォーマニリツド、十分のグリセリンを混合し、百八十度にて五時間加熱作用を與へたる後、冷却せしめて其のまゝ使用に供す。

備考 フォマニリツドに代ふるにフォーミールトルイザン、フォーミールベンザザンを代用するを得 尙ほレゾルシンとダ

イカルソトリールとの混合物又はレゾルシとアンハイドロパラアミドベンザールアルコールとの混合物を、硫黄のみを以て高熱に作用せしむる際も同結果を得。

尙ほ又、ナイトロトルオールサルホニツク酸ソーダ、デハイドロチオトルイザンサルホニツク酸及びクロ、ダイナイトロベンゾールとの三者の混合物を、硫化ソーダ及び硫黄と共に加熱作用せしむる際も海老茶色を得。

紫色染料製造法

一 紫色染料

特許 獨、一一三、三三五
英、四、八一八 (千八百九十九年)
佛、二八七、六八二

製造所 舊バイエル染料製造株式會社

性質

水に不溶解。苛性ソーダ、硫化ソーダ、溫液に溶解し青色乃至赤褐色を呈す。濃硫酸に暗紫色を呈す。還元浴にて木綿を紫色に染色し得。

製法

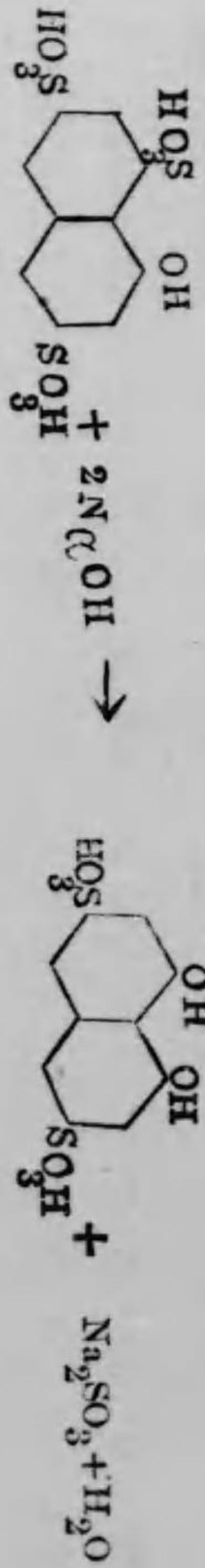
六十分の硫化ソーダと六十分の硫黄とを百十度にて融解せしめし中へ、三十分の一、八、ダイオキシナフタリンダイサルホニツク酸を加へ、二百度乃至二百十度にて四五時間加熱せしめし後、之れを密閉して更に二百四十度にて二三時間加熱し、冷却せしめ、粉末となし、適量の熱湯中に煮沸して其の不溶解物を濾し、濾液に食鹽又は鹽化亞鉛を加へ、染料を沈澱せしめ後に之れを濾し、乾燥して使用に供す。

一、八ダイオキシナフタリン、三・六ダイサルホニツク酸は普通クロモドロップ酸と稱し、多量にアソ染料の製造用に使用せ

紫色染料

硫化染料製造法

らる。アルフワナフトール三、六、八ツライサルホニツク酸を苛性ソーダと共に三百度に融化して得らる。



尙ほ一、八、ダイオキシシ三・六ダイサルホニツク酸に代ふるに、ベタアミド一、八ダイオキシシナフタリン四モノサルホニツク酸
或はベンセンアツ一、八、ダイハイドロオキシシナフタリン二、四、ダイサルホニツク酸等を使用する事を得。

本染料は、普通苛性ソーダ及びケルコースの如き還元剤に依り還元せしめて染色を行ひ、硫化ソーダ浴にて染色せし物よりも鮮明なる紫色を得。

二 紫色染料

性質

石炭酸に溶解して紫色を、メタナフトールにて青色、硫酸にて青色を與ふ、硫化ソーダ浴にて木綿を紫色に染色し得、其の染色は特に鹽素の作用に對し堅牢なり。

製法

十分のオキシダイナイトロダイフェニラミン、五十乃至六十分のアルコール、十八分の四硫化ソーダ（ S_2S_4 ）を混合し、之を密閉加壓釜にて三四時間、百三十五度乃至百四十五度にて加熱作用を與へ冷却せしめ、アルコールを分離して其の残渣を乾燥す（分離せられしアルコールの精製を行へば褐色硫化染料を得）。乾燥せられたる粉末は硫化ソーダ浴にて木綿を暗紫色乃至黒青紫色に染色し得。而して本染料を少量の水と混合し、三四倍量の過酸化水素を加へ之れを攪拌しつゝ加熱せしめ、所望の紫色を得るに至らば之れを濾過乾燥して使用に供す。過酸化水素に代ふるにオゾンに以て處理するも同結果を得。本工程たるや、染料中に構成せられたる NH_2 根を放棄するものならん。

オキシダイナイトロダイフェニラミンに代ふるに、ダイメチルパラフェニレンダイアミン及びアミドフェニールより得たるインドフェニールを以てせしむる際は美麗なる紫色を得。又パラアミドフェニールとパラザイレンロールとの化合物より得たるインドフェニールを二十八分、硫黄三十二分と硫化ソーダ八十分と共に、逆流冷却器を装置せる釜にて百二十度にて十二乃至十六時間、又は其のアルコール溶液となし、四十八時間乃至六十時間、或は密閉加壓釜にて十二時間百二十五度に加熱す、斯くして得たる物は、褐色金屬性光輝を有せる小結晶を形成し、水に可溶性にて紫色を呈し。硫化ソーダを加へて青色に變じ、濃硫酸にて青紫色を呈す。硫化ソーダ浴にて木綿を美はしき紫色に染色し得。

三 紫色染料

性質

特許

獨、一五二、六八九
英、二四、九三〇
佛、三三九、一五六
米、七七九、八六〇
馬獅子アニリンソーダ製造株式会社
(千九百〇三年)

製造所

硫化染料製造法

三〇〇

硫化ソーダに溶解せしめ青紫色を呈し、加熱すれば還元し黄色を呈す。空气中に酸化せしむれば再び復色す。木綿を青紫色に染色し得。硫酸に作用せしめて青色を呈す。

製法

二百四十分の硫化ソーダを二百四十分の熱湯に溶解せしめ、四十分の硫黄を加へたる後、八十分のインドフェノール（ダイクロロパラフェニレンダイアミンとフェノールとの酸化に得たる）を加へ之れを煮沸し、水分を蒸發せしめて其の沸點の百二十度に達せし時より逆流冷却器を装置し、數時間之れを加熱して全く染料の構成を終りたる後、多量の熱湯中に煮沸溶解し、其の不溶解物を濾過し、濾液に通風して染料を沈澱せしめ、濾過、洗滌、乾燥して使用に供す。

（インドフェノールの製法は青色染料製法に於て詳記せり）

インダミン（パラフェニレンダイアミンとパラアミドモノメチールオルソトルイジンチオサルホニツクと酸の酸化に依り得たる）三十分を、七十分の硫化ソーダ及び二百分の熱湯と共に溶解したる後、十分の硫黄を加へて逆流冷却器を装置し、之れを百二十度にて廿四時間煮沸したる後、温湯に溶解せしめ其の不溶解物を濾し、濾液に通風して染料を沈澱せしめ、濾過、洗滌、乾燥せしむ。硫化ソーダ浴にて木綿を青紫色に染色し得。染色後に酸化剤を以て処理すれば赤色を増加す。尙ほ又、其染色はダイアソチ化し顯色するを得べし。

四 紫色染料

特許 佛、三八七、一二〇
製造所 伯林アニリン染料製造株式会社

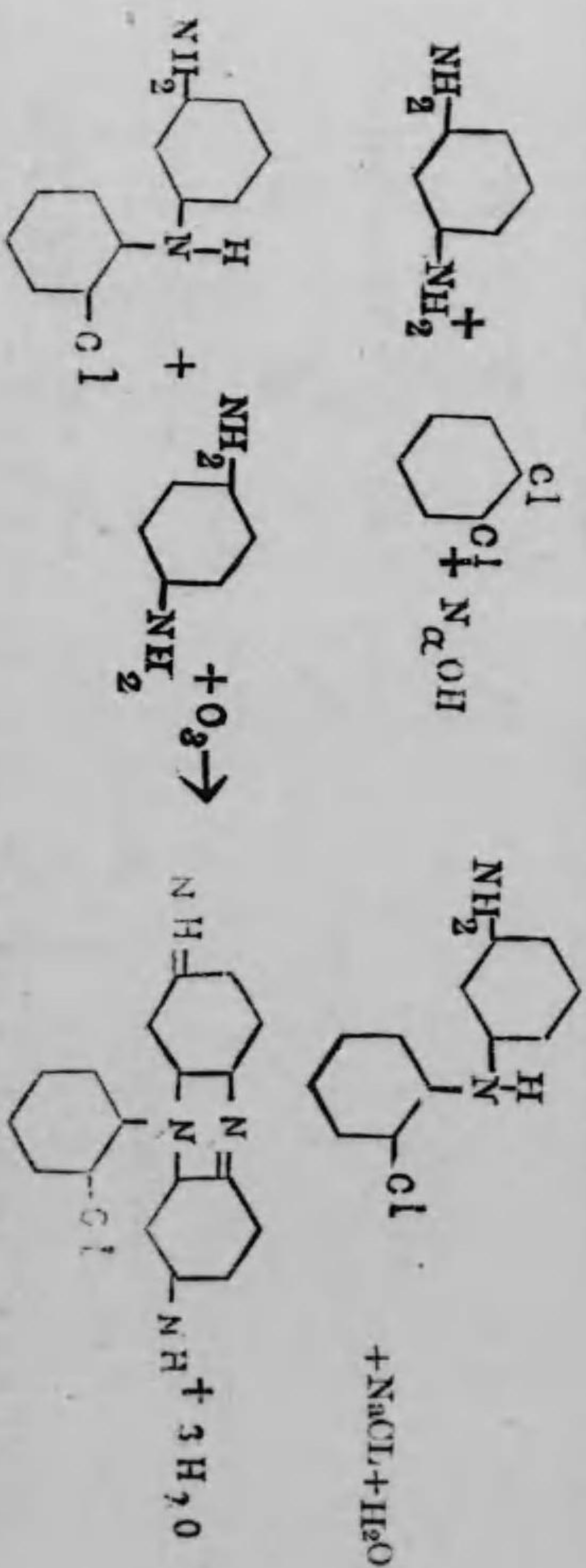
性質

硫化ソーダ浴にて木綿を帯赤紫色に染色し得。

製法

八十八分の硫化ソーダ、三十三分の硫黄、六十分の水、十三分の硫酸銅、十分の三、六ダイアミドN、オルソツクロ、フェニールアミンを混合し、先づ百四十度に達するまで水分を蒸發せしめ、後同温を保ちつゝ三十六時間煮沸作用を與へたる後、多量の熱湯にて溶解し其の不溶解物を去り濾液に鹽酸を加へ、染料を沈澱せしめ之れを濾過し洗滌し乾燥せしむ。

三、六ダイアミドN、オルソツクロ、フェニールアミンは、メタフェニレンダイアミン（分子等量）とオルソツクロロベンゾール（分子等量）及び醋酸ソーダとを其のアルコール溶液にて煮沸變化を與へて得たるクロ、アミドダイフェニラミンを、パラフェニレンダイアミンと共に過酸化マンガんに依り酸化せしめて得たるインダミンを煮沸せし物なり。



三・六・ダイアミドN、オルソツクロノフェニールアミン

紫色染料

三〇一

五 紫色染料

チオゲンバイオ
レットV、B、R

特許
製造所

獨、一六八、五一六
英、一〇六、二六九
佛、三五〇、〇八六
米、七七八、七一三
（千九百〇四年）
マイスター、ルーチエリス、ウインド、ブルニー
ンゲ染料製造株式會社

性質

硫酸に溶解せしめて紫色を、硫化ソーダにて紫色を呈す、

製法

三十分の硫黄を百十五度乃至百二十度に融解せし中へ、十分のフェノサフランニロン（三オキシ、六アミドNフェニールアジ
ン参照）を加へて百九十度にて數時間加熱作用を與へ、充分色素の發色せし後、加熱を停止し、冷却して粉狀となし其のまゝ使用
に供す（チオゲンバイオレットV）、又八十分の硫化ソーダ、十分の硫黄、五十分のチチゲンバイオレットV、五十分の熱湯とを混
じ逆流冷却器の裝置ある釜にて二十時間百三十五度にて加熱せしめたる後、加熱を停止して熱湯を加へ、染料を溶解せしめて其
の不溶解物を濾過し、濾液に鹽酸を加へ染料を沈澱せしめ、之れを濾過、洗滌、乾燥して使用に供す（チオゲンバイオレットB
獨逸特許一七七、四九三）、又三十二分の硫化ソーダ、四分の硫黄、二分の硫酸銅、二十分のチオゲンバイオレットV、三十分の
熱湯を混じ、逆流冷却器裝置にて十七時間百三十五度乃至百四十五度にて加熱作用を與へたる後、少量の熱湯を以て染料を抽出
し濾し、濾液に鹽酸を加へ染料を沈澱せしむ（チオゲンバイオレット 特許獨逸一七九、九六〇、英一四、五四三（千九百五年）佛
三六一六〇八、米八一八九八〇）。

三十分の硫黄、十分のアニリン、十分のサフランノールを混じ百九十度にて三時間加熱せしめたる後、二百四十度にて尙ほ二
時間加熱し、冷却粉末となして五十分の硫化ソーダと五十分の熱湯と共に之れを煮沸溶解せしめ、其の不溶解物を濾し、濾液
に鹽酸を加へて染料を沈澱せしむ此處にアニリンに代ふるにダイメチルアニリン、又はベンザン等を使用し得べし、（チオ
ゲンバイオレット獨逸特許一七八九八二）

尙ほチオゲンバイオレット中には、三、アミド六オキシNパラトルールラウリン又は三、アミド六オキシNパラダイメチールフ
エニルアゲン等を硫酸銅と共に、或は硫酸銅を加へずして、融化解せし物もあり。

六 紫色染料

特許
製造所 獨、一四四、一五七
カレ染料製造株式會社

性質

水に可溶性にして暗綠色を呈し、苛性ソーダを加へて暗色を増加し、硫酸に溶解せしめて青綠色を呈す。

製法

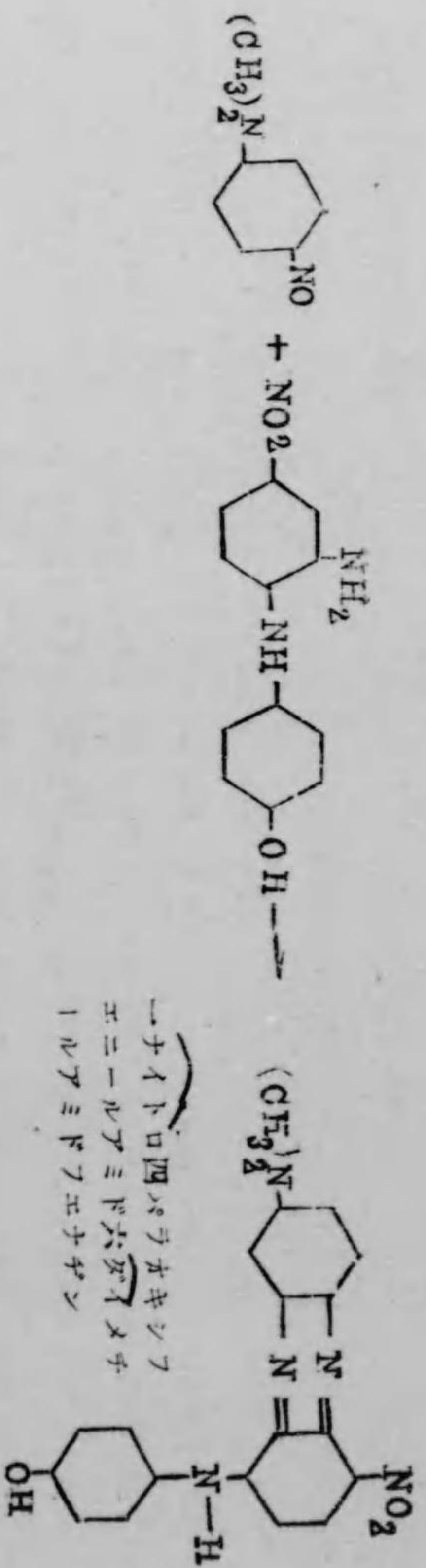
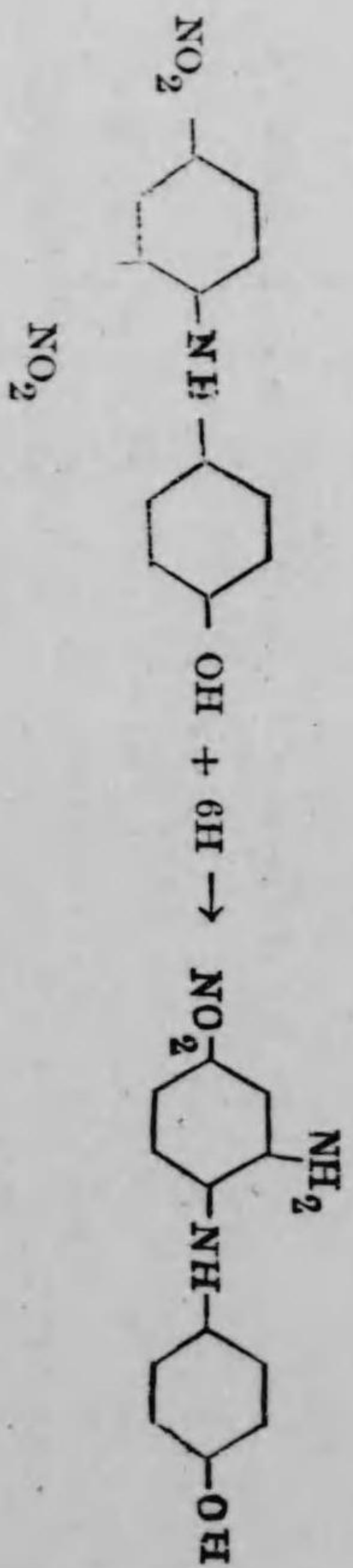
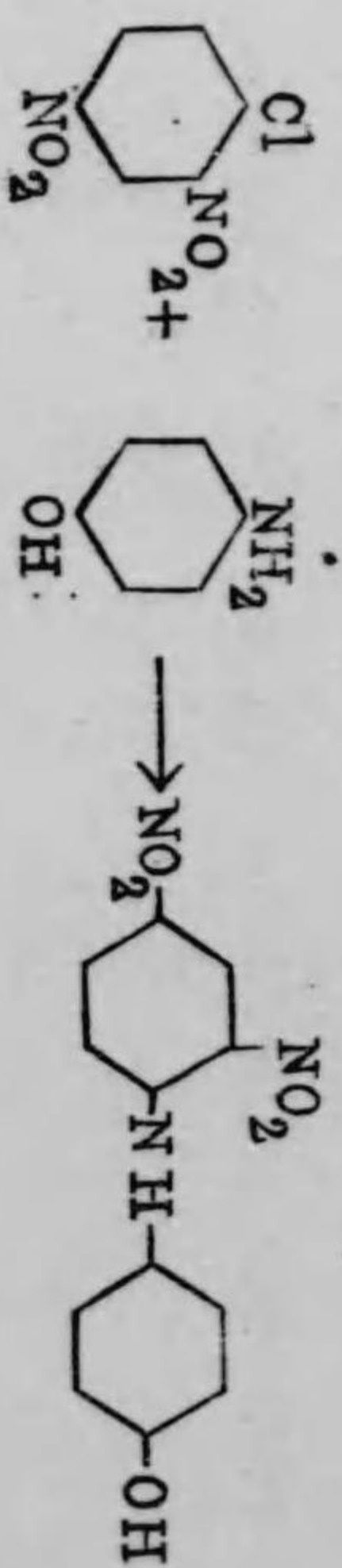
製法四十分の硫化ソーダ、十六分の硫黄、八分の一ナイトロ、四パラオキシフェニールアミド、六ダイメチールアミドフェナウ
ンを加へ、二三時間百三十度乃至百四十度にて加熱せしめ、冷却して其のまゝ使用に供す。

一、ナイトロ四パラオキシフェニールアミド六ダイメチールアミドフェナウンは次の方法にて製せらる。

紫色染料

硫化染料製造法

ダイナイトロクロベンゾールとパラアミドフェノールとを煮沸化合せしむればダイナイトロオキシダイフェニラミンを生ず。次で鐵粉及び鹽酸を以て此の硝酸根の一部を還元せしむればパラナイトロオキシアミドダイフェニラミンを生ず。之れをパラナイトロソダイメチルアニリンと共に其のアルコール溶液にて數時間逆流冷却器装置下に加熱せしむれば、一ナイトロ四パラオキシフェニルアミド六ダイメチルアミドフェナジン生ず。即ち次の如し。



一ナイトロ四パラオキシフェニルアミド六ダイメチルアミドフェナジン

七 紫色染料

特許

製造所
 英、一五二、三七三
 佛、三一九、九七三
 米、七三三、三八三
 七九六、四四三
 カレー染料製造株式会社

性質

アルコールに稍々溶解し、硫酸に溶解せしめて青色を呈し、苛性ソーダ冷液には不溶解。硫酸ソーダにて赤紫色を呈し、木綿を赤紫色に染色得

製法

百六十分の硫化ソーダと四十度の硫酸とを豫め融解したる中へ、五十二分のツライオキシフェニルローズインジュリン

紫色染料

二百分の温湯及び二十四分の苛性ソーダ液(ホーメ四十度)を加へ、能く攪拌し徐々に加熱し、百六十度乃至百七十度にて五時間加熱したる後、之れを熱湯に溶解せしめ其の溶解物を濾し、鹽酸を加へて染料を沈澱せしめ、後濾過、洗滌、乾燥せしめて使用に供す、ツライオキシフェニルローズインジュエリンは左法に依り製す。

(一) 二十八、五分のベンゼンアルフワナフチラミンハイドロクロライドと四十分のパラアミドフェノールとを混合し、之れを珪瑯引逆流冷却器の装置ある器に入れ、攪拌しつゝ、百六十度乃至百七十度にて五時間加熱す。

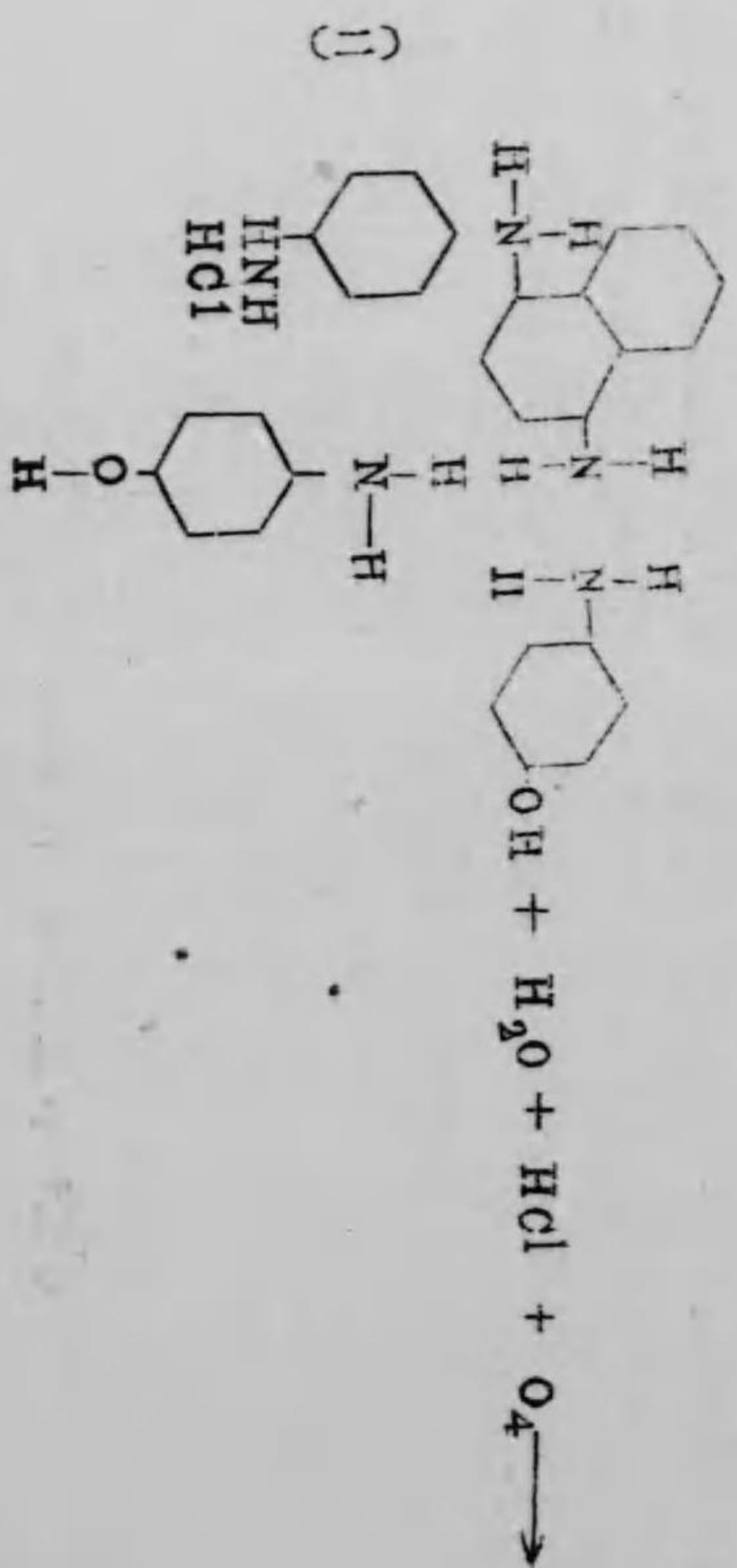
此の加熱變化物を冷却後、稀薄苛性ソーダ液に溶解せしめ、鹽酸を加へてツライオキシフェニルローズインジュエリンを沈澱せしめ、之れを濾過、洗滌、乾燥せしめ使用に供す。ツライオキシフェニルローズインジュエリンは水、ベンゾール及び稀薄酸等には不溶解。アルコール、稀薄ソーダ水等に溶解して赤色を呈し、酸を加ふれば赤色沈澱を生ず。硫酸に溶解して綠青色を呈す。

今ツライオキシフェニルローズインジュエリンの化學的變化につき少しく述べんに、最初ベンゼンアゾアルフワナフチラミンハイドロクロライドは其の加熱作用に依り一、四ナフチレンダイアミンを生ず。故に又、ベンゼンアゾアルフワナフチラミンハイドロクロライドに代ふるに一、四ナフチレンダイアミンを代用し得。又、同時にアルフワナフチラミンのみをも代用し得。然れども之等の場合には其の酸化作用を補助せしむる爲に、パラナイトロフェノール又はパラナイトラニン等を加へざる可からず。又、アルフワナイトロナフタリンのみをパラアミドフェノールと共に融化解せしむるも同結果を得。此の際、パラアミドフェノールはアルフワナイトロナフタリンを還元しアルフワナフチラミンに變化せしむる物と知るべし。即ち左の如し。

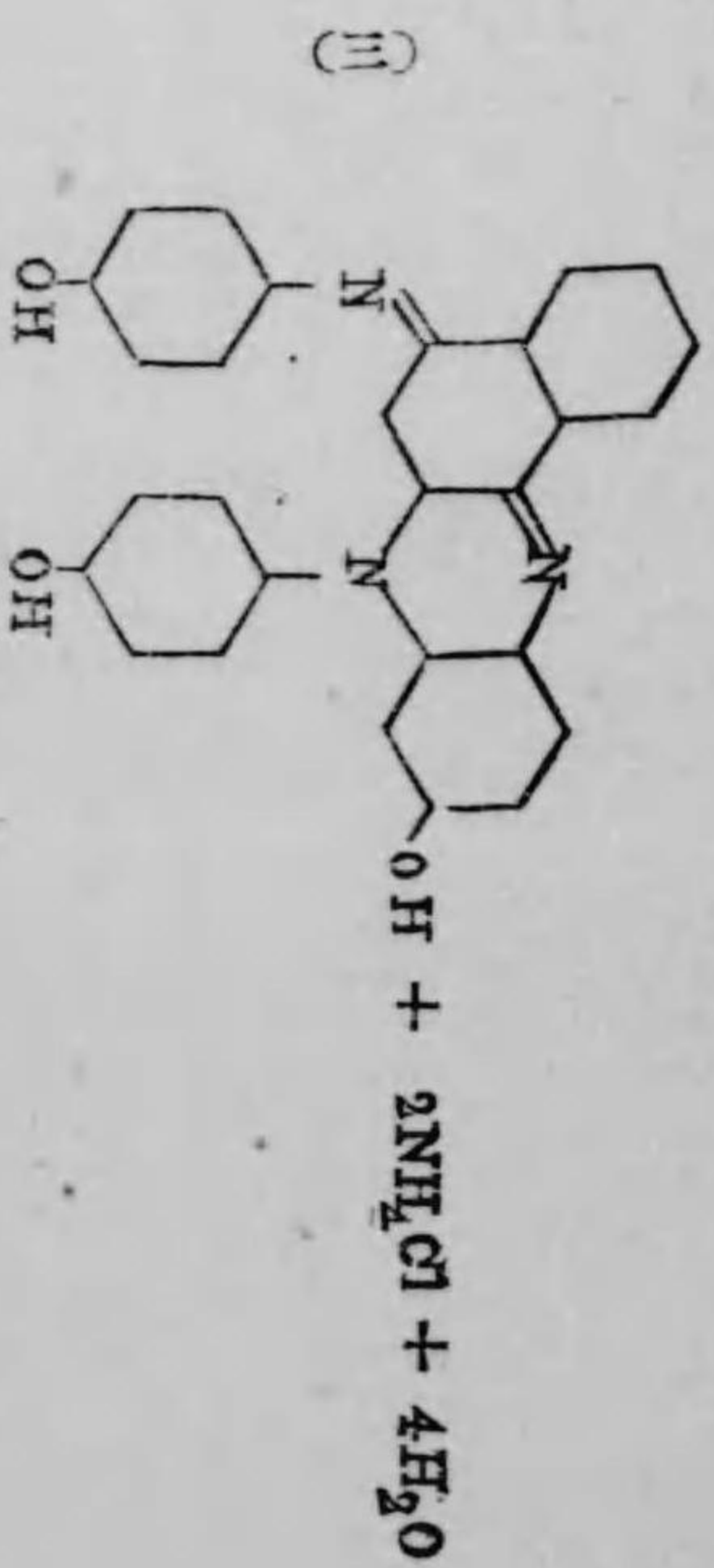
(一) ベンゼンアゾアルフワナフチラミンハイドロクロライドを煮沸せしむれば一、四ナフチレンダイアミンとアニリンハイドロクロライドを生ず。



(二) 之れに二分子等量のバラアミドフェノールを加へ、水と鹽酸と共に煮沸せしむれば、



(三) ツライオキシフェニルローズインジュエリンを生ず。



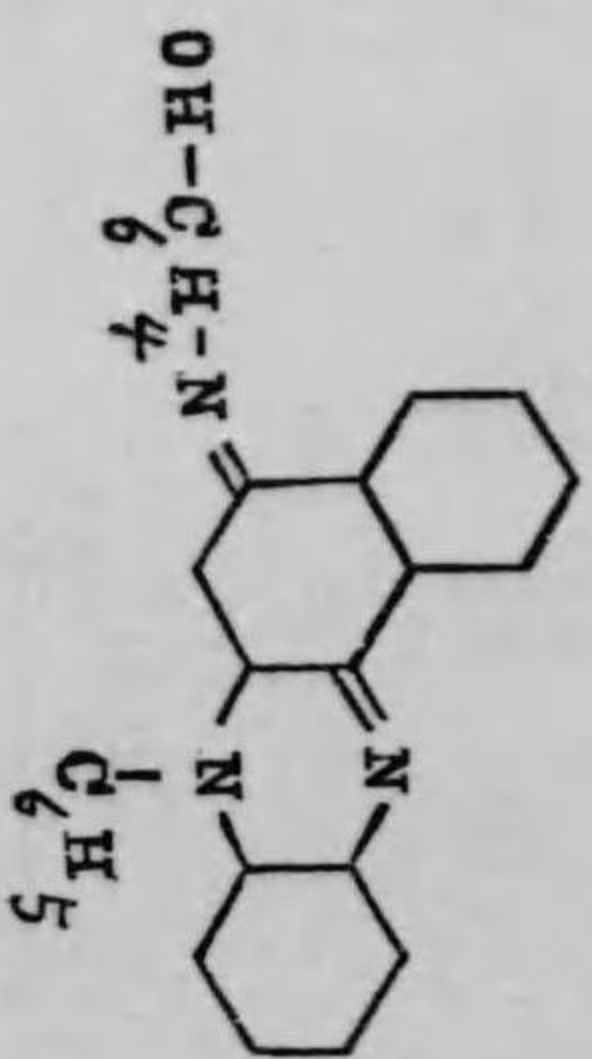
(ロ) 十九分のパラナイトロフェノール、二十分のパラアミドフェノール、十四分のフルアワナフチラミンと十二分の鹽酸を混じり加熱せしむる際も亦ツライオキシフェニールロズインザユリンを生ず。

(ハ) 二十三分のアルフワナイトロナフタリンと 四十分のパラアミドフェノール、十二分の鹽酸を共に前記せし如く加熱す。

(ニ) 二十四、七分ベンゼンアゾアルフワナフチラミン、二十一、八分パラアミドフェノール、十三、八分パラニトラアニリン、三十分濃鹽酸、二十五分の水を共に三時間、百七十度乃至百八十度に加熱せしむる際も亦、ツライオキシフェニールロズインザユリンを生ず。

尙ほ又、オキシフェニールロズインザユリンを以て既記せし如く硫化ソーダ及び硫黄と共に融化せしむる時は、暗赤色を得。

オキシフェニールロズインザユリン。



八紫色染料

特許 獨. 二二〇、六二八
 發見者 ア、スキタ、(カールスルーヘ)

性質

本染料は又鹽基性染料として使用する事を得、タンニン媒染せる木綿を紅色に染色し得べし。硫化ソーダ溶にて木綿を紫色に染得べく、酸化せしむれば紅色に變ず。

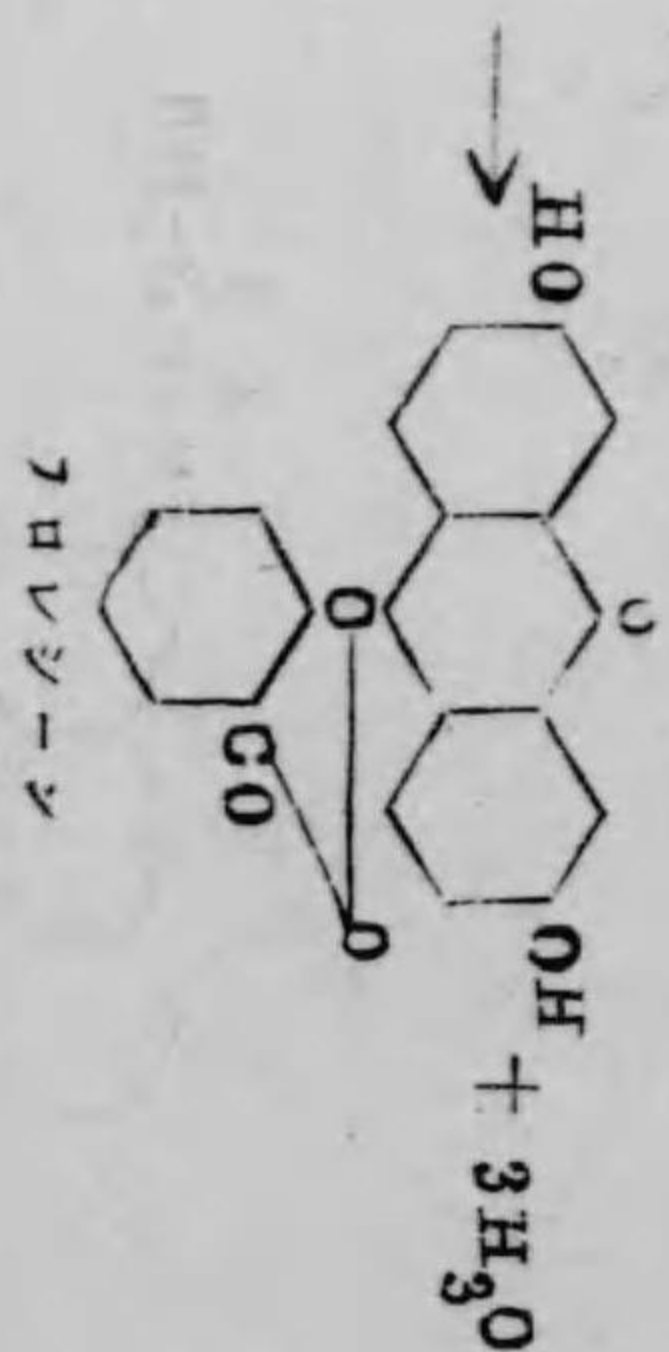
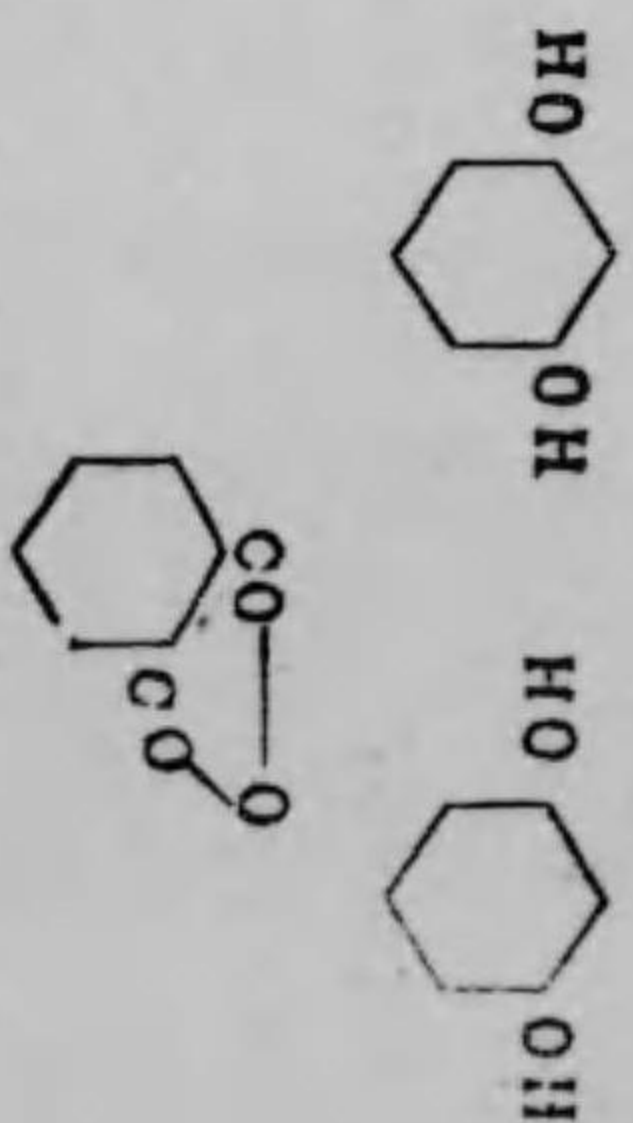
製法

五十分の硫黄を二百五十分の鹽化硫黄を以て溶解したる中へ五十分のフロレシンを加へ、百五十度乃至百六十度にて四時間加熱したる後、相等量の二硫化炭素を混合し、次に苛性ソーダを混合し過剰硫黄を分離し、アルコールを以て不變化フロレシンを抽出せしめし後、之れを百九十度に加熱して乾燥するに至らしめ、其のまゝ使用に供す。

フロレシンは左の方法にて製せらる。

紫色染料

十五分の無水フタリツク酸と二十二分のレゾルシンとを能く混合し、之れを百八十度に加熱せしむ。然る時は此の兩者は融解し液状に變化す。是に於て七分の粉狀鹽化亞鉛を加へ、更に二百十度にて三四時間此の溫度を保ちつゝ加熱せしめ。融化物の全く乾燥固塊せし後、之れを冷却し粉碎し苛性ソーダの稀薄液に溶解せしめ、其の不溶解物を濾し、濾液に鹽酸を加へフロレシオンを沈せしめ、之れを濾し水洗し乾燥せしむ。斯くして得たる物は粗製品にして、尙ほアルコールに溶解し精製法を行ふ。



青色染料製造法

一 青色染料

特許 獨、一一七、一八九
製造所 マイスター、ルーチユース、ウインド、ブル！ニング
染料製造株式會社

性質

濃硫酸に溶解して青綠色を呈し、苛性ソーダに紫紫色を、炭酸ソーダにて青色を、硫化ソーダにて青色を呈し、同浴にて木綿を暗青色に染色し得。

製法

二百五十分の溫湯にて五十分の硫化ソーダ及び七分の硫黄を溶解せし後、二十分の一、八、ダイナイトロナフタリンを加へ、之れを五十度にて二時間作用せしめ其の赤紫色溶液を濾過し、其の濾液に重亞硫酸ソーダ液(トワドル七十五度)二十分を加へて十二時間煮沸せし、水を以て溶解せ、鹽酸を加へて染料を沈澱せしめ、濾過乾燥して使用に供す。

(一八、ダイナイトロナフタリン製法は第五十六褐色染料参照)
クリオゲンブルーB、G、R、等も、亦同法にて製せられたる物なり。

二 青色染料

特許 獨、一一三、三三三
佛、二六九、二二三
製造所 舊バイエル染料製造株式会社

性質

水、ソーダ等には不溶解。硫酸に稍々溶解す。苛性ソーダにて紫青色、硫化ソーダにて黄褐色、ソーダ及び葡萄糖にて還元し褐色を呈す。

製法

百分の硫黄、九十五分の結晶硫化ソーダ、九十五分の熱湯、五十分の一・八ダイオキシナフタリンを混合し、之れを二百四十度加熱し、水中に溶け青色を呈するに至るまで加熱したる後(約十時間)、少量の熱湯を以て煮沸し色素を抽出し、其残渣を濾し、濾液に食鹽を加へて染料を拆出せしめ、濾過、洗滌、乾燥せしむ。

(一、八ダイオキシナフタリンハ褐色染料九十八参照)

尙ほ又、一、八、ダイオキシナフタリンに代ふるに一、八、ダイオキシナフタリン四モノ又は二、四、或は三、六ダイサルホニツク酸を以てする場合も青色染料を得。此の場合には次法に依るものとす。五十分の一、八、ダイオキシサルホニツク酸に苛性ソーダを加へて中性となし、八十一分の硫黄を加へて二百度加熱し、乾燥せしめて之れを密閉し、二百六十度乃至二百七十度にて數時間加熱し、其の融化物が水に溶解して青色を呈するに至らば加熱を停止し、冷却して粉狀となし、少量の熱湯を以て染料を溶解抽出し、其残渣を濾過し(其の残渣は褐色染料として使用せらる)、濾液に鹽化亞鉛を加へ染料を沈澱せし後、濾過、

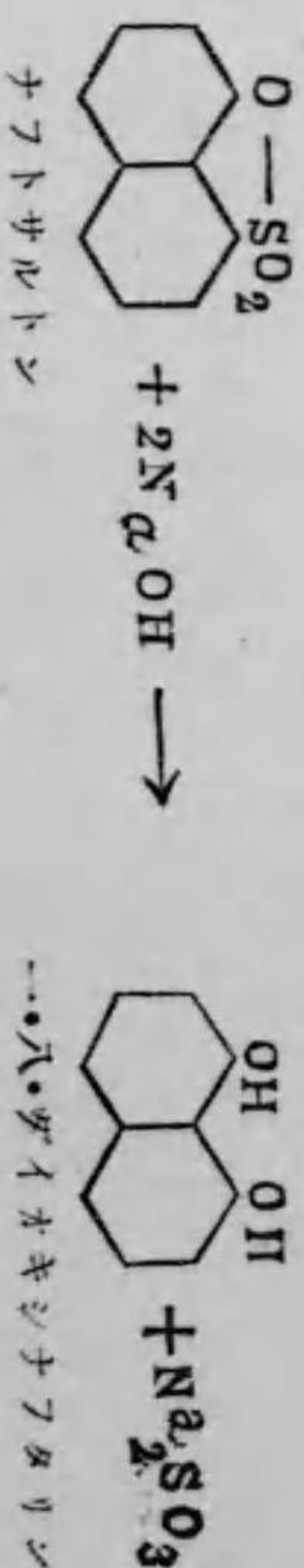
洗滌、乾燥せしむ。

一、八ダイオキシナフタリンモノサルホニツク酸はアルフツナフトール四、八ダイサルホニツク酸を苛性ソーダと共に二百五十度加熱して得らる。又、一、八ダイアミドナフタリン四モノサルホニツク酸を石灰乳と共に氣壓の下に二百三十度加熱して得らる。(獨逸特許一一三三三二)

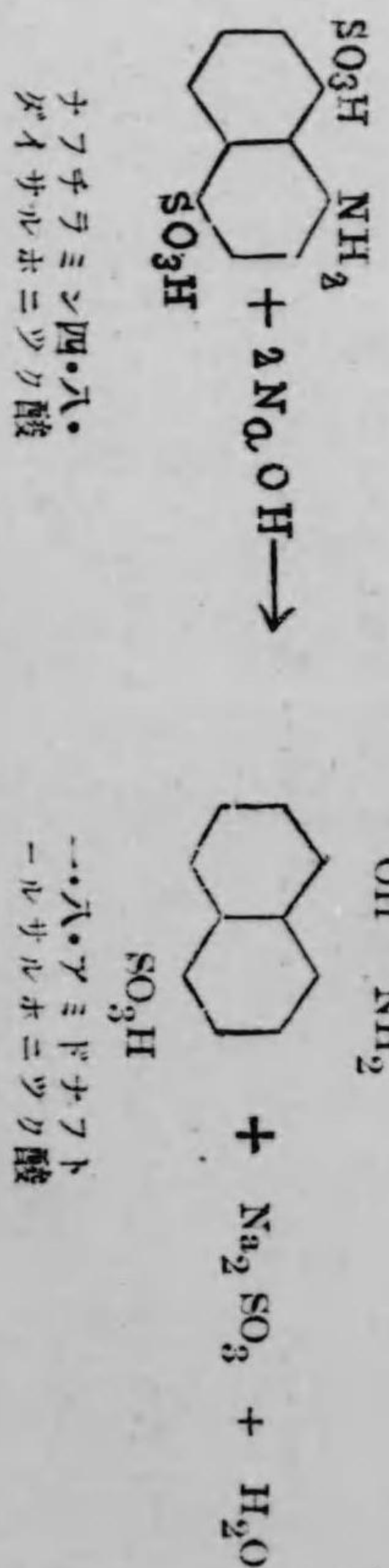
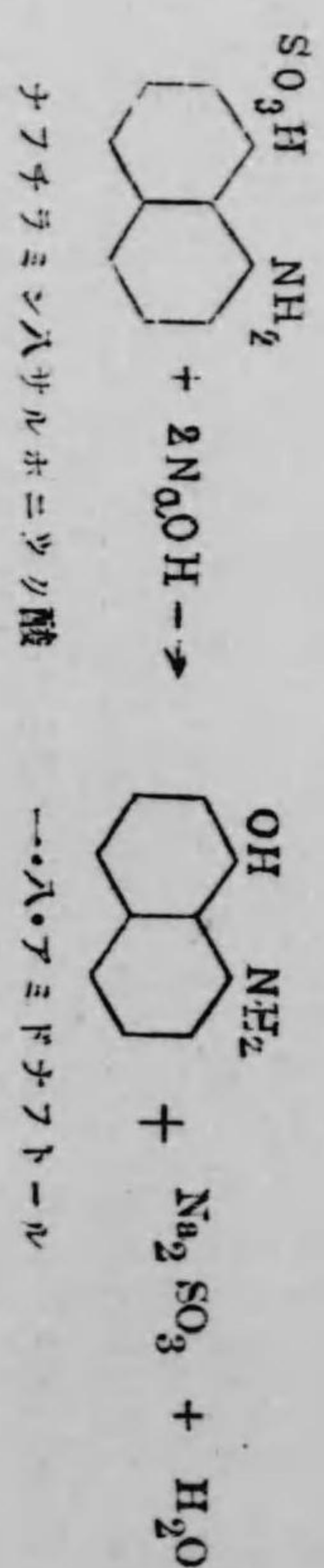
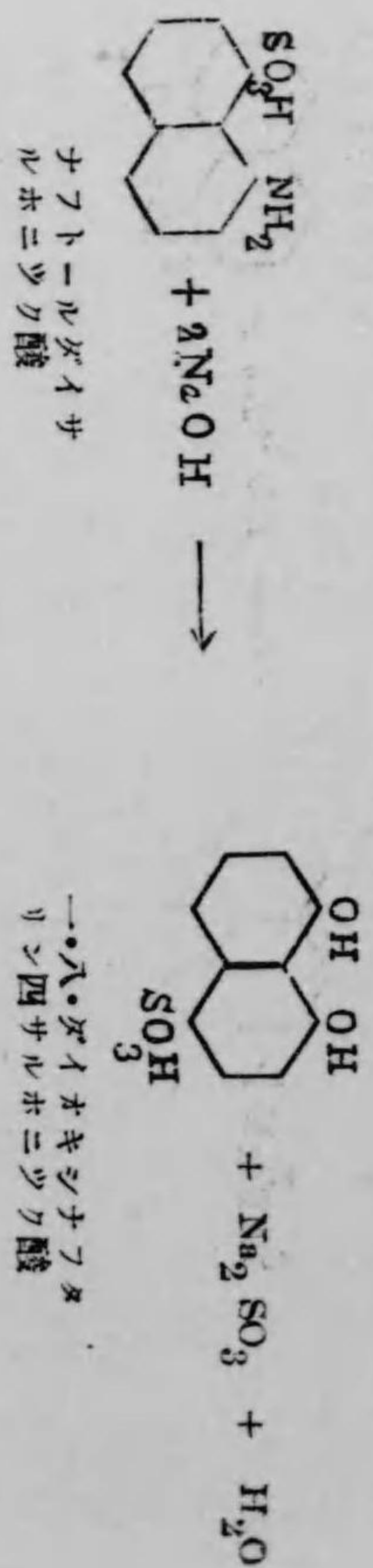
一、八ダイオキシナフタリンモノサルホニツク酸に代ふるに、一、八アミドナフトール又は一、八、アミトナフトール四モノ二六ダイ三、六ダイサルホニツク酸を以つても同結果を得。即ち次の如し。

硫化ソーダ八十分硫黄百二十五分、一、八アミドナフトール五十分又は八十一分の硫化ソーダ七十五分の硫黄五十分の一、八アミドナフトールサルホニツク酸を二百度にて數時間加熱せし後、密閉して更に二百四十度にて四時間加熱せしめ其の融化物を熱湯と共に煮沸して染料を抽出せしめ、濾し、濾過液に鹽化亞鉛を加へ、染料を沈澱せしめて濾過、洗滌、乾燥せしめて使用に供す。一、八アミドナフトール四サルホニツク酸は、アルフツナフタラミン四、八ダイサルホニツク酸を苛性ソーダと共に二百度加熱して得らる。

一、八アミドナフトールは、アルフツナフタラミン八モノサルホニツク酸を苛性ソーダと共に二百五十度加熱して得らる。其の變化を示せば次の如し。



青色染料



三 青色染料(チオンブルーB)

特許 獨、一三九、〇九九
英、三一四、三三三(一九〇一年)
佛、六九五、五三三
米、六九五、五三三
製造所 カレー染料製造株式会社

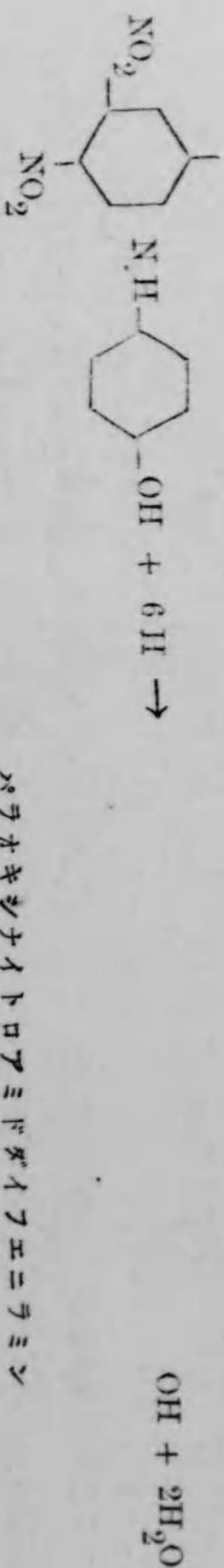
性質

灰青色の粉末にして水には稍々溶解して緑青色を呈し、硫酸に作用せしめて緑青色を、硫化ソーダの溶液にて青色、加熱せしむれば還元して黄褐色を呈す。硫化ソーダ浴にて木綿を青綠色に染色し得。染色後、酸化剤を以て作用せしむれば純青色を得。

製法

ダイナイトロクロロベンゼンゾールとパラアミドフェニールとを煮沸化合せしむればパラオキシパラオルソ、ダイナイトロダイフェニラミンを得。而して此の硝酸根の一分を鐵粉及び鹽酸を以て還元せしむればパラナイトロパラオキシオルソアミドダイフェニラミンを得。

(ダイナイトロオキシダイフェニラミンは第六十九褐色染料参照)。



紫色染料

二十四、三分のパテオキシナイトロアミドダイフェニラミンを二百分のアルコールに溶解せしめて十五分の二硫化炭素を加へ、之れを逆流冷却器下に十時間煮沸し、冷却せしめて濾過し、其の残渣をアルコールを以て洗滌す。此の硫黄化合物の化学的組織につきては未だ不明に屬す。

斯くして得たる化合物の乾燥せる物五分を、豫め四十分の硫化ソーダ、十六分の硫黄を百十度乃至百十五度にて融化する物の中へ徐々に加へたる後、漸次温度を百四十五度に上げ三時間加熱処理せしめ、冷却後粉末となし、温湯を以て溶解せしめ其の不溶解物を濾過し、濾液に食鹽を加へ尙ほ通風せしめ、染料を沈澱せしめて使用に供す。斯くして得たる物は尙ほ多量の不純物を含む居れるが故に（主に過剰硫黄）、之れを一%の重亜硫酸ソーダ液に溶解せしめ其の不溶解物を濾過し、濾液を前記せし如く處理す。

ダイナイトロクロロベンゾールとパラアミドフェノールとの化合物に代るに、ダイナイトロクロロ、ベンゾールと一、アミド四チキシベンゾールサルホニツク酸即ちパラアミドフェノールモノサルホニツク酸を使用し、前記せし如く二硫化炭素を以て處理して後、硫黄化法を行ふ際も亦、同結果を得。（獨乙特許一三九、六七九）

クロ、ダイナイトロベンゾイツク酸とパラアミドフェノールとの化合物を前記せし如く其の硝酸根の一分を還元し、二硫化炭素を以て煮沸せし後、硫黄化法を行ふ際も亦、同結果を得。（獨乙特許一四八、三四一）

ダイナイトロクロ、ベンゾールとパラアミドフェノールとの化合物を、其の硝酸根全部を還元せしめたる後、二硫化炭素を以て所理せしめ硫黄化法を行ふ際も亦、青色染料を得。（獨乙特許一四八、二四二）

前記各化合物の二硫化炭素を以て煮沸せざる物を、同法にて硫化融解法を行ふも亦、青色染料を得。（獨乙特許一二八、〇八七）

四 青色染料

特許

佛、三四四、二七四
英、七一五、五七〇（千九百四年）
米、七七五、五七〇

製造所

カ、エーラー染料製造會社

性質

硫酸に溶解せしめて青綠色を呈し、硫化ソーダ浴にて木綿を綠青色に染色し得。

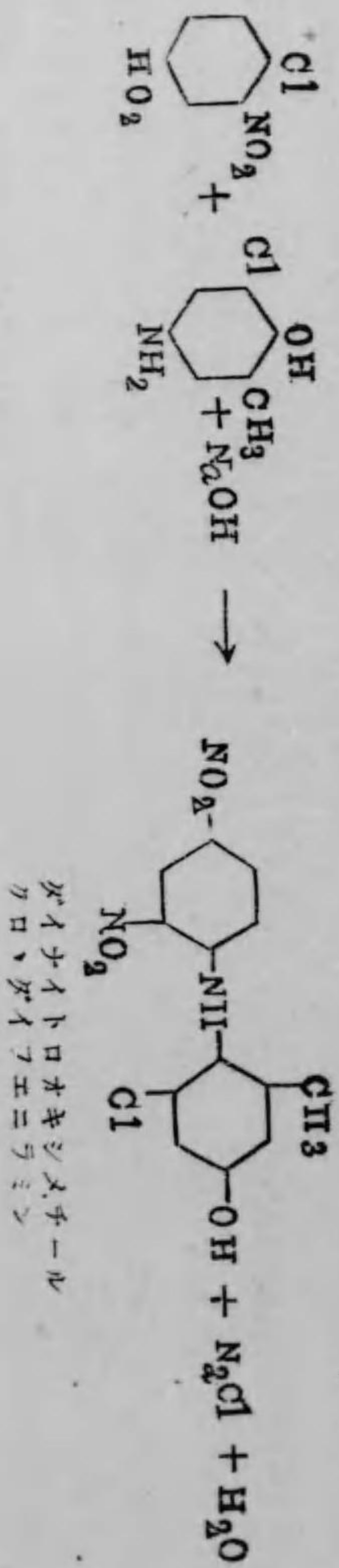
製法

三分の硫化ソーダと百二十分の硫黄とを二分の熱湯を以て溶解せし中へ、七十五分のダイナイトロオキシメチルクロ、ダイフェニラミンを加へ、逆流冷却器の装置をなし、百〇五度乃至百十度にて廿時間加熱作用せしめ、少量の熱湯を加へて染料を溶解抽出し其の不溶解物を濾し、濾液に通風して染料を沈澱せしめ、濾過、洗滌、乾燥して使用に供す。加熱温度を百二十五度以上に昇騰せしむる際は黒色染料を得。

ダイナイトロオキシメチルクロ、ダイフェニラミンは左の方法にて得らる。

二百二分のダイナイトロクロ、ベンゾールと百五十八分のクロ、アミドクレソールと五十分の苛性ソーダと共に長時間煮沸し、冷却して拆出せしめ乾燥使用に供す。

ダイナイトロオキシクロ、ダイフェニラミン（ダイナイトロフェニールオキシトリラミン）は赤褐色の粉末にして百三十乃至百四十度の融點を有す。



五 青色染料

特許
製造所

獨、一〇九、三五二
 英、二二四、五三八(千八百九十八年)
 佛、二三八、四一四
 米、六五七、七六九
 舊マイスター、ルーチエリス、ウインド、アルー
 ニング染料製造株式會社

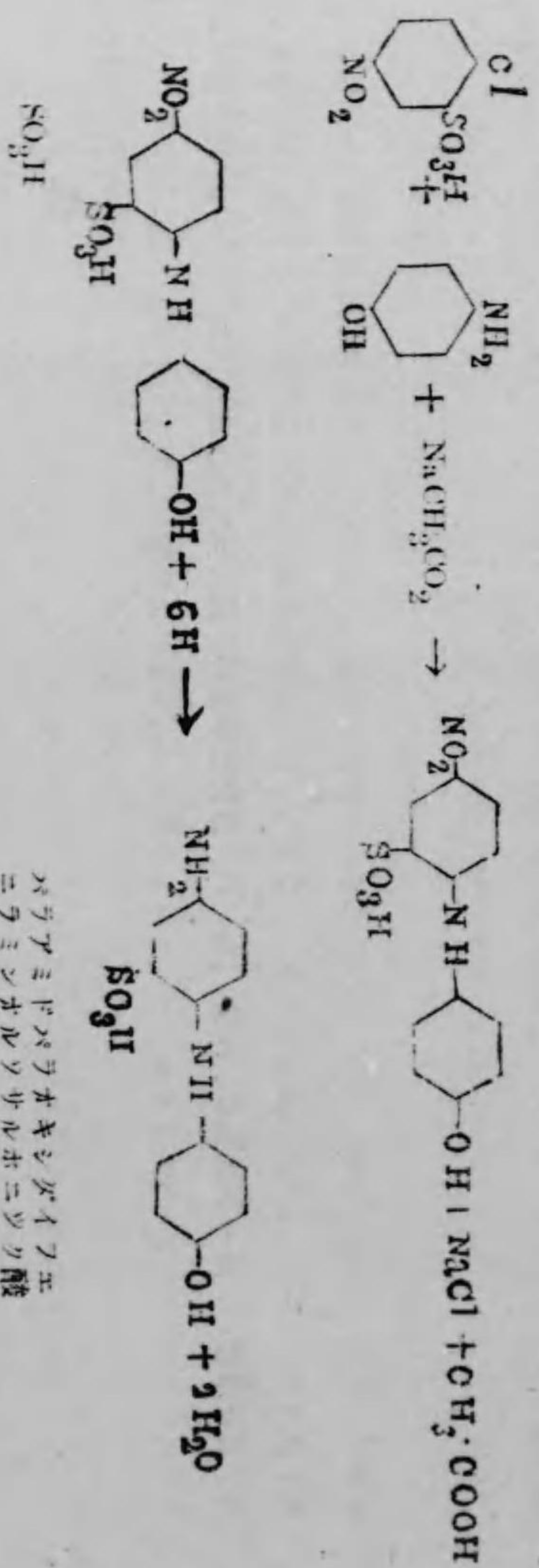
性質

硫化ソーダ浴にて木綿を暗青色に染色し得。水に稍々溶解し青色を呈す。

製法

百分の硫化ソーダと四十分の硫黄とを百十度にて融解せし中へ、三十分のパラアミドパラオキシダイフェニラミンオルソサルホニク酸を加へ、之れを百六十度乃至二百度にて數時間加熱せし後、熱湯を以て其の融化物を溶解し、不溶解物を去り、濾食鹽を加へ、染料を沈澱せしめて、濾過、洗滌、乾燥せしむ。本染料加熱に當り二百二十度以上に熱すれば黑色染料を得。

2-アミドパラオキシダイフェニラミンオルソサルホニク酸は次の方法にて製せらる。
 二百三十七分のパラナイトロクロロ、ペンゾトルオルソサルホニク酸と百〇九分のパラアミドフェノール、百分の醋酸ソーダと共に、逆流冷却器下に四五時間煮沸變化せしめし後、冷却して其の赤褐色沈澱物即ちパラナイトロパラオキシダイフェニラミンオルソサルホニク酸を濾し、鐵粉及び鹽酸を以て其の硝酸根を還元せしめ、全部を熱湯と共に煮沸して急速に之れを濾過し、濾液を蒸發して冷却せしむればパラアミドパラオキシダイフェニラミンオルソサルホニク酸を生ず。



六 青色染料

特許
製造所

獨、一一八、四四〇
 英、二二一、四九六
 佛、二八三、四一四
 舊マイスター、ルーチエリス、ウインド、アルーニング
 染料株式會社

性質

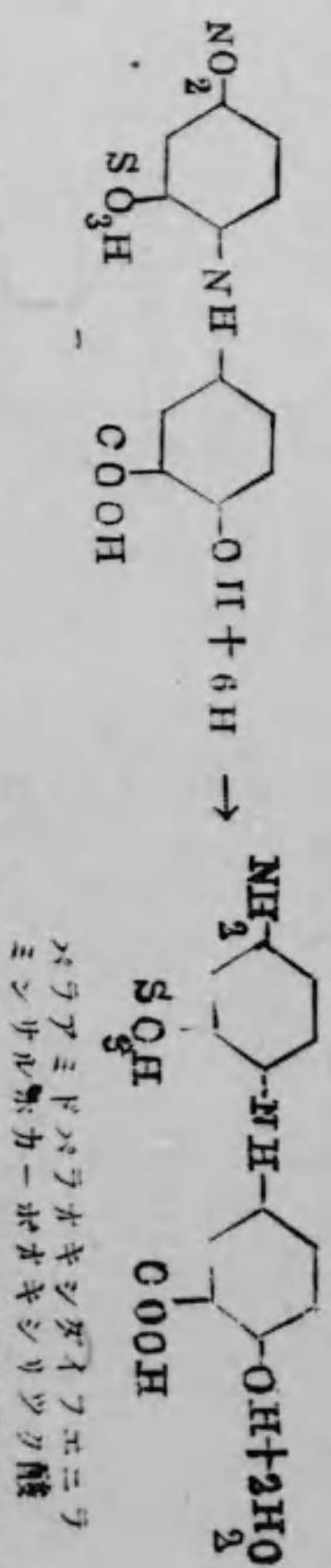
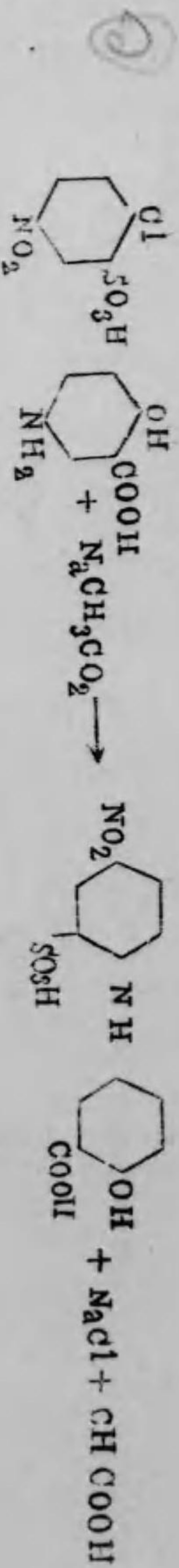
暗銅色光輝を有する粉末にして、水に稍々溶解して青色を、硫酸にて灰青色を、硫化ソーダにて(冷液)青色(加熱)還元せられて黄緑色を呈し、空氣中に酸化せしむれば青色となり一般の還元剤を以て還元法により染色するを得。

製法

百分の硫化ソーダと三十分の硫黄を百十度にて融解せし中へ、三十分のパラアミドパラオキシダイフェニラミンサルホカーホオキシリツク酸を加へ、之れを百三十度乃至百五十度にて四時間加熱したる後、尙ほ一時間百八十度にて加熱作用を與へ、其の融化物を熱湯を以て溶解し、不溶解物を去り、濾液に鹽酸を加へ、染料及び硫黄を沈澱せしめ、之れにソーダ灰を加へて染料をソーダに溶解し、其の殘渣(即ち硫黄)を濾過し、濾液に通風して染料を沈澱せしめ、濾過、洗滌、乾燥して使用に供す。

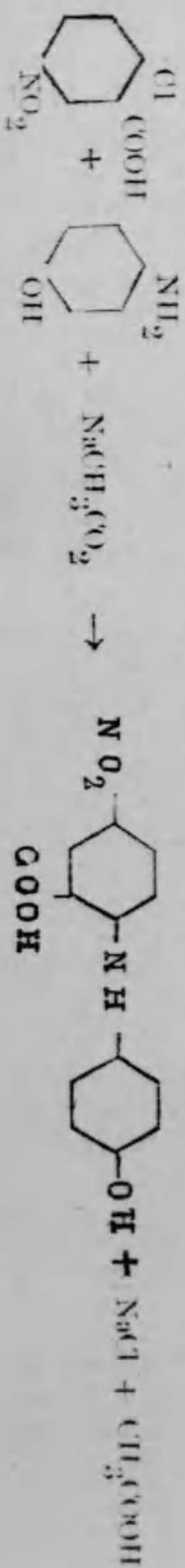
パラアミドパラオキシダイフェニラミンサルホカーホオキシリツク酸は次の方法にて製せらる。
二百三十七分のパラナイトロクロロベンゾールホルソサルホニツク酸と百五十四分のパラアミドサルチル酸と百分の醋酸ソーダとを數時間煮沸し、冷却せしめて其の化合物なるパラナイトロパラオキシダイフェニラミンサルホカーホオキシリツク酸を濾過し更に鹽酸及び鐵粉を以て還元したる後、其の濾液に鹽酸を加へ酸性となし冷却せしむればパラアミドパラオキシダイフェニラミンサルホカーホオキシリツク酸は析出す。

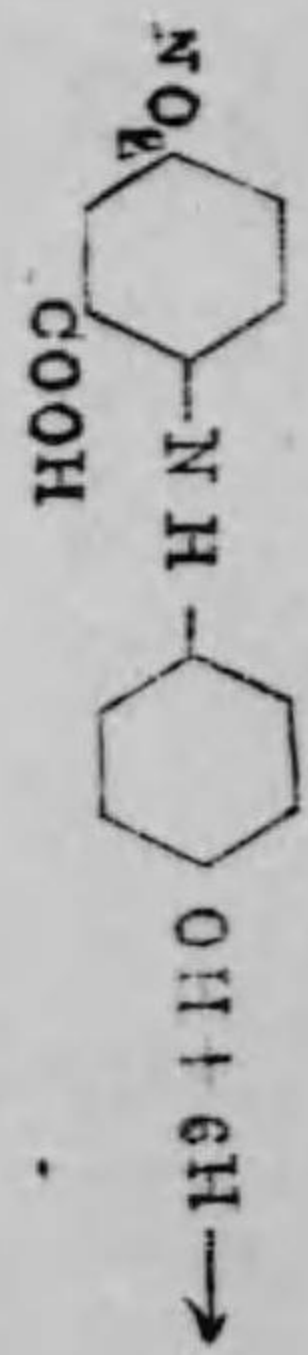
パラナイトロクロロベンゾールホルソサルホニツク酸はパラナイトロベンゾールに濃硫酸を作用せしめて得。パラアミドサルチル酸はナイトロサルチル酸を還元して得らる。



パラアミドパラオキシダイフェニラミンサルホカーホオキシリツク酸

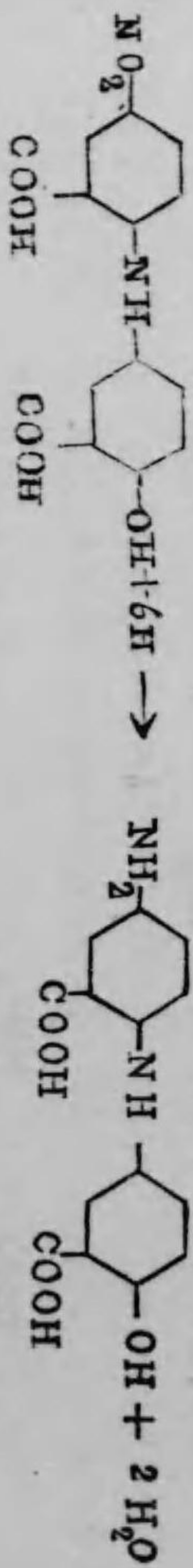
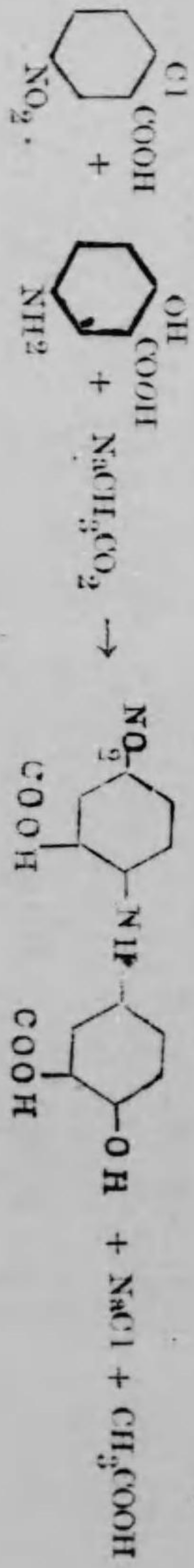
尙ほ又、パラアミドパラオキシダイフェニラミンサルホカーホオキシリツク酸の硫酸根を除去したるパラアミドパラオキシダイフェニラミンカーホオキシリツク酸を以て、既記せし如く硫化ソーダ及び硫黄を以て融解せしむる際も亦、同結果を得。パラアミドパラオキシダイフェニラミンカーホオキシリツク酸はパラアミドパラオキシダイフェニラミンサルホカーホオキシリツク酸を氣壓の下に稀硫酸と共に加熱せしめて得らる。(獨乙特許一一四二六九)
又、クロロナイトロベンゾイツク酸とパラアミドフェノールとを醋酸ソーダと共に煮沸化合せしめたるナイトロオキシダイフェニラミンカーホオキシリツク酸より鐵粉及び鹽酸を以て硝酸根を還元して得たるパラアミドパラオキシダイフェニラミン





パラアミノカキシリック酸
ニラミカキシリック酸

カーボキシリック酸を以て既記せし如く硫黄を以て処理せしむるも同結果を得。(獨乙特許一一二、三九九)
又、クロロナイトロベンゾイツク酸とパラアミドサルチレ酸との煮沸化合物ナイトロカキシダイフェニラミンダイカーボキシリック酸を、還元せしめて得たるパラアミドパラオキシダイフェニラミンダイカーボキシリック酸



パラアミノカキシリック酸
ニラミカキシリック酸

を以て硫黄融化を行ふ際も亦、同結果を得。(獨乙特許一一八七〇二)

七 青色染料

特許 獨一四九、六三七 (千九百〇二年)
英、二二、四三七
佛、三二五、六三九
米、七三六、三八〇
製造所 伯林アニリン染料製造株式會社

性質

銅光色を有する粉末にして水に不溶解。硫酸の温液に溶解せしめて青色を呈し、苛性ソーダにて暗緑青色を、硫化ソーダの温液にて綠色を呈す。木綿を青藍色に染色し得。

製法

三十分の硫黄と十分のダイオキシダイフェニラミン(インドフェニール)とを混合し、之れを二百三十乃至二百四十度にて全く硫化水素ガスの放散したるまで加熱して後、冷却して粉状となし、其のまゝ、使用に供す。又は之れを苛性ソーダ液に溶解せしめ二酸化炭素を通じて染料を沈澱せしめたる後、濾過、洗滌、乾燥して使用に供す。

百五十分の硫化ソーダ、八十分の硫黄、三十分のインドフェニールを混合し、之れを逆流冷却器装置を以て百十度乃至百十五度にて廿四時間加熱せし後、熱湯を以て染料を溶解抽出せしめ、之れを濾過して其の濾液に通風し染料を沈澱せしめ、濾過、洗滌、乾燥せしむ。

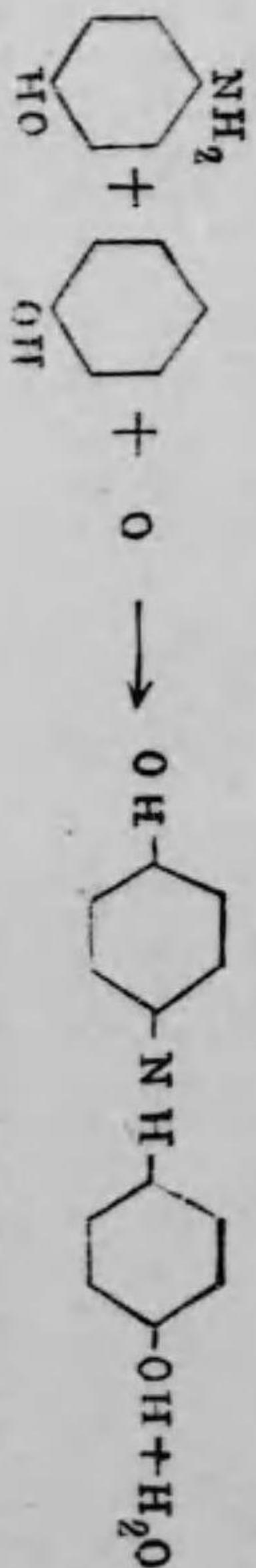
ダイオキシダイフェニラミン無色インドフェニールは次の方法にて製せらる。

十一分のパラアミドフェニールと九分の石炭酸とを混合し、二十五分の硫酸(ボーマ六十六度)を加へ、五百分の冷水を以て之れを溶解せしめ、其の溶液を攝氏零度乃至十度に保たしめて、三十分の重タローム酸加里を三分の冷水に溶解したる物を

硫化染料製造法

三二四

加へ之れを急速に攪拌すれば徐々に青色沈澱を生ず。其の際、温度の上昇せざるやう注意して豫め多量の水塊を加ふるを可とす。全く青色沈澱の生じ終りたる時は之れを濾し、其の残渣を充分洗滌したる後、更に二百分の温湯を混じ、五十分の苛性ソーダ液(ホーメ四十度)を加へ、之れを暫時攪拌せしむれば青色は漸く褐黄色に變ず、此に於て濾過し、其の濾液に鹽酸を加へて中性となし、食鹽を加へインドブエノールを析出せしむ。灰綠色の粉末又は同色の結晶體にして水には不溶解なれども、アルカリには可溶性にして其の溶液を空氣中に曝露すれば直に青藍色を呈す。



ダイオキシジメチルエニラミン
(藍色インドブエノール)

八 青色染料

特許 獨、一一六、三三七
佛、二八九、二四四
露、九〇六 (千九百〇五年)
製造所 ビダル染料製造株式會社(コーブレンツ)

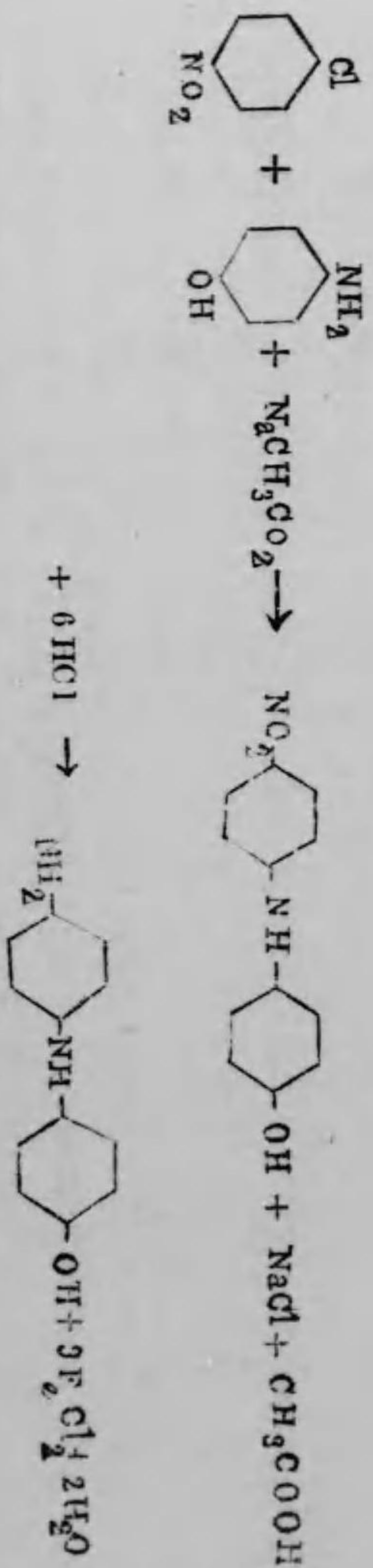
性質

水に可溶性にして青色を呈し、硫酸に作用せしめて青綠色を呈し、硫化ソーダにて木綿を青藍色に染色し得。

製法

二百分の硫化ソーダと六十四分の硫黄とを混合し、之れを百十度にて融解したる中へ二百二十分のパラアミドパラオキシダイフェニラミンを加へ、百六十度にて三時間加熱して全く硫化水素ガスの發散し了りたる後、更に百八十度にて尙ほ一時間加熱せしめ、其のまゝ之れを抵温にて乾燥固塊せしめて使用に供す。

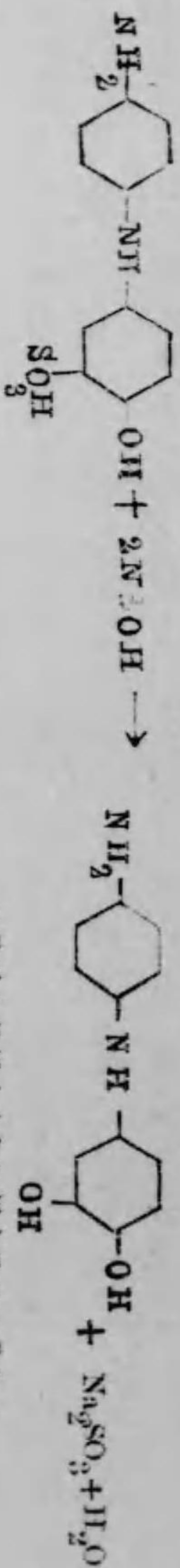
若し百八十度以上に加熱する時は漸次暗色を増加して遂に黑色染料を得。パラアミドパラオキシダイフェニラミンは百五十七分のパラナイトロクロ、ベンゾールと百九分のパラアミドフェニールとを混合して百分の醋酸ソーダを加へたる物を熱湯に混合溶解せし後、逆流冷却器の装置ある釜にて數時間加熱し、全く酸素ガスの臭氣を消散せしめ冷却せしむれば赤褐色の沈澱を生ず。是に於て濾過乾燥すれば即ちパラナイトロオキシダイフェニラミンを得。尙ほ之れを乾燥せし後パラナイトロオキシダイフェニラミン二百三十分を五百分の冷水と十二分の濃鹽酸とを以て混合せし中へ、徐々に百二十分の精洗鐵粉を加へ、硝酸基を還元して之れを煮沸し、直ちに濾して残渣を尙ほ熱湯を以て洗滌したる後、其の濾液に鹽酸を加へて弱酸性となさしめ、冷却放置すればパラアミドパラオキシダイフェニラミンは析出す。即ち次の如し。



パラアミドパラオキシ
ダイフェニラミン

青色染料

三二五



パラフェニレンジアミン

一一 青色染料

特許 英、三二八、一一〇 (一九〇二年)
 製造所 マスイター、ルーチエリス、ウインド、ブルーニン
 ア染料製造株式会社

性質

硫化ソーダ浴にて木綿を暗青色に染色し得。

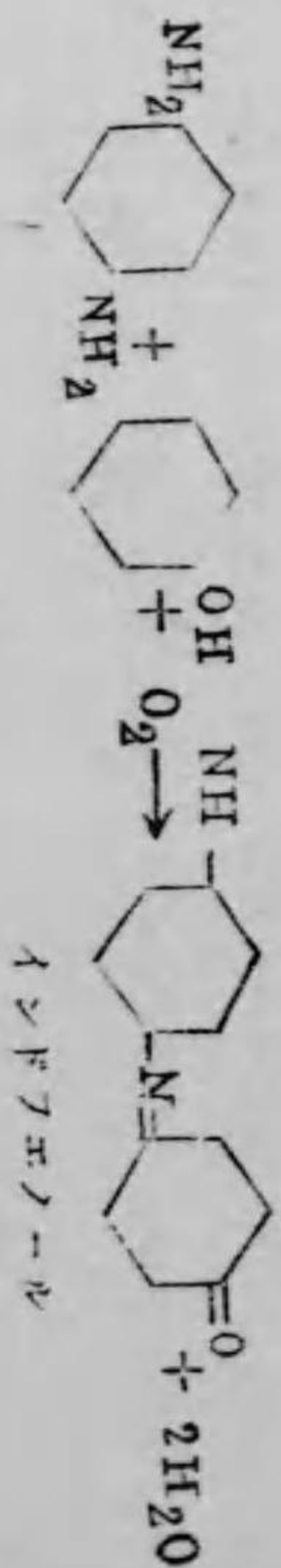
製法

二百三十分の硫化ソーダ、五十七分の硫黄、十分の熱湯を混じり加熱融解したる中へ、四十七、七分のインドフェノール（パラフェニレンジアミンと石炭酸との連続酸化により得たる）を加へ百二十五度にて十時間加熱せしめ、更に百十度にて拾時間加熱せし後、水に溶解せしめて其の不溶解物を濾し、濾液に鹽酸を加へ染料を沈澱せしめ、濾過し洗滌・乾燥せしむ、百三十度以上に加熱する時は帯青黒色を得。尙ほ又、水と共に逆流冷却装置ある釜にて百十度にて二十時間加熱せしむる際は紫色染色を得。

インドフェノールは次の方法にて製せらる。

百〇八分のパラフェニレンジアミンを千四百分の水に溶解せる物と、九十四分の石炭酸と百四十分の苛性ソーダ液（十六%液）と千六百分の水とに溶解せる物を混合し、更に二百二十分の炭酸ソーダを一千分の水に溶解せる物を加へ、次に千三百十八分の赤血鹽を三十五分の水に溶解せる物を加へ、之れを暫時攪拌すれば徐々に酸化し緑青色沈澱を生ず。全く沈澱の生じ終りたる際は、之れを母液より濾過分離せしめ水洗して使用に供す。

赤血鹽を酸化剤として使用する代りに次亞鹽酸ソーダを使用する事を得。即ち左の方法に依るものとす。
 二百十六分のパラフェニレンジアミンを四十分の水に溶解せしめたるものと、二百分の石炭酸を五千分の水に溶解せし物とを混合せしめ、更に二百分の炭酸ソーダ百分の重炭酸ソーダを二千分の水に溶解せし物を加へ、次に六千三百分の次亞鹽酸ソーダ液（一リタ）中に七十五、五分の（NH₄）₂CO₃を含有せる物を充分冷却せしめたる（零乃至十度）中へ攪拌しつゝ、徐々に加ふ全部加へ終りたる後、少時攪拌し後に鹽酸を加へて之れを中性となし、其の沈澱を濾洗滌し乾燥せしめて使用に供す。斯くして得たる物は銅光色を有する粉末にして、苛性ソーダ、アンモニア等に溶解して紫色を呈し、アルコールにて青色を、水にて青色を硫酸にて緑青色を呈す。



インドフェノール

一二 青色染料

特許 獨、二二二、四〇六
 製造所 佛、四〇六、二二五
 サンドニー化學染料製造會社

青色染料

性質

水に不溶解。硫酸に溶解して青色を、硫化ソーダにて赤紫色を呈し、同浴にて木綿を暗青色に染色し得。

製法

十二分の硫化ソーダと十二分の硫黄とを二十四分の熱湯にて溶解せし中へ、インドフェノール（パラフェニレンジアミンと石炭酸との連続酸化に依り得たる）十分を加へ、尚ほ一乃至二分の硫酸マンガンを加へ、百〇八度にて二十時間逆流冷却器装置にて煮沸せしむ。斯くして得たる物を少量の水に溶解せしめ其の不溶解物を濾し、濾液に鹽酸を加へ染料を沈澱せしめ之れを濾過、洗滌、乾燥せしめ使用に供す。

一三三 青色染料 (インメチアルゼ)

特許

製造所

獨逸、一三四、九四七 (千九百年)
英、三〇三、五二四
佛、六九三、六三三
米、一三三、二四七
奧、四九五 (千九百〇五年)
露、
カセ、染料製造株式會社

性質

銅光色粉末。水に稍々溶解し、硫酸にて青色を、苛性ソーダにて青色を呈し、硫化ソーダ浴にて木綿を純青色に染色するを得。

製法

五十分の硫化ソーダと十二、五分の硫黄、十分の水とを混合し、之れを九十度に加熱溶解せし中へ徐々に二十五分のパラダイメチルアミドパラオキシダイフェニラミンを加へ、之れを充分攪拌混合せしめて加熱を繼續すれば、其の水分の蒸發と共に温度は徐々に上昇し來たる。百十度に達せし際に逆流冷却器の装置をなし、百十度乃至百十五度にて二十四時間加熱作用を與ふ。最初温度の百十度内外に達せし際、綠黑色のタール狀物分離浮遊し來る。然れども加熱の續行と共に此の物は漸次溶解せられて遂に糊狀を呈す。此に於て之れを五百分の温湯に溶解せし其の不溶解物を濾し、濾液に五十分の食鹽を加へて染料を沈澱せしめ、之れを濾過、水洗、乾燥して使用に供す。

備考

本染料製造に當り、其の温度は絶対に百二十度以上に上昇せしめざるを可とす。若し百二十度以上に昇騰せしむる際は、パラダイメチルアミドパラオキシダイフェニラミンは容易に分解しダイメチラミンを生じ、且つダイオキシダイフェニラミン誘導の劣等染料を生ず。

パラダイメチルアミドパラオキシダイフェニラミンは次の方法に依り製せらる。
(一) ナイトロソダイメチルアミン

十七分のダイメチルアミンを四十六分の冷水及び四十六分の鹽酸(ボーメ甘度)とを以て溶解せしめ、之れに多量の氷塊を加へ攝氏五度乃至十二度に冷却せしめ、一〇・四分の亞硝酸ソーダを四十分の冷水に溶解せし物を攪拌しつゝ徐々に注意深く加ふ。此の際、温度は絶對的に十五度以上に昇騰せしめざるを可とし、最後に五十分の氷塊を加へ、全く作用を終らしむるまで之れを冷却す。

斯くして得たる物は黄色沈澱或は黄色溶液にして、普通之れを其のまま、使用に供す。精製せしむ可き法は、之れに多量のエーテルを加へナイトロソダイメチルアミンハイドロクロライドを抽出せしむ。精製物は黄色針狀結晶體にして百七十一度の融點を有す。少量の鹽酸を以てダイアン化せし場合には綠色沈澱又は綠色溶液を生ず。ナイトロソダイ

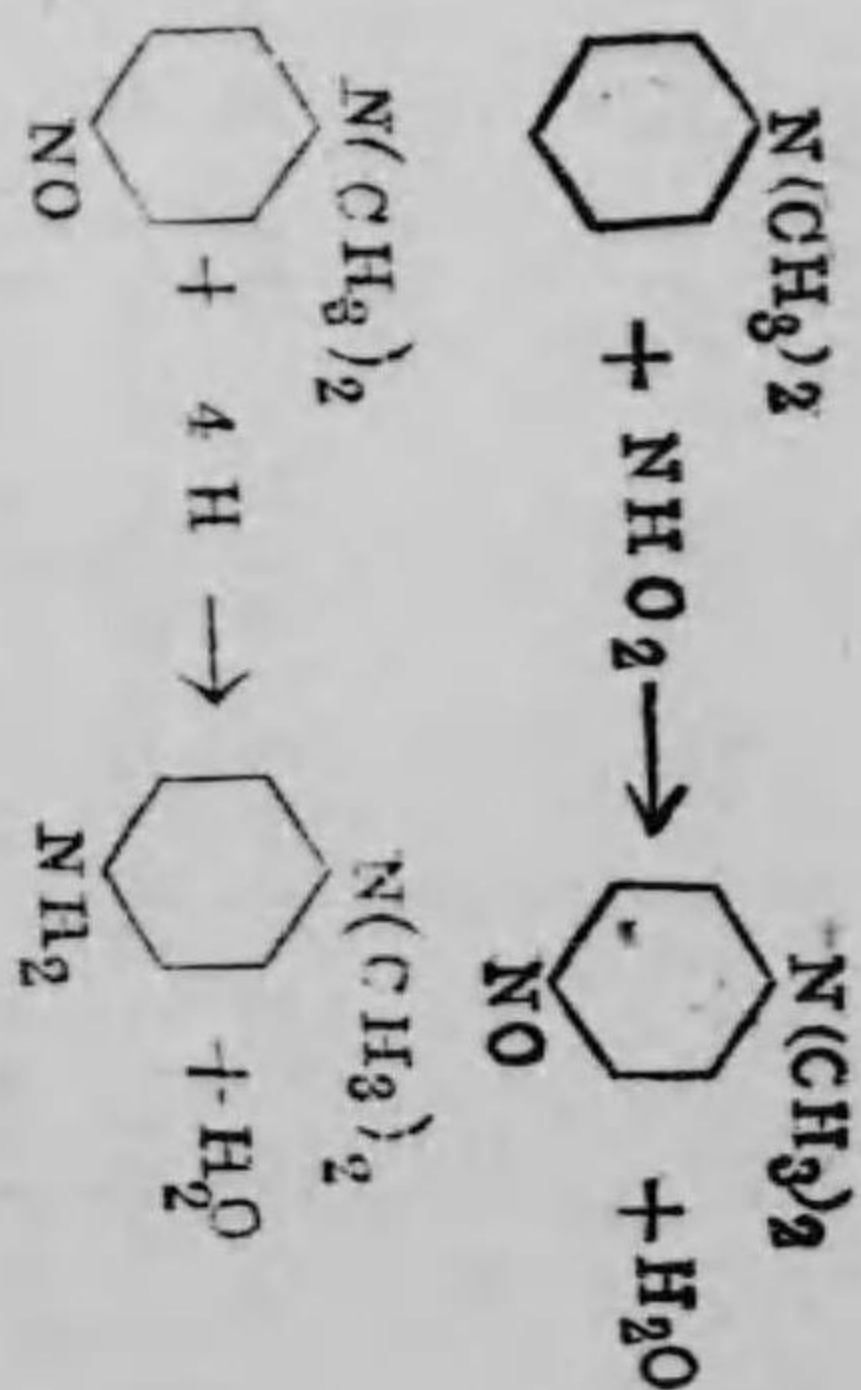
メチールアニリンはエーテルを以て精製し得べく、九十二度の融點を有する綠色板狀の結晶物なり。

(二) ダイメチールパラフェニレンダイアミン (パラアミドダイメチールアニリン)

百分のダイメチールアニリンより得たるナイトロソダイメチールアニリンハイドロクロライド (黄色) 溶液に二百五十分の鹽酸を加へ、之れを充分攪拌せしめし後、百二十分の亞鉛末を攪拌しつゝ徐々に加ふ。亞鉛末を加ふるや、ナイトロソダイメチールアニリンの黄色溶液は忽ち赤色に變じ、漸次還元作用の進むに従て褪色し、遂に無色溶液又は淡紅色溶液に變ず (亞鉛末の注加は可成的徐々に加ふるを可とし、以前に加へたる亞鉛末の未だ溶解せざる内に今回の分を加ふるが如きは避くるを可とす)。是に於て加温し苛性ソーダを加ふれば忽ちにして白色の酸化亞鉛沈澱を生ず此の沈澱の再び溶解せらるゝに至り苛性ソーダの注加を停止し、ベンゾールを加へダイメチールパラフェニレンダイアミンを抽出し、ベンゾールを蒸發せしむればダイメチールパラフェニレンダイアミンは結晶殘留す。無色針狀結晶にして四十一度の融點を有す。水、アルコール、ベンゾール、クロ、ホルム等に容易に溶解す。

(三) ダイメチールパラアミドパラオキシダイフェニラミン

百三十六分のダイメチールパラフェニレンダイアミンと九十四分の石炭酸と二百五十分の濃硫酸二十分の冷水とを以て之れを溶解混合し、多量の氷塊を加へ之れを攝氏零度に冷却し、二百五十分の重クロム酸加里を二千五百分の冷水に溶解せし物を攪拌しつゝ徐々に加ふれば漸次青色沈澱を生ず。沈澱の全く生じ終りたる際、暫時放置したる后、之れを濾し水洗し、其の青色沈澱を更に五十分の温湯を以て攪拌混合し、二百分の苛性ソーダ液 (ボーメ四十度) を加へて能く攪拌し、青色の漸次退色したる際之れを濾漉し、濾液に鹽酸を加へ中性となし、食鹽を加へパラダイメチールアミドパラオキシダイフェニラミンを沈澱析出せしむ。之れを濾漉して其のまゝ使用に供す。淡綠色粉末 (精製品針狀結晶) にして百六十一度乃至百六十二度の融點を有す。



パラダイメチールアミドパラオキシダイフェニラミン (インドフェニル無色ベース)

又、前記インドフェニルを硫酸銅と共に硫酸酸化せしむる時は青綠色染料を得。即ち百二十四分の硫化ソーダ、三十分の硫黄、五十分のインドフェニル無色ベース (ダイメチールパラフェニレンダイアミンと石炭酸とより得たる) を

十分の硫酸銅と共に百二十度にて廿四時間加熱せしめたる后、前記の如く処理するにあり。(獨乙特許一二九、五四〇)

一四 青色染料

特許 獨、一四一、七五二
英、三一七、五六四
佛、三一三、九四七 (千九百〇一年)
製造所 伯林アニリン染料製造株式會社

性質

硫酸に作用せしめて緑青色を呈し、アルコールに稍溶解し、苛性ソーダにて紫青色を、硫化ソーダにて暗赤紫色を呈し、木綿を青色に染得。

製法

六十分の硫化ソーダと十五分の硫黄とを三十分の熱湯中に溶解したる中へ、十五分のインドフェノール無色ベイス(ダイメチルパラフェニレンダイアミンと石炭酸との連續酸化にて得たる)を加へ、尙ほ二十五分のグリセリンを加へ、逆流冷却器装置にて四時間百五十度に加熱して其の泥狀物を水に溶解せしめ、不溶解物を濾し、濾液に通風すれば紫色沈澱を生ず。之れを濾過、水洗、乾燥して使用に供す。

一五 青色染料

特許 獨、一五〇、五四六
佛、三二八、〇六三
製造所 馬獅子アニリンソーダ製造株式會社

性質

硫酸に作用せしめて暗青色を、苛性ソーダにて青色を、硫化ソーダにて青色を呈し、加熱すれば還元す。

製法

百二十分の硫化ソーダ、三十分の硫黄を五十分の熱湯中に溶解したる中へ、二十分のインドフェノール無色ベイス(ダイメチルパラフェニレンダイアミンと石炭酸との連續酸化に依りて得たる)を加へ、尙ほ十五分のベタナフトール又はアルラフナフトールを加へたる後、之れを百三十度乃至百四十度にて三時間加熱し、更に温度を百四十度乃至百六十度にて尙ほ一時間加熱したる後、温湯を加へて之れを溶解し、其の不溶解物を濾し、濾液に通風して染料を沈澱せしめし後、濾過、洗滌、乾燥して使用に供す。

次の方法に依り製せられたる染料は硫化ソーダ溶にて木綿を染色するに適せず、苛性ソーダ及びハイドロサルファイトと共に還元せしめ、木綿を青色に染色するを得。

六十分のアルコール中に二十三、二分の四硫化曹達(S₂O₄)及び十八分の硫黄を溶解せしめ、更に十二分のインドフェノール無色ベイス(ダイメチルパラフェニレンダイアミンと石炭酸との連續酸化に依りて得たる)を加へ、逆流冷却器にて四十八時間煮沸したる後、アルコールを蒸發せしめ、其の残渣を乾燥し其のまゝ使用に供するか、又は之れを少量の熱湯にて溶解せしめ、其の不溶解物を去りて濾液に通風し、染料を沈澱、濾過、水洗、乾燥して使用に供す。

次の方法に依り製せられたる物は硫化ソーダ溶にて木綿を暗青色に染色し得。

百二十分の硫化ソーダを百四十度に加熱して其の水分を放散せしめたる後、冷却して五十分の石炭酸三十分のインドフェノ

硫化染料製造法

三三六

1ル無色ベイス及び三十分の硫黄を加へ、之れを逆流冷却器下に十二時間百四十度乃至百六十度に加熱作用を與へたる物。(馬社佛國特許三二八〇六三)

一六 青色染料

特許 獨、一三三、四八一、(千九百〇一年)
 英、三〇九、八九八、(千九百〇三年)
 佛、一一三、二七四、(千九百〇五年)
 露、一〇〇、四九五、(千九百〇五年)
 製造所 カセラ染料製造株式會社

性質

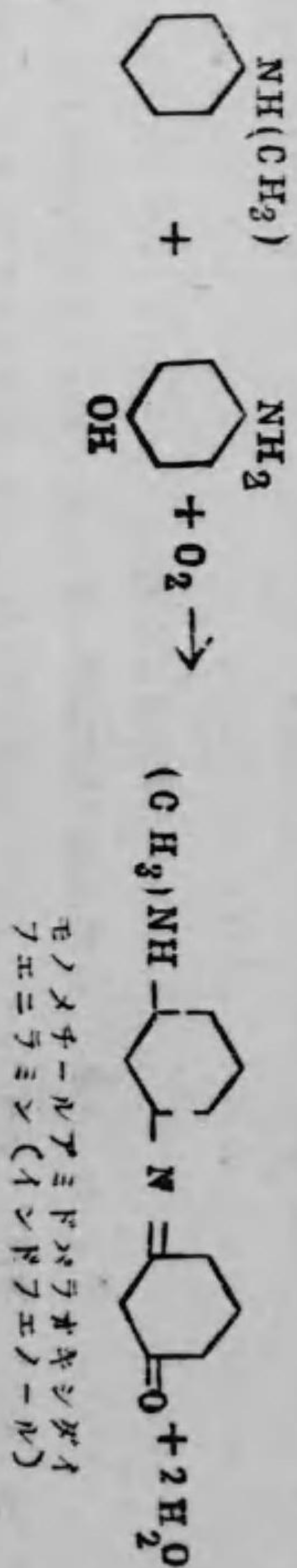
硫化ソーダ浴にて木綿を種々なる青色に染色し得。染料は概して水に可溶性にして紫色を呈し、硫酸にて青色を呈す。

製法

十分のインドフェノール無色ベイス(后記す)を、二十分の硫化ソーダと共に九十度にて溶解したる中へ五分の硫黄を加へたる後、之れを百十五度乃至百二十度にて十時間逆流冷却器装置にて加熱作用を與へ、其の泥狀融化物を真空乾燥室にて六十度乃至八十度にて乾燥し其のまゝ使用に供す。又は既記せし如く精製法を行ひ、食鹽を加へて染料を沈澱せしめ乾燥して使用に供す、本法に使用せらるゝインドフェノールは次の方法にて製せらる。

百〇七分のモノメチルアニリンと百〇九分のパラアミドフェノールとを混合し、五十分の冷水を加へたる後、二百五十分の濃硫酸を加へ、全溶液を氷塊を以て攝氏零度に冷却せしめ、二百五十分の重クロム酸加里を二千五百分の冷水に溶解せし物に加へ、急速に之れを攪拌すれば青色沈澱徐々に生じ來たる。次で青色沈澱の全く生じ終りたる後更に百分の硫化ソーダを五

百分の水に溶解したる物を加へ、之れを攪拌しつゝ九十度に加熱して、暫時放置して之れを濾し、濾液に炭酸ソーダを加ふればモノメチルアミドオキシダイフェニラミンは沈澱析出す。之れを濾過乾燥して使用に供す。



斯くして得たるインドフェノールを原料として硫化融解して得る染料は、硫化ソーダ浴にて木綿を青色に染色し得。尙ほモノメチルアニリンに代ふるにモノメチルオルソトルイザンを用ひたるインドフェノール即ちモノメチルアミドトリールオキシフェニラミンよりは紫青色染料を得又、モノメチルアルファナフチラミンをモノメチルアニリンの代りに使用して得たるインドフェノール即ちモノメチルアミドナフチルオキシフェニラミンよりは緑青色染料を得。

一七 青色染料 (エクリツアス)

特許 獨、一二九、三二五、(千九百〇一年)
 英、一一二、五七八、
 佛、三一〇、八〇九、
 米、六九六、七五一、
 製造所 ガイヤール化学染料製造會社

性質

硫酸に作用せしめ暗青色を呈し、苛性ソーダ及び硫化ソーダの濃液等には容易に溶解す。硫化ソーダ浴にて木綿を美麗なる

青色染料

三三七

青色に染色し得。

製法

百五十分の硫化ソーダ、五十分の硫黄、百分の熱湯を混じ煮沸溶解せしめたる中へ、四十分のダイメチルパラオキシダイアミンニラミンサルホニツク酸を加へ、之れを百二十度乃至百三十度にて逆流冷却装置の器にて數時間加熱し其の融化見本を時々抽出して水に溶解せしめ、次亞硫酸ソーダ液を注加し、全く青色を呈するに至らば加熱を停止し（此の間約十七八時間を要す）、少量の温湯を加へて染料を溶解抽出せしめ、其不溶解物を濾し、濾液に通風せしめ全く青色沈澱の生じ終りたる後、之れを濾過、洗滌、乾燥して使用に供す。

ダイメチルパラオキシダイアミンニラミンサルホニツク酸（インドフェノールサルホニツク酸）は次の方法にて製せらる。

ダイメチルパラフェニレンダイアミンと石炭酸との連続酸化に依り得たるインドフェノール二十二、六分を二百五十分の冷水に能く混合し、廿五分の亞硫酸曹達を加へ、之れを灰綠色の結晶を生ずるに至るまで攪拌したる後、濾し其の濾液に鹽酸を加ふれば忽ちにして白色結晶狀の沈澱を生ず。次で暫時放置し濾過、乾燥して使用に供す。

尙ほ又、次の方法にてもインドフェノールの硫酸化合物は製せらる。

二十箇分のダイメチルパラオキシダイアミンニラミンサルホニツク酸（ダイメチルパラフェニレンダイアミンとホルソクレンソールとの連続酸化によりて得たるインドフェノールの無色ベニス）を約二百分の冷水に混合し、十一分の酸性亞硫酸ソーダ（2Nニタ）を加へ、暫時之を煮沸し冷却せしめて濾し其の濾液を蒸發し泥狀となしたるまゝ、使用に供す。

一八 綠色染料

特許 佛、三五〇、〇七七
英、一六、二六八 （千九百〇四年）
製造所 伯林アニリン染料製造株式會社

性質

硫化ソーダ浴にて木綿を種々の青色に染色し得。

製法

四十二分の硫化ソーダ、二十分の硫黄を四十分の熱湯を以て煮沸溶解したる中へ、十分のインドフェノール（パラオキシダイアミンとホルソトリールグリセリンとの連続酸化に依り得たる）を加へ、之を逆流冷却装置の下に廿四時間加熱煮沸せしめたる後、温湯を以て溶解し其の不溶解物を濾し、濾液に通風し染料を沈澱分離したる後、濾過、乾燥して使用に供す。硫化ソーダ浴にて木綿を濃青色に染色し得。

五十分の硫化ソーダと二十五分の硫黄とを混合し、之れを加熱融解せしめ二十分のグリセリンを加へ、百分のインドフェノール（ホルソトリールグリセリンとパラオキシホルソクレンソールとの連続酸化に依り得たる）を加へたる後、百四十度にて三時間加熱せしめ温湯を以て稀薄ならしめたる泥狀物中へ通風し、染料を沈澱せしめて濾し乾燥して使用に供す。斯くして得たる染料は硫化ソーダ浴にて木綿を暗青色に染色せしむる得。

二十五分の硫化ソーダと十二、五分の硫黄とを加熱融解せしめたる中へ五十分のフェニルアルコールを加へ、五分のインドフェノール（アルファナフチールグリセリンとホルソカロ、パラオキシフェノールとの連続酸化に依り得たる）を加へて逆流冷

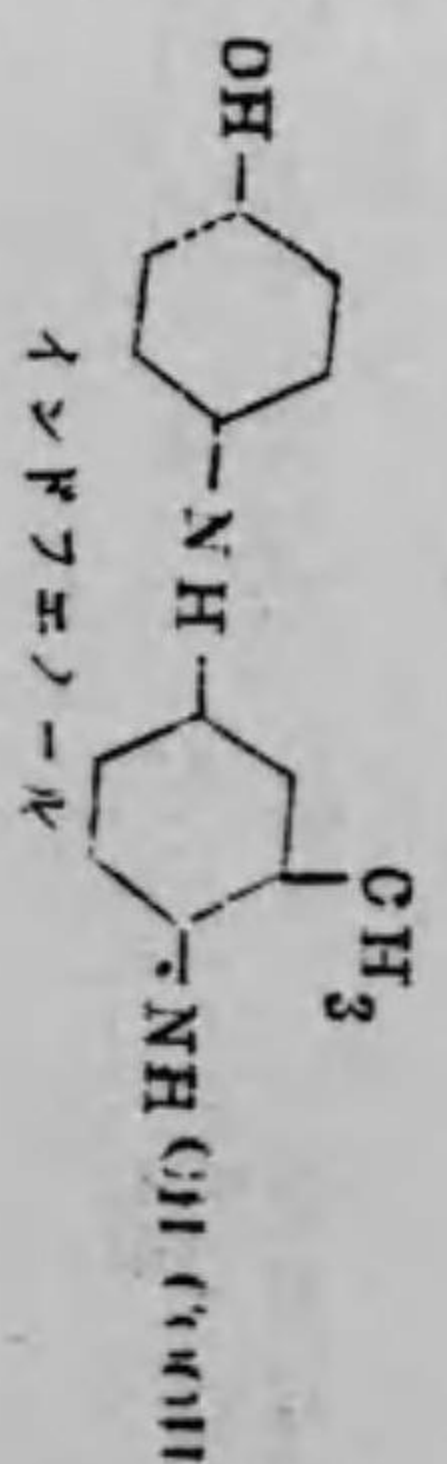
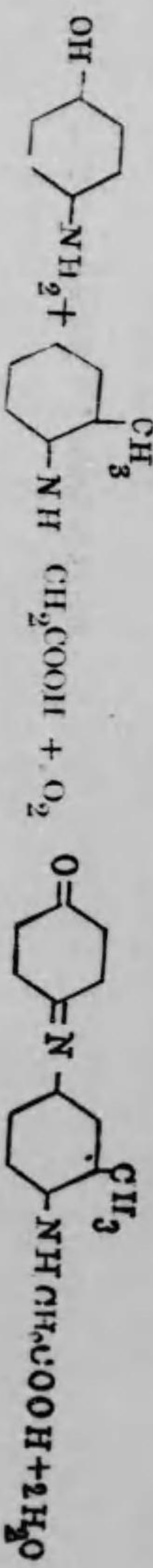
硫化染料製造法

三四〇

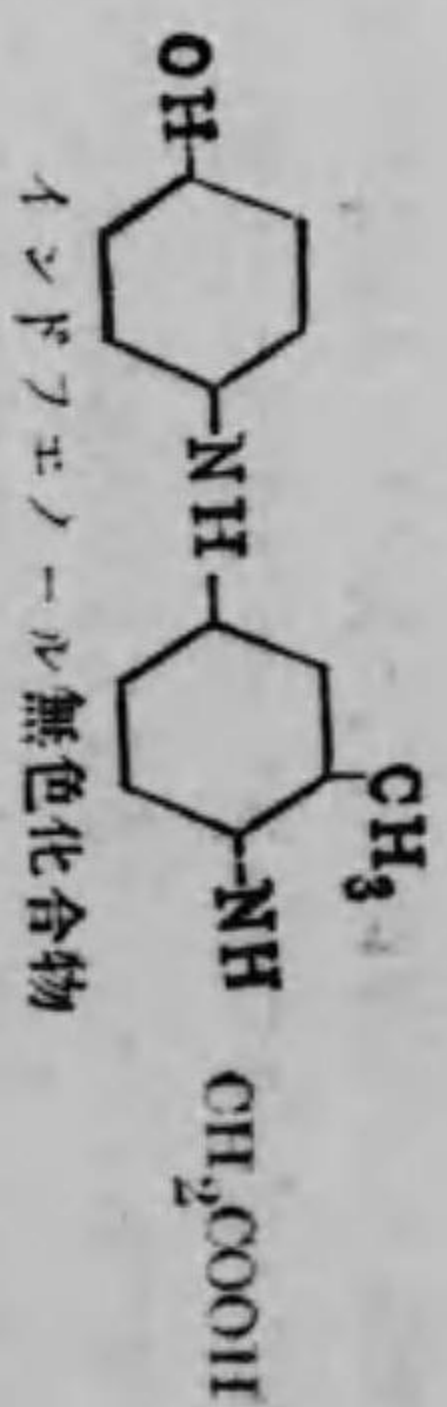
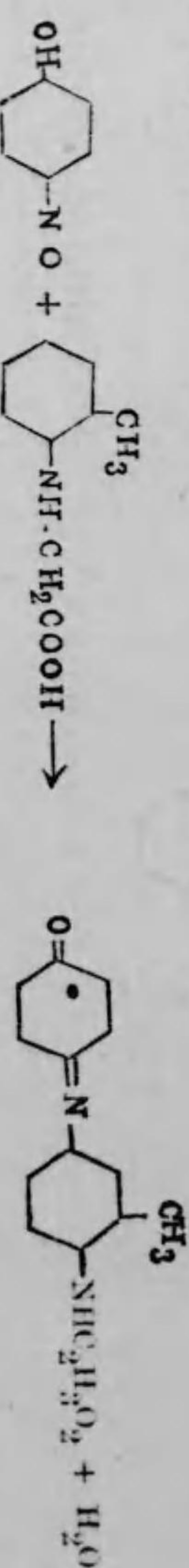
却装置の下に之れを三十六時間煮沸加熱したる後、温湯を加へて之れを稀薄ならしめたる中へ通風し、染料を分離沈澱せしめて濾し乾燥せしむ。斯くして得たる染料は硫化ソーダ浴にて木綿を緑青色に染色するを得。

本法に使用せられたる各インドフェノールは左の方法に依り製せらるゝものとす。
 十六、五分のオルソトリールグリシジン(十一分のオルソトリイザンと十分のモノフロ、醋酸とに化合作用を與へて得たる物) 即ち $C_6H_4(CH_2NH_2)_2 + C_6H_5O_2Cl = C_6H_4CH_2NH(C_6H_5O_2 + HCO)$ と十一分のパラアミドフェノールとを混合し、百五十分の冷水及び二十一分の濃硫酸と共に之れを溶解せし後、水塊を加へ充分冷却せしめ、二十分の重クロム酸加里の濃液を加ふれば忽にして濃青色沈澱を生ず。尙ほ之れを充分攪拌し作用を全く終らしめたる後濾す。

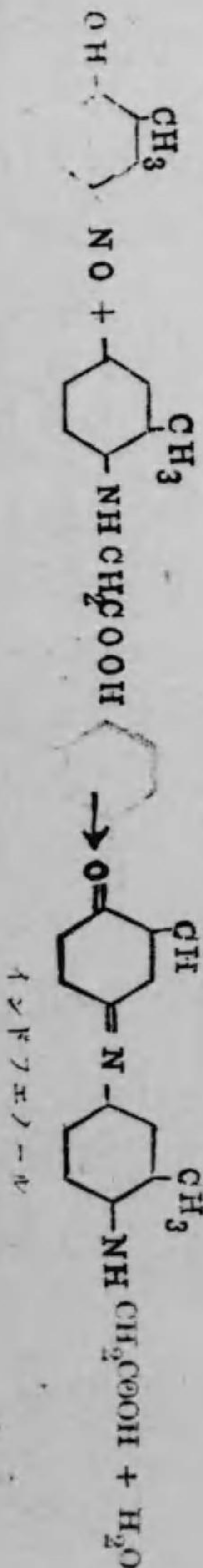
總べてインドフェノールを以て硫化染料を製出せんとする場合に、其の有色化合物よりも無色化合物を使用する方純粋なる品質を得。且つ其の作業上至便なれば之れを無色化合物として使用す。



三十一分のオルソトリールグリシジンを百七十五分の稀硫酸(七十%溶液)中に溶解したる中へ、二十四、六分のパラナイトロソフェノールを少量宛徐々に加へ之を能く攪拌せしむ。然る時は漸時作用を起し、其の溶液は終に濃青色に變ず。而して全く變化了りたる後、百三十分の重炭酸ソーダ及び多量の水塊を加へインドフェノールを分離せしめ、之を濾して前記せし如く其の無色化合物に變化せしめたる後使用に供す。即ち

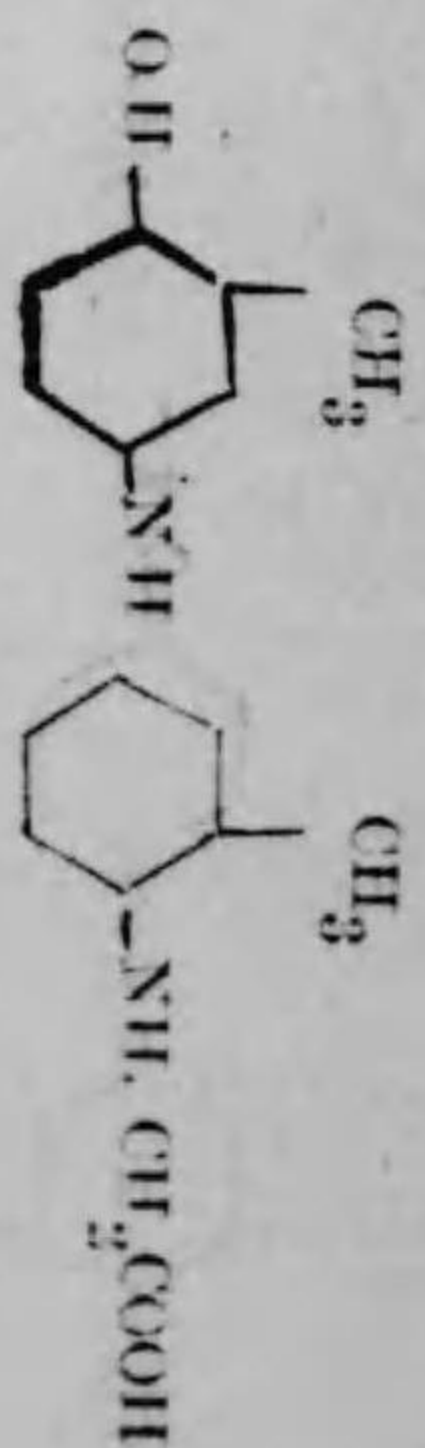


尙ほ又、二十四、六分のパラナイトロソフェノールに代ふるに二十七、四分の一、二、四パラナイトロソオルソトルソールを使用する時は、次の如きインドフェノールを得。

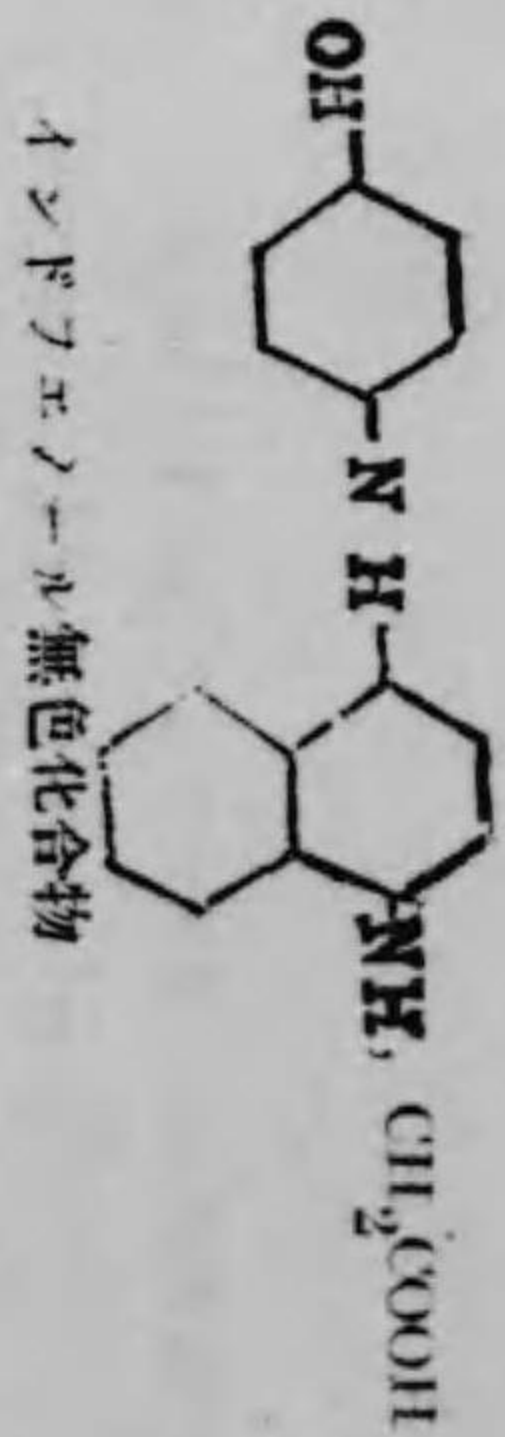
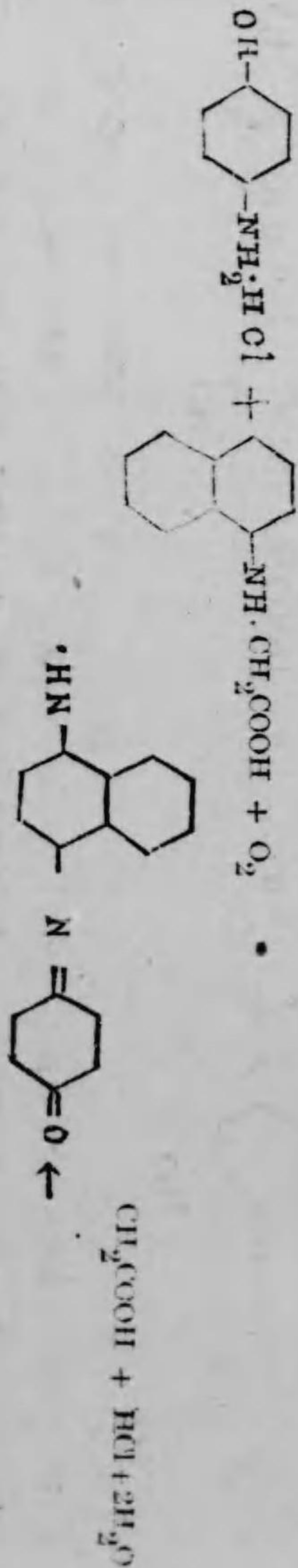


青色染料

三四一

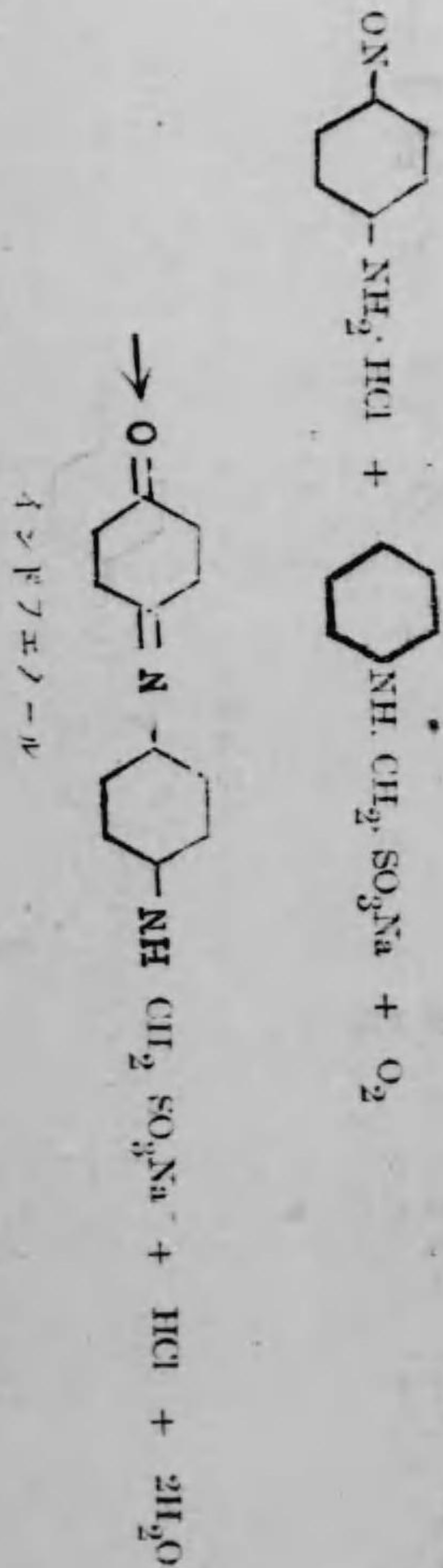


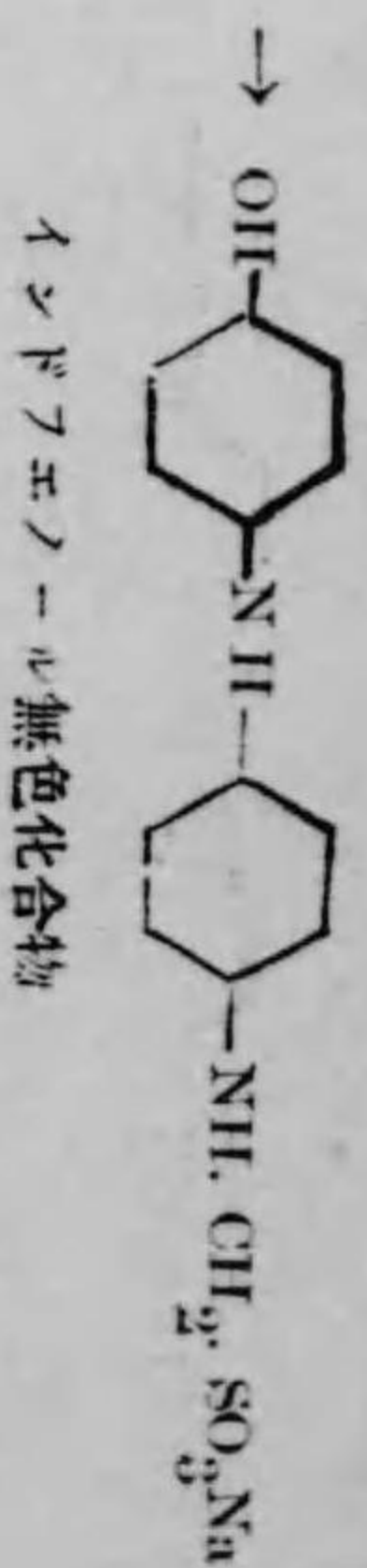
二十分のアルフワナフチールグリシン(十四分のアルフワナフチラミンと十分のモノクロ、醋酸との化合に依り得たる物) $\text{C}_6\text{H}_7\text{NH}_2 + \text{CH}_2\text{COOHCl} \equiv \text{C}_6\text{H}_7\text{NH}\cdot\text{CH}_2\text{COOH} + \text{HCl}$ を適量の冷水に溶解せしめて五分のソーダ灰を加へ、十四、七分のバラアミドフェノールハイドロクロライドを八分の苛性ソーダ及び適量の冷水に溶解せしめたる物を加へ、之れを零度に冷却せしめし後、千五百分の次亜硫酸ソーダ液(十%溶液)を加ふれば溶液は直ちに赤褐色に變じ徐々に泥狀固塊し來たる、此に於て食鹽及び重碳酸ソーダを加へ、其のインドフェノールを沈澱せしめて濾し、十%食鹽水を以て洗滌して之れを既記せし如く其の無色化合物に變化せしめて使用に供す。即ち、



尚ほ又、十四五分のバラアミドフェノールハイドロクロライドに代ふるに同量のオルソクロ、バラアミドフェノールを用せしむる際は又、異なる組織式を有するインドフェノールを得。

二十、九分モノメルアニリンアルフワサルホニツク酸ソーダと十四、七分のバラアミドフェノールハイドロクロライドとを適量の冷水に溶解せしめて三十二分の濃硫酸を加へ、之れを零度に冷却せしめ、二十分の重クロム酸加里の濃溶液を加へて充分攪拌し之れを能く酸化せし後、其の青色沈澱を濾し、能く水洗し稀薄硫酸ソーダ液にて處理し、其の沈澱を溶解せしめて不溶解物を除去し、酸液に重碳酸ソーダを加へて無色インドフェノールを沈澱せしめ、濾過、水洗、乾燥して使用に供す。即ち、





一九青色染料

特許 獨、一四〇、七三三 (千九百〇一年)
 英、七、七二六 (千九百〇五年)
 露、一〇、四九五
 製造所 カセラ染料製造株式会社

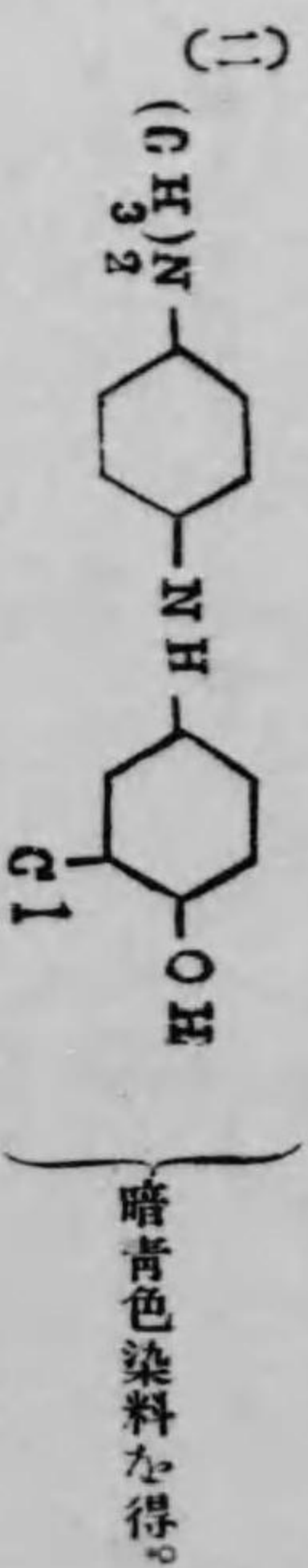
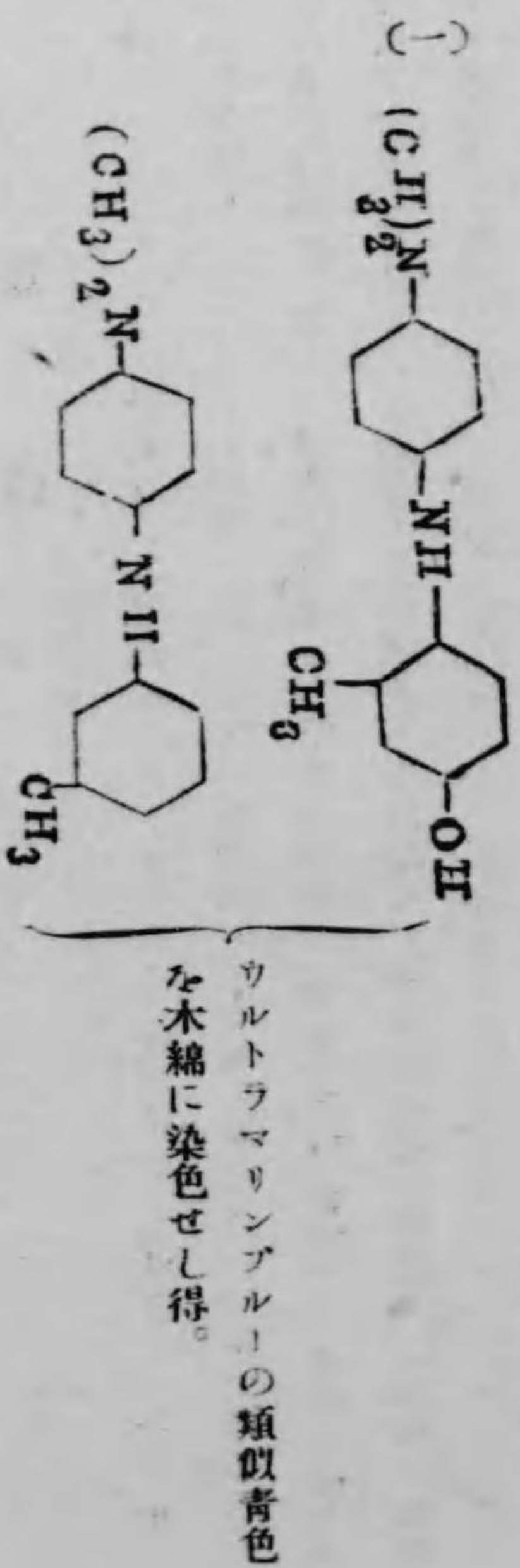
性質

一般に水に可溶性にして青色を呈し、硫酸には稍々溶解して青色を呈し、硫化ソーダにて全く之を還元せしめ得。木綿を青色乃至暗青色に染色し得。

製法

七十五分の硫化ソーダ、十八分の硫黄、十分の水とを百度にて融解したる中へ二十五分のインドフェノールを加へ、逆流冷却器装置にて百十五度にて廿四時間加熱作用を與へたる後、其の融化物を水にて溶解し、不溶解物を濾過して其の濾液に食鹽を加へ、染料を沈澱せしめ濾過して乾燥せしむ。

本法に使用せらるゝインドフェノールは、

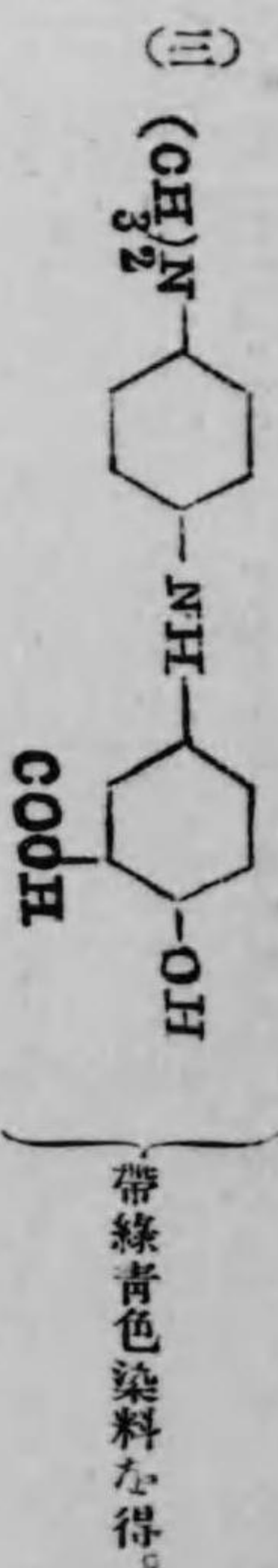


ダイメチルトリアミドフェニールパラオキシメタ又はオルソトリラミンにして、ダイメチールパラフェニレンジアミンとオルソクレソール又はメタクレソールとを混合し、之を既に記したる如く重クロム酸加里及び硫酸と共に酸化せしめて得らるる百五十四度融點を有する(メタ化合物)絹光針狀結晶にして、水に不溶解なれども酸アルカリ等には容易に溶解し、殊にアルカリ溶液は之れを空氣に曝露すれば純青色を呈す。オルソ化合物は百三十二度乃至百三十三度の融點を有す。

ダイメチールアミドパラオキシメタクロ、ダイフェニラミンにしてダイメチールパラフェニレンジアミンとパラアミドクロ、フェノール(NH₂:Cl:OH = 1:3:1)との連続酸化にて得らる。

黄色染料

硫化染料製造法



ダイメチルパラオキシダイフェニラミンメタカーボキシリツク酸にして、ダイメチルパラフェニレンダイアミンとサルチル酸との連続酸化に依りて得らる。

110 青色染料

特許 佛、三七四、八〇〇
製造所 ビダル商會 巴里

性質

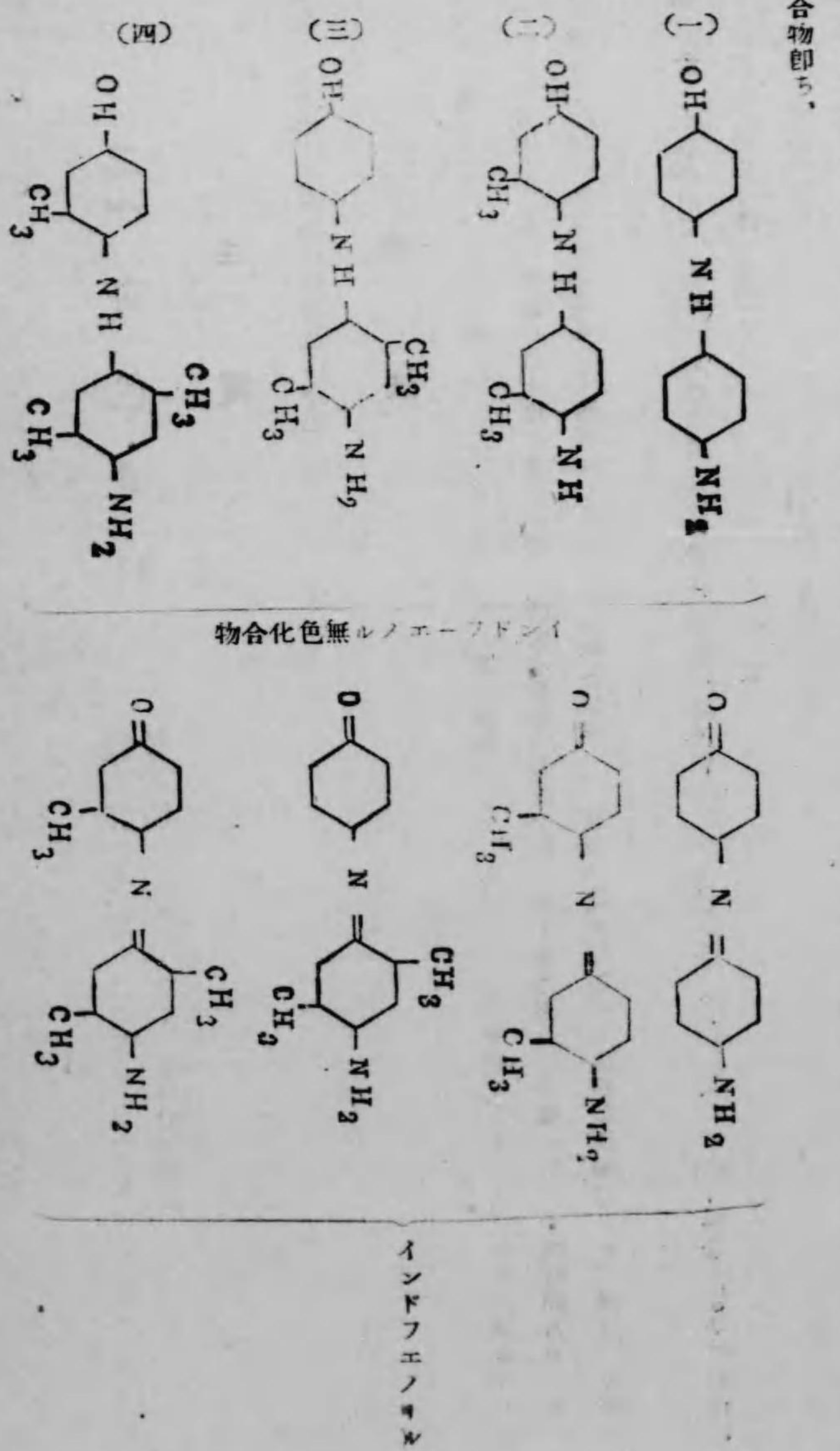
硫化ソーダ溶にて木綿を暗青色に染色し得。

製法

三十分の硫化ソーダと十分の硫黄及び十分のインドフェノール(後記す)とを混合し、百十度乃至百十四度にて四五時間加熱せし後、之れを乾燥せしめて其まゝ使用に供するか、又は三十分の水と共に之れを逆流冷却器下にて三十六時間加熱せしめ、其の硫化物を水にて溶解し濾し、濾液に通風して染料を沈澱し、濾過、水洗、乾燥して使用に供す。

又は百分のインドフェノールと六十五分の硫黄とを混合し、四時間百七十度乃至二百度に加熱したる後、之れを百三十度にて乾燥せしめ其のまゝ使用に供す。本法に使用せらるるインドフェノールは、パラアミドフェノール又はパラアミドクレソールをオルトトレイザン又はザイリザンと共に連続酸化せしめ得たる。

パラアミドパラオキシフェニールトリラミン(一)又はパラアミドパラオキシダイトリラミン(二)或はパラアミドパラオキシフェニールトリラミン(三)及びパラアミドパラオキシメチルダイトリラミン(四)及び之等の無色化合物即ち、



黄色染料

硫化染料製造法

等なりとす。

二一 青色染料

特許 英、二六七〇〇、(千九百〇三年)
製造所 レビンスタイン染料製造會社

性質

硫化ソーダ浴にて木綿を緑青色に染色し得。

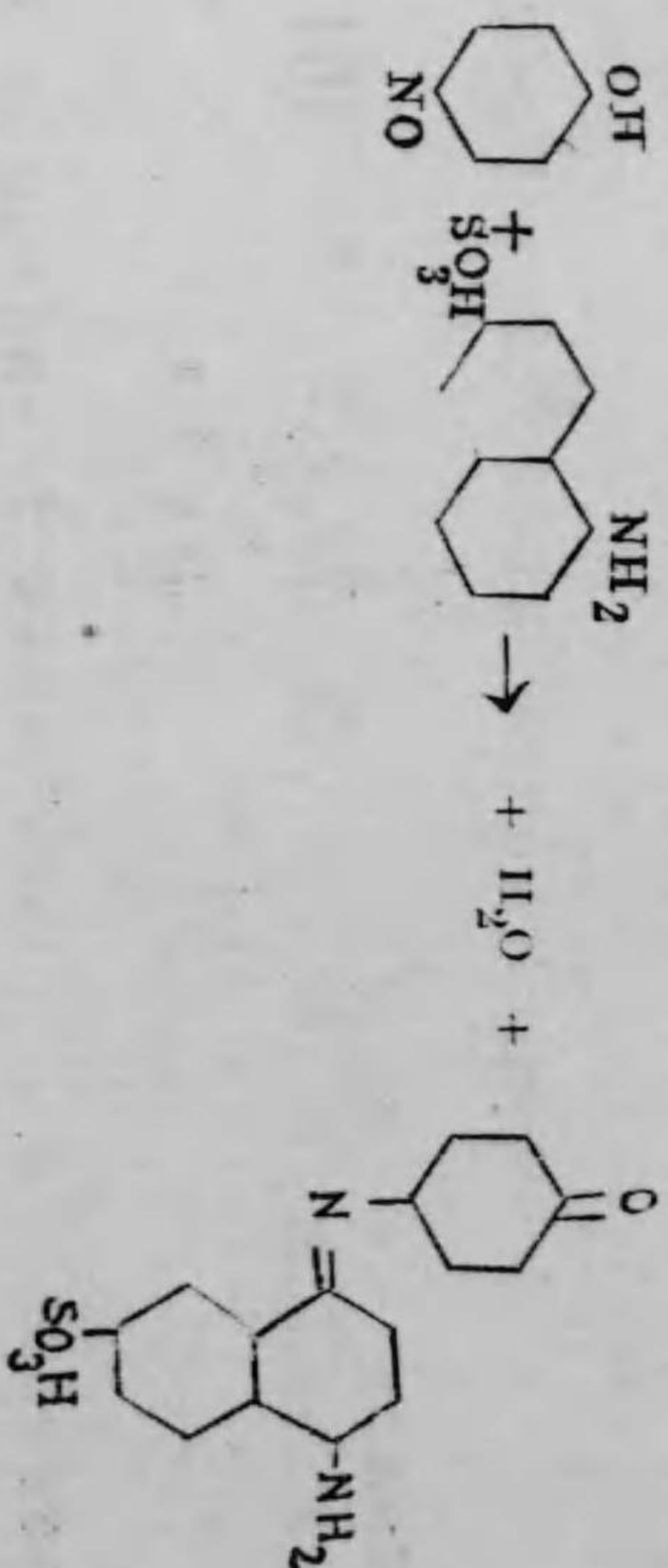
製法

四十分の硫化ソーダ、十分の硫黄、二十分の冷水を九十度に加熱せしめたる中へ十分の無色インドフェノール(後記す)を加へ、之れを煮沸して其の沸點の百十度に達せし際、逆流冷却器の裝置を用ひ百十度乃至百二十度にて二十四時間乃至三十六時間加熱作用を與へたる後、温湯にて溶解せしめ其の不溶解物を濾し、濾液に食鹽を加へて染料を沈澱せしめ、濾過、乾燥せしむ。

備考 本染料製造に當り、加熱温度の低き場合には常に純青色に近き色を得。之れに反し、高き場合には其の熱度比例して暗色の度を増加す。

本法に使用せられたるインドフェノールは左の方法にて製せらる。
四十六分のアルフナフチラミン六、モノサルホニツク酸を百四十分の硫酸(七十%)にて溶解せしめ、攝氏十度乃至二十度にて二十五分のパラナイトロソフェノールを加ふ。而して之れを充分攪拌せしむれば青緑沈澱を生ず。之れを百二十分の炭酸ソーダを一千分の冷水に溶解せしめ、中へ注加し攪拌すれば暗綠色の粘塊狀物を分離す。之れを濾して

其のまゝ使用に供するか、又は之れを稀薄硫化ソーダ液にて溶解せしめ、炭酸ソーダを加へて無色インドフェノールを沈澱せしめ。之れを濾過、水洗、乾燥せしむれば灰色の粉末パラオキシアミドフェニールアルフナフチラミンサルホニツク酸を得。



モノオキシアミドフェノール
ナフチラミンサルホニツク酸

二二 青色染料

特許 英、一七、三一八(千九百〇四年)
製造所 カセラ染料製造株式會社

性質

硫化ソーダ浴にて木綿を紫色に染色し得。

青色染料

製法

二百四十分の硫化ソーダ、百二十八分の硫黄、百分の水を九十度にて加熱溶解せしめたる中へ二百分のインドフェノール(パラアミドフェノールと石炭酸の連続酸化に依り得たるダイオキシダイフェニラミンを加へ、之れを逆流冷却器の装置の下に百十度にて二十時間加熱せしめたる後、水を以て溶解して其の不溶解物を濾し、濾液に通風せしめて染料を沈澱濾過せし後、更に百分の冷水を混合し、五十分の苛性ソーダ液(ホーメ四十度)を加へ、二十五分の過酸化ソーダを徐々に加へたる後、之れを六十度に加温せしむ。然る時は、其の緑青色溶液は漸次赤紫色溶液に變化し來たる。此に於て鹽酸を加へ、其の溶液を中性となせし後、食鹽を加へ染料を沈澱せしめ、濾過乾燥して使用に供す。斯くして得たる染料は前の方法にて得たる物よりも其の青味を増加す。

一三三 青色染料

特許 獨、一五六、四七八、
製造所 カレー染料製造株式會社

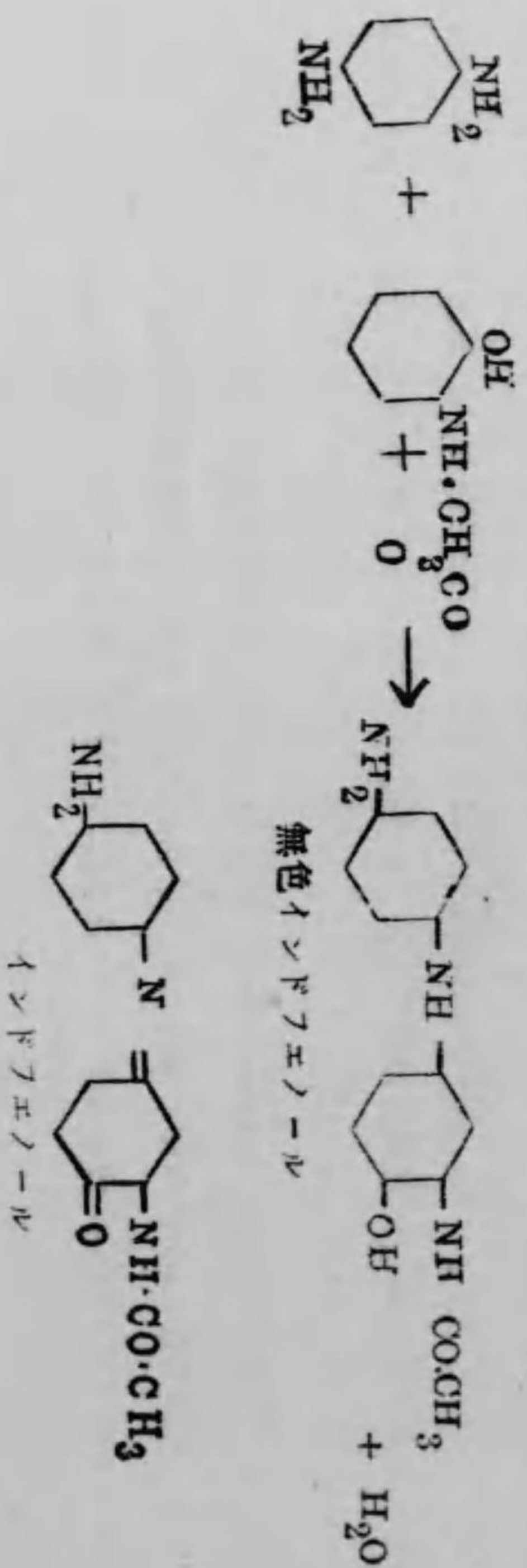
性質

硫酸にて紫色を、硫化ソーダにて赤紫色を呈し、其の溶液に多量の苛性ソーダを加ふれば紫色の沈澱を生ず。硫化ソーダ浴にて木綿を赤青色に染色し得。

製法

百分の硫化ソーダを十分の熱湯と混合し、之れを九十度乃至百度に加熱融解したる中へ百六十七分のオルソアセトアミドフェノールより得たる泥狀インドフェノールを加へ、更に四十二分の硫黄及び三十分のグリセリンを加へ、之れを逆流冷却器装置の下に百二十度乃至百三十度にて二十時間加熱せし後、少量の温湯に溶解して其の不溶解物を濾し、濾液に通風し染料を沈澱せしめ、濾過、水洗、乾燥す。

本法に使用せられたるインドフェノールは、百〇八分のパラフェニレンジアミンと百六十七分のオルソアセトアミドフェノールとの混合物を重クロム酸加里及び硫酸にて酸化せしめて得たる物なり。



一三四 青色染料(インメジアルイ)

特許 獨、一九九、九六三、
英、三一七、二一九、
米、七〇九、一五一
製造所 カセラ染料製造株式會社

性質

灰青色粉末にして硫化ソーダにて紫色を呈し、同浴にて木綿を種々なる藍色に染色し得。

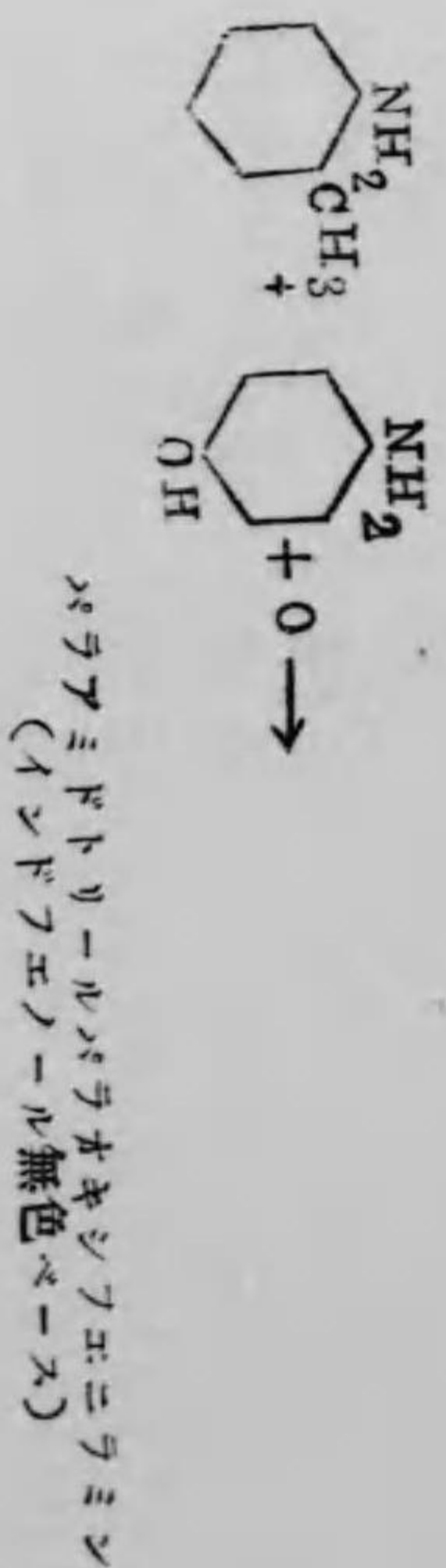
製法

四十八分の硫化ソーダを十九分の硫黄と共に八十度に加熱して融解せしめたる中へ十一分のパラアミドトリールパラオキシフェニラミンを加へ、之れを逆流冷却器装置の下に徐々に温度を昇せて百二十度に達せしめ、此の温度を保ちつゝ約二十時間加熱を續行し、而して得たる無色染料を温湯に溶解し、其の溶液を濾して濾液に通風し染料を沈澱せしめて之れを濾し、水洗、乾燥せしむ。

備考 本染料を百二十度以上に加熱せしむる時は其の暗色及び綠色の程度を増加し、又百度乃至百二十度にて加熱するか、又は其のアルコール溶液にて煮沸作用を與ふれば鮮明なる帶紫青色を得。

本法に使用せるインドフェニール即ちパラアミドトリールパラオキシフェニラミンは左の方法に依り製せらる。
十一分のパラアミドフェニールと十、〇七分のオルソトルイヂンを二百分の冷水及び三十一分の濃硫酸（ボーメ六十六度）とに溶解せしめ、氷塊を以て之れを冷却して二十分の重クロム酸ソーダを二百分の冷水に溶解せし物を速に加へ攪拌し、尙ほ直ちに七十五分の硫化ソーダを濃厚に溶解せる物を速に加へたる後、八十五度乃至九十度に加熱せしむればパラアミドトリールパラオキシフェニラミンは溶解せられ、溶液中にクロム酸化合物は沈澱と共に殘留するを以て之れを濾し冷却して重炭酸ソーダを加ふればパラアミドトリールパラオキシフェニラミンを分離せしむるを得。次で之れを濾し乾燥して使用に供す。尙ほ精製法を行ふ可き場合には、稀鹽酸を以て之れを溶解濾過し、其の濾液に再び重

炭酸ソーダを加へ沈澱せしめて、濾過、乾燥しベンゾールにより結晶せしむ。灰色針狀結晶にして百六十度の融點を有し、酸アルカリ等に溶解容易なり。アルカリ溶液を空氣に曝露せしむれば直ちに青色に變化す。



二五 青色染料

特許 英、二六一七 (千九百〇三年)
製造所 レヴンスタイン染料製造會社

性質

硫化ソーダ溶にて木綿を淡青色に染色し得、其の染色甚だ堅牢なり。

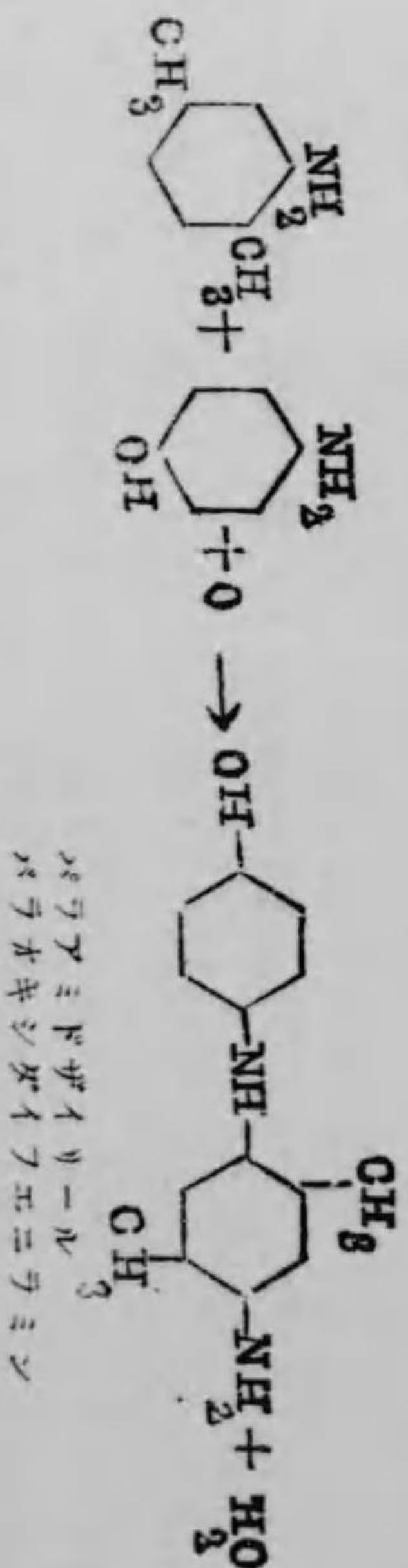
製法

二十四分の硫化ソーダ、五分の硫黄及び五分の熱湯を混じ加熱融解せしめ、五分のイレドフェニール(後記す)を加へて加熱し、其の水分を蒸發した後、逆流冷却器の装置の下に百二十度にて廿四時間加熱作用を與へ、温湯に溶解せしめて濾し通風して

硫化染料製造法

染料を洗滌せしめたる後、濾過、乾燥せしめて使用に供す。

本法に使用せられたるインドフェノールはパラアミドザイリールパラオキシダイフェニラミン。即ち、



にして、十一分のパラアミドフェノールと十二、一分のパラザイリヤンとを混合して三分の冷水を加へ、更らに三十二分の濃硫酸を加へて溶解せしめ、水塊を加へて零度に冷却せしめたる後、二十分の重クロム酸加里の濃溶液を加ふれば忽ちにして深青色のインドフェノールは沈澱析出す。是に於て尙ほ七十五度の硫化ソーダの濃液を加へ、能く攪拌して九十度に加熱し、之れを濾過し其の濃液に炭酸ソーダ及び食鹽を加へ、パラアミドザイリールパラオキシダイフェニラミンを沈澱析出せしめたる後、之れを濾過乾燥せしむ。此物は百七十度の融點を有する灰色粉末にして、水に不溶解、酸、アルカリ類に可溶性にして、殊に其のアルカリ溶液を空氣に曝露せしむれば忽にして青色に變ず。アルコールに可溶性にしてメンゾールには溶解困難なり。尙ほ又、パラアミドザイリールパラオキシダイフェニラミンに代ふるにパラアミドザイリールパラオキシクロロダイフェニラミンを以てせしむれば、帶綠青色染料を得。パラアミドザイリールパラオキシクロロダイフェニラミンは、パラアミドクロロフェノールとパラザイリヤンとの混合物を重クロム酸加里及び硫酸と共に酸化せしめて得らる。尙ほオルソトルイヤンとパラアミドクロロフェノールとの連続酸化化合物たるパラアミドトリールパラオキシクロロダイフェニラミンよりも同結果を得。

得。

二六 青色染料

特許 英、三二二、八七九 (千九百〇三年)
佛、三三二、五六〇
米、七四七、六四三

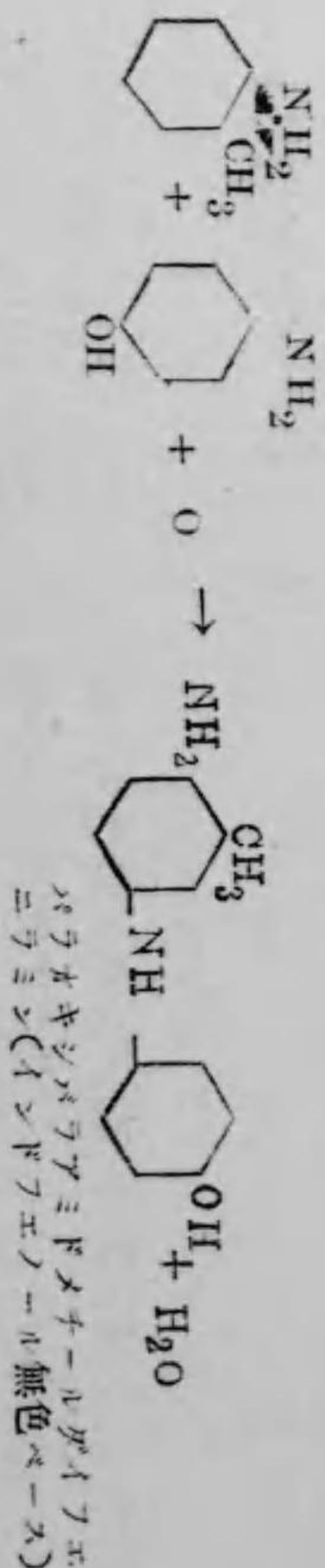
製造所 サンドウ化学染料製造會社

性質

硫化ソーダの冷液に青藍色を呈し温液にて還元し褐色を呈し、其の冷液にて能く木綿を青色に染色し得。水に不溶解なり。

製法

六分のインドフェノール(パラオキシパラアミドメタメチルダイフェニラミン)と五分の硫黄及び〇、二分の酸化クロム(CrO₂H₂O)とを混合し、之れを百九十度乃至二百度にて加熱す。而して全く硫化水素ガスの發散を了りたる時は變化の終りたる證なれば、是に於て尙ほ二時間攪拌を繼續し、其の硫化物が堅き泥狀を呈するに至りて加熱を停止し、之れを冷却せしむれば黒紫色の塊狀を得。之れを粉末となして、其まゝ、使用に供す。



青色染料

備考 本染料製造に當り、酸化クロムを使用せざる際は暗緑青色を得。インドフェノールは百〇九分のパラアミドフェノールと百〇七分のオルソトルイサンとを重クロム酸加里及び硫酸とを以て酸化せしめて得らる。

二七 青色染料

特許 英 七八七一 (千九百〇二年)
製造所 レヴホンスタイン染料製造會社

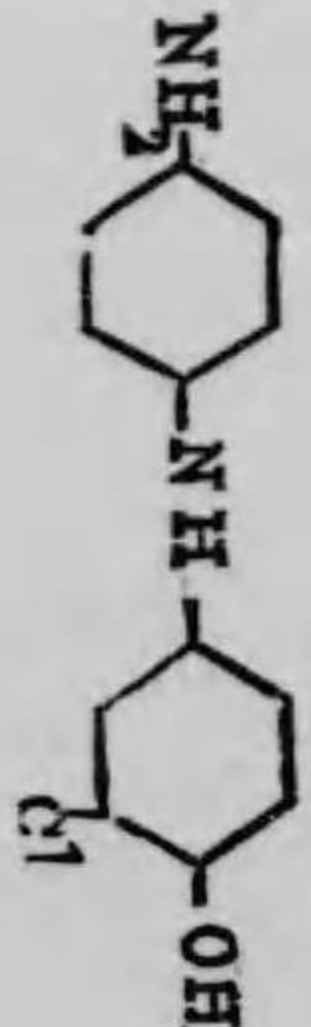
性質

硫化ソーダ溶にて木綿を藍青色に染色し得べく、其の染色は鹽素に對し特に堅牢なり。

製法

五十分の硫化ソーダ、二十分の硫黄及び五十分の水を加熱溶解せしめたる中へ十分のインドフェノールを加へ、之れを逆流冷却器装置の下に二十時間煮沸せしめたる後、温湯に溶解せしめ其の不溶解物を濾過し、濾液に通風して染料を沈澱せしめ、濾過、乾燥せしめ使用に供す。

本法に使用のインドフェノールはパラオキシメタクロ、パラアミドダイフェニラミンにして、同分子量のオルソクロロフェ



ノールとパラフェニレンジアミンとの混合物を其のアルカリ溶液にて次亞鹽酸ソーダにて酸化せしめて得らる。又は同分子量のパラナイトロクロロベンゼンホルソサルホニツク酸とホルソクロ、パラアミドフェノールと醋ソーダとを共に煮沸化合せしむればパラナイトロパラオキシメタクロダイフェニラミンホルソサルホニツク酸を得。之を鐵粉及び醋酸に依り硝酸根を還元せしむればパラアミドパラオキシメタクロ、ダイフェニラミンホルソサルホニツク酸を得。而して之れを稀硫酸と共に密閉加壓釜にて數時間加熱せしむれば、其の硫酸根は除去せられパラアミドパラオキシメタクロ、ダイフェニラミンを得。百五十三度の融點を有する無色絹光の針狀結晶にして水に少しく溶解し、酸、アルカリ等には容易に溶解す。殊に其のアルカリ溶液を空氣に曝露せしむる時には直ちに青色に變ず。

二八 青色染料

特許 英、二三、四一八 (千九百〇二年)
佛、三二六、〇八八
米、七四二、一八九
製造所 カセラ染料製造株式會社

性質

硫酸に作用せしめて暗青色を呈し、硫化ソーダにて紫色を呈し、同溶にて木綿を綠青色に染色し得。

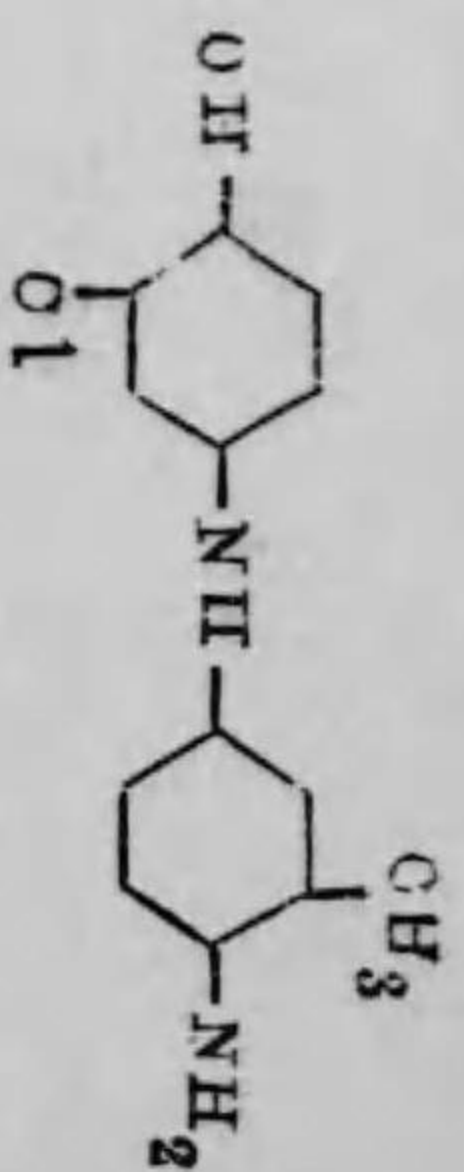
製法

百分の硫化ソーダと五十分の硫黄とを混合して八十度乃至九十度に加熱融解せしめたる中へ徐々に二十五分のインドフェノールを加へ、逆流冷却器装置の下に之れを百十五度乃至百二十度にて二十時間加熱作用を支へたる後、之れを温湯にて溶解せしめ其の不溶解物を濾し、濾液に通風して染料を沈澱せしめ、濾過、水洗、乾燥せしめて使用に供す。

硫化染料製造法

本法に使用せらるゝインドフェノールは次の方法にて製せらる。

インドフェノール乃ちパラオキシメタクロ、フェニールパラアミドトリラミンは



の組織を有し、十四、四度のクロロパラアミドフェノール一〇、七分のオルソトルイヂンと二分の冷水、三十一分の硫酸と共に溶解せしめ、氷塊を以て零度に冷却し、二百分の十%重クロム酸加里液を加へて能く攪拌したる後、七十五分の硫化ソーダを濃厚に溶解せし物を加へ、之れを八十五度乃至九十度に加熱す。而して之れを濾し、其の濾液に炭酸ソーダを加へ、其の沈澱を濾過し乾燥せしめて使用に供す。灰綠色の粉末にして水に溶解困難なれども、一般の有機性溶剤及び酸、アルカリ等には容易に溶解し、殊に其のアルカリ溶液は之を空氣に曝露せしむれば美はしき青紫色を呈す。

二九 青色染料

特許 英、一、二、二、九 (千九百〇二年)
米、七、三、二、〇、九、〇
製造所 レッペンスタイン染料製造株式會社

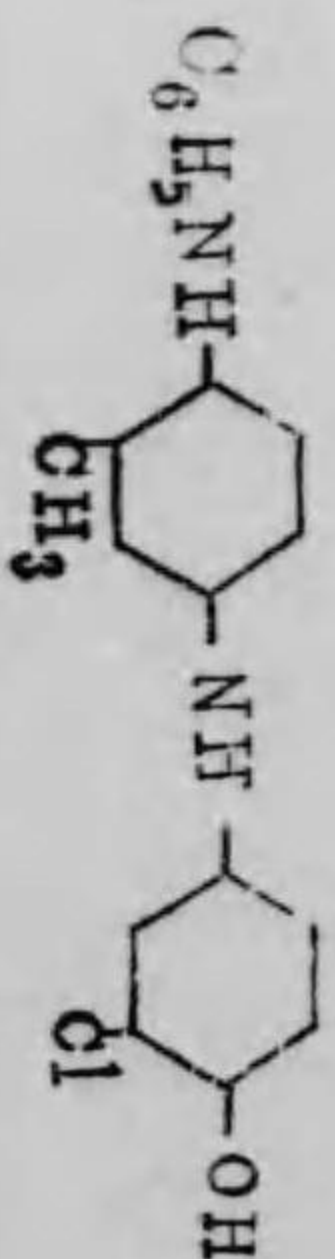
性質

水に不溶解、濃硫酸にて青色を、苛性ソーダにて赤紫色を、硫化ソーダにて紫色を呈し、同浴にて木綿を青藍色に染色し得。

製法

五十分の硫化ソーダ、二十分の硫黄、三十分の冷水を加熱溶解せし中へ十分のインドフェノールを加へ、之れを煮沸して其の沸點の百十五度に達せし時より逆流冷却器の装置を行ひ、百十五度乃至百二十度にて廿四時間加熱作用を與へたる後、之れを温湯にて溶解せしめ其の不溶解物を濾し、濾液に通風せしめ染料を沈澱せし後、之れを濾過、水洗、乾燥せしめて使用に供す。

本法に使用せらるゝインドフェノールはパラエモールアミドメタトリールパラオキシメタクロ、フェニラミンにして、即ち次の如き組織式を



有し、六・七五分のエチルオルソトルイヂンと七・二分のオルソクロ、パラアミドフェノール(融點百三十五度)、十二、五分濃硫酸(ボイメ六十六度)とを二分の冷水を以て溶解せしめたる中へ、百二十五分の十%重クロム酸加里液を加へ、之れを能く攪拌せしめて後、其の青色沈澱インドフェノールを以て沈澱せしめ、濾し水洗して其のまゝ使用に供し得。然れども尙ほ之れを其の無色化合物に變化せしむるを要す。即ち次の方法に依りインドフェノールの青色化合物に變化せしむ。

濾過して得たる青色沈澱を百二十分の冷水と共に攪拌せしめ、二十五分の硫化ソーダを百二十五分の温湯に溶解せしめたる物に加へ、之れを七十度に加温して濾し、濾液に炭酸ソーダを加へてパラエチルアミドメタトリールパラオキシメタクロ、

青色染料

フェニラミンを沈澱拆出せしめ、之れを濾過、水洗、乾燥して使用に供す。

三〇 青色染料

特許
製造所

獨、一六一、六六五
英、三二八、八二二
佛、三二八、一三三
米、七二八、六二二
マ、七二八、六二二
アル、ニ、ル、チ、エ、ス、ウ、ン、ド
染料製造株式會社

性質

水に不溶解、アルコールに稍々溶解し、硫酸にて青色を呈し、苛性ソーダの濃液に容易に溶解し、二硫化ソーダ浴にて木綿を青色に染色するを得。

製法

二百分の硫化ソーダ、八十四分の硫黄、二十分の熱湯を煮沸溶解せしめて六十分のインドフェノール、六十分のグリセリン及び四十分のアルコールを加へ、之れを九十四度乃至百十度に廿時間加熱を與ふれば、加熱作用の進行するに従ひて融解物は徐々に分離し來たり硫化水素ガスを盛んに發生す。而して全く加熱作用を與へたる後、水を以て稀薄ならしめ、其の分離物即ち染料を濾し、水洗、乾燥せしめて使用に供す。

本法に使用せられたるインドフェノールは左の方法に依り製せらる。

九十四分の石炭酸を二千分の冷水及び百十八分の苛性ソーダに溶解せしめたる中へ百十分の鹽化カルシウム濃厚液を加へ能く攪拌すればダイクロ、フェノールを得。之れを炭酸ソーダを加へて沈澱せしめ其の母液より分離せしめて使用に供するか、

又は其まゝ百五十分のナイトロソダイメチルアニリンを選元して得たるパラアミドダイメチルアニリンを一千五百分の水に溶解せしめたる物を加ふ。而して之れを攝氏四度に冷却せしめ、千三百十八分の赤血鹽と二百十二分の炭酸ソーダを四千五百分の冷水に溶解せし物を加へ、之れを充分能く攪拌せしむれば徐々にダイクロ、インドフェノールの沈澱を生ず。之れを濾して其のまゝ使用に供するか、又は之れを無色化合物に變化せしめ使用に供す。即ち該沈澱を硫化ソーダの稀薄溶液に溶解せしめ、之れを濾し其の濾液に炭酸ソーダを加へ、ダイメチルパラオキシメタ、メタダイクロ、ダイフェニラミンを分離析出せしむ。

ダイクロ、フェノールに代ふるにガルスモノクロ、フェノールを使用せしむる際も亦同結果を得。(米國特許七三二〇九〇)。
グリセリンを使用せずして硫酸酸化を行へば其の物は淡青色染料を得。

三一 青色染料

特許
製造所

獨、一七二、〇七九
英、八四一、八七七
米、八四一、八七七
グ、リ、ス、ハ、イ、ム、エ、レ、ク、ト、ロ、ン
化學染料製造會社

性質

硫化ソーダ浴にて木綿を赤青色に染色し得。

製法

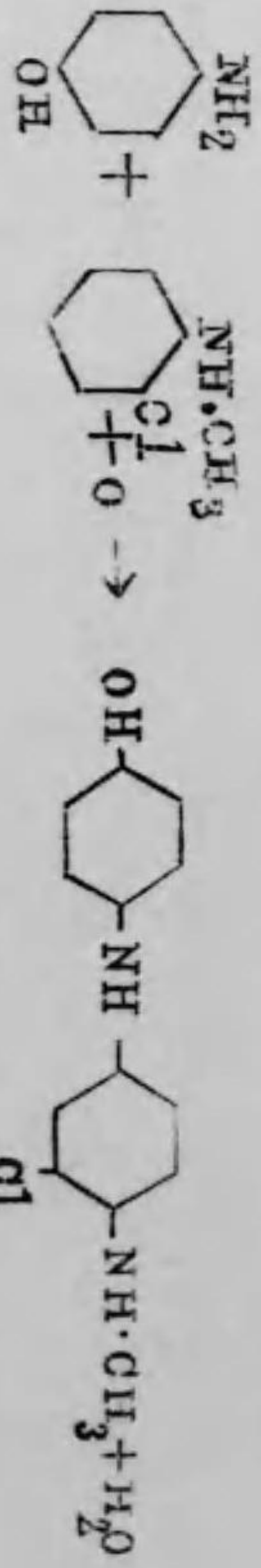
二百四十分の硫化ソーダ、九十六分の硫黄及び五十分の熱湯を五十度にて溶解せしめたる中へ、七十四、五分のインドフェ

青色染料

硫化染料製造法

ニールを三十五分の苛性ソーダ液(ボーメ三十五度)に溶解したる物を加へたる後、之れを煮沸せしめて其の沸點百十五度に達せし時より之れを逆流冷却器装置の下に十四時間煮沸せし後、温湯を以て之れを溶解せしめて濾し、濾液に通風して染料を沈澱せしめ、濾し、水洗し、乾燥して使用に供す。尙ほ又グリセリンを加へて本染料融解法を行ふ際は、グリセリンを使用せざる物と異り帯赤青色染料を得。

本法に使用せられたるインドフェノールは、分子量のパラアミドフェノールとオルソクロロモノメチールアニリクとを次亜鹽酸ソーダを以て酸化せしめ、得たる物を硫化ソーダに依り其の無色化合物となして使用に供す。



パラモノメチールアミノフェノール
キクロロ・ダクトフェニラミン

三三三 青色染料 (インメツアルインザゴール、RRB、R、G)

特許 獨、一五〇、五五三
英、一六、八二三
佛、三三三、二〇二
米、七二三、一五四

製造所 カセラ染料製造株式会社 (千九百〇二年)

性質

水に不溶解、アルコールに不溶解、アニリンに濃青色を、硫酸に深青色を、硫化ソーダにて黄緑色を呈し、木綿を青藍色に染色し得。

製法

二十七、基半のインドフェノール(フェニールアミドパラオキシダイフェニラミン)を百五十リッターのアルコールにて溶解せしめし中へ五十五基の五硫化ソーダ(S₂S₅)を加へ、之れを逆流冷却器装置の下に廿四時間煮沸せしめたる後、其のアルコール分を蒸發せしめ其の残渣を温湯を以て溶解せしめ、其の不溶解物を濾し、濾液に通風して染料を沈澱析出せしめ之れを濾し乾燥せしむ。斯くして得たる染料は暗青色銅光輝を有する粉末にして、木綿を青藍色に染色するを得。

二十基半のフェニールアミドオキシダイフェニラミンに代ふるに、二十八基八分のパラフェニールアミドフェニールパラオキシトリラミンを使用し、既記せしと同法にて硫化法を行ふ際は、前者よりも稍、紫色を帯びたる藍色染料を得。

六十基の硫化ソーダと三十基の硫黄とを混合して加熱融解せしめ、二十基のフェニールアミドオキシダイフェニラミンを注加て之れを百四十度乃至百五十度にて二三時間加熱せしめ、後百リッターの温湯を加へて溶解せしめたる後、更に之れをボーメ二十度の食鹽水中へ注加し、能く攪拌して放置すれば染料は沈澱析出す。之れを濾過、水洗、乾燥して使用に供す。

備考

本染料の特許権はカセラ社にありて、其の後製造権をバール化学工業會社に譲りたる物なり。

フェニールアミトパラオキシダイフェニラミンは次の方法にて製せらる。

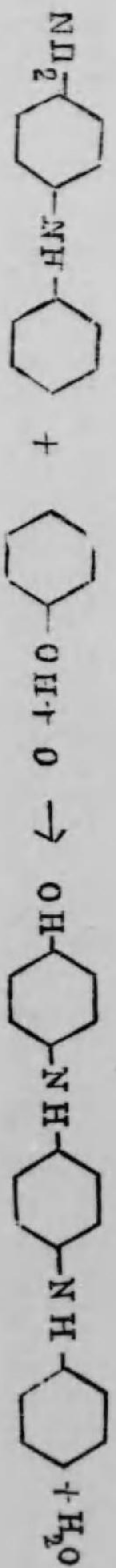
十八基五分のパラアミドダイフェニラミン(ダイフェニラミンを醋酸化合物に變化せしめ、硝酸を以て作用せしめナイトロダイフェニラミンを得。之れを醋酸及び亞鉛末と共に還元せしむればパラアミドダイフェニラミンを得。又はダイフェニールオレンヂ或はメタニールエロー、フェニールアミドアゾベンゾールの醋酸及び亞鉛末により還元せしめて之れを得。六十六度融點を有する板狀結晶體なり)を三百リッターの冷水及び十二基五分の鹽酸(ボーメ)廿度と共に溶解せしめ、九基四分の石炭酸を

青色染料

硫化染料製造法

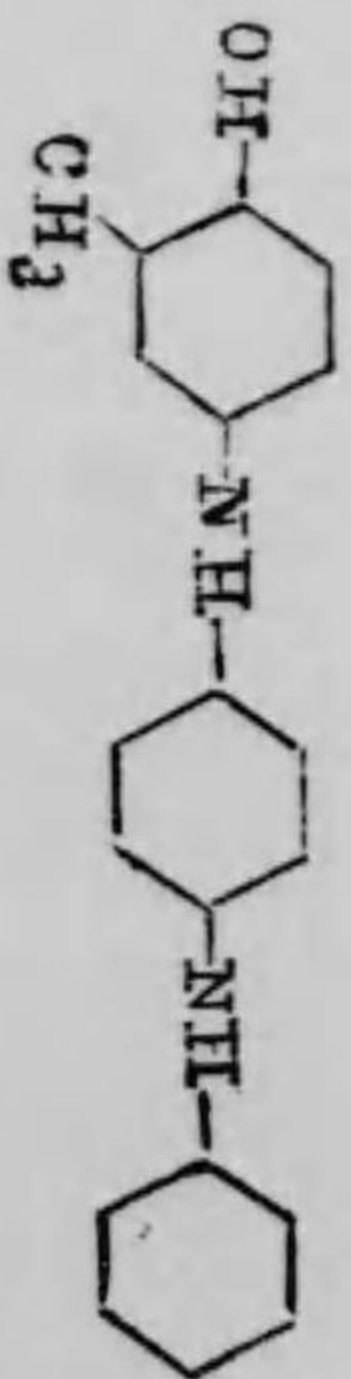
三六四

二百リーターの冷水に溶解せし物と共に混合し、更に二百リーターの重クロム酸加里十%溶液を加へ、之れを能く攪拌しつゝ六十基の醋酸(五十%)を徐々に加ふ。而して全く青綠色沈澱の生じりたる後、ソーダを加へて之れを弱アルカリ性となし七十五基の硫化ソーダを濃厚に溶解せしめたる物を加へ、之れを暫時四五十度に加熱煮沸したる後、濾して濾液を冷却せしむればフェニールアミドパラオキシダイフェニラミンは結晶析出す。水、ベンゼン等には不溶解、アルコール、アルカリ等に容易に溶解し、殊に其のアルカリ溶液は之れを空氣に曝露せしむれば直ちに青色に變ず。百四十九度乃至百五十度の融點を有する銀光色の板狀結晶體なり。



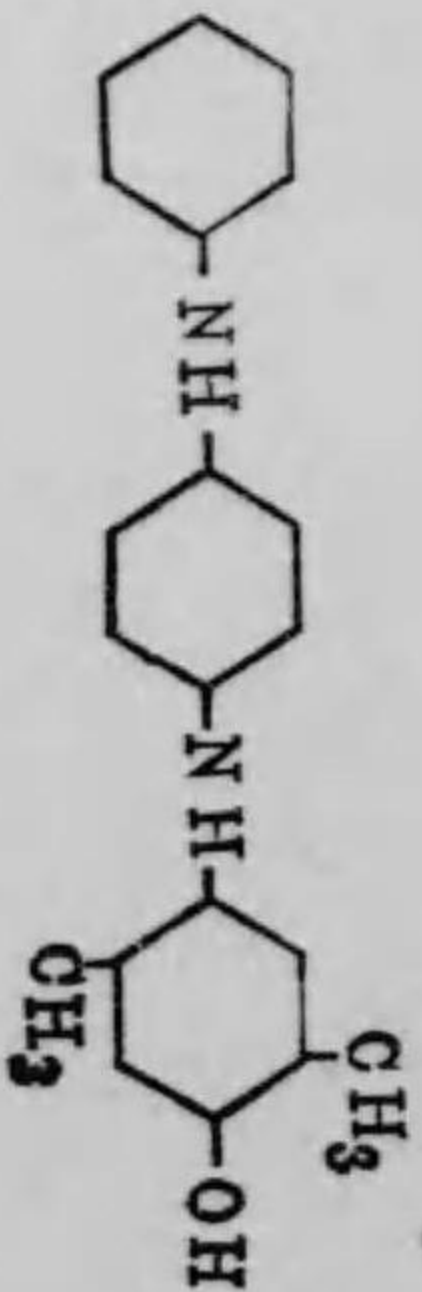
フェニールアミドパラオキシダイフェニラミン

九基四分の石炭酸に代ふるに十基八分のオルソクレソールを使用する時はフェニールアミドフェニールオキシトリラミン



を得ベンゼンに可溶性にしてアルコールに依り其の精製法を行ふ。百四十四度の融點を有する無色針狀結晶體なり。

九基四分の石炭酸に代ふるに十二基のバラザイレノールを使用し、既記せし如く酸化法を行へばフェニールアミドフェニールオキシザイリラミン



を得。針狀結晶體にして百七十一度乃至百七十二度の融點を有す。

又、次の方法にてもフェニールアミドパラオキシダイフェニラミンを製する事を得。

十七基のダイフェニラミンと十基七分のバラザイラミンとを、五百リーターのアルコールに溶解せしめて二十基の重クロム酸加里の濃溶液を加へ、次に七十二基の鹽酸(ホームゲ度)を攪拌しつゝ、徐々に加ふ。酸化作用の全く終りたる際は更に十二基の亞鉛末を加へ、次に稀鹽酸を攪拌しつゝ、徐々に加へ、其の溶液の淡黄色乃至無色に變じたる際、其のアルコールを蒸發して殘渣に多量の硫化ソーダ稀薄溶液を加へ、之れを數時間煮沸溶解せしめし後、其の不溶解物を濾し、濾液を冷却せしむればフェニールアミドパラオキシダイフェニラミンは結晶析出す。

三三三 青色染料

特許 獨、二〇五三九一
製造所 カレー染料製造會社

性質

青色染料

三六五

硫化染料製造法

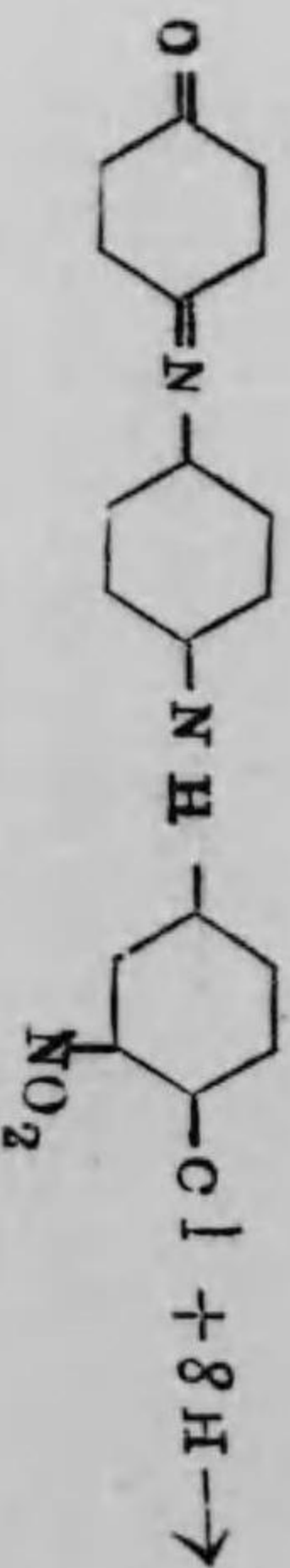
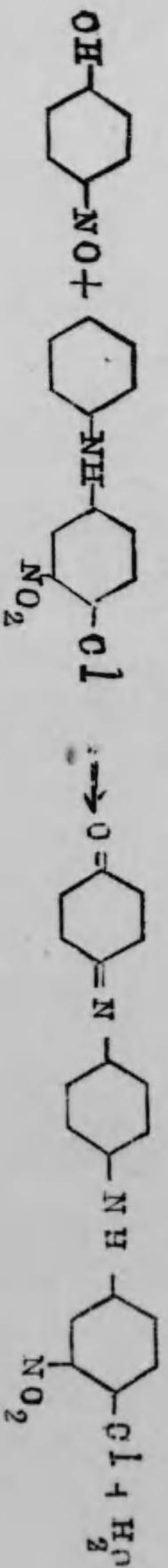
水に溶解し、硫化ソーダ浴にて木綿を青色に染色し得。鹽酸作用に對し特に堅牢なり。

製法

二十五分の硫化ソーダを二十五分の水と共に溶解せしめたる中へ十分のインドフェノールを加へ七十度乃至八十度にて約一時間加熱したる後、五四分の硫黄を加へて之れを逆流冷却器装置の下に二十時間百二十度乃至百三十度に加熱せしめ、温湯を以て之れを溶解せしめ鹽酸を加へ、染料を沈澱せしめて濾し水洗し乾燥して使用に供す。

本法に使用せられたるインドフェノールは左の方法に依り製せらる。

百二十三分のパラナイトロソフェノールを三倍量の濃硫酸に溶解せしめ、更に二百四十八分のパラクロ、オルソナイトロダイフェニラミンを五倍量の濃硫酸に溶解せし物を混合し、兩者を能く攪拌せしめて充分酸化作用を與へたる後、之れを多量の水塊上に注加すればインドフェノールの青綠色沈澱は忽ちにして生ず、之れを濾流し蒐集し冷水にて能く洗滌したる後、アンモニア水に溶解せしめ、之れに五十度にて硫化水素ガスを通じ、其の溶液の全く無色に變化せし後、硫化水素の通過を停止して徐々に温度を昇せ、煮沸々騰せしめて濾流し、濾液に重碳酸ソーダを加へインドフェノールを沈澱せしめ、濾過、水洗、乾燥して後使用に供す。



パラキニプロフェニールニラジ
ロ、カルソプロフェニールニラジ
(インドフェノール無色ニス)

三四 青色染料 (ヒドロソナル)

特許 獨、二一八、三七一
佛、四〇〇、〇二二
米、九一九、五七二
製造所 カセラ染料製造株式會社

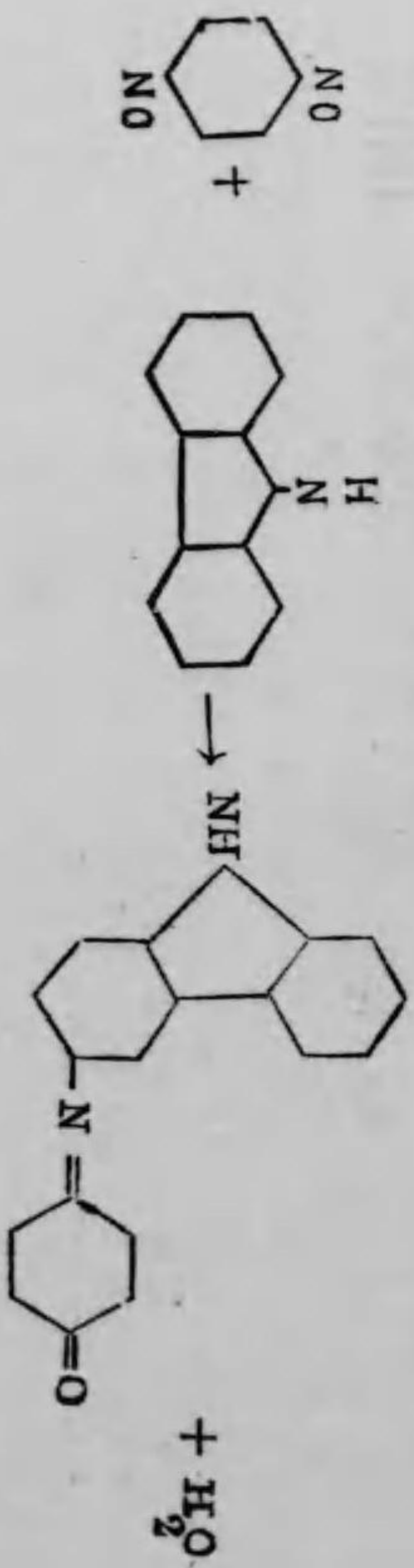
性質

泥狀として市販に表はる、物は二十%品質にして暗青黑色を呈す。乾燥せしむれば銅光色を有する暗色粉末を得。水に不溶解、濃硫酸に作用せしめて、暗青色を呈し、水を以て稀薄ならしむれば青色沈澱を生ず。硫化ソーダにて黄色を呈し、同浴にて木綿を暗藍色に染む。

青色染料

製法

十基のカーバゾールを百基の濃硫酸(ホーメ六十六度)に溶解せしめ(暗黄褐色を呈す)、八基のナイトロソフェニールを八十基の濃硫酸(ホーメ六十六度)に溶解せしめ、右兩者を混合すれば忽ちにして青綠色を呈す。而して之れを約二時間攪拌し。攪拌中硫酸の温度を二十五度乃至三十度に保たしむれば最も好結果を得。之れを多量の氷塊上に注加せしむれば忽ちにして青綠色沈澱を生ず。此の沈澱を濾し水洗し乾燥す。



斯くして得たるインドフェニールパラオキサミドフェニールカーバゾールを少量の温湯と混合し、十乃至十五基の硫化ソーダを加へて徐々加熱せしむ。而して全く青綠色が暗黄褐色に變化したる後、更に硫化ソーダと同量の硫黄を加へ、之れを二百三十度乃至二百四十度にて四五時間加熱し、全く乾燥固塊せしむるに至りたる後、之れを冷却せしめ、温湯を加へ溶解し泥状となさしめて使用に供するか、又は之れを多量の温湯にて溶解し其の不溶解物を濾し、濾液に通風し染料を沈澱分離せしめし後、之れを濾流し、洗し、乾燥せしめて使用に供す。

三五 青色染料

特許 獨、一五三、一三〇
米、七六三、一九三
製造所 ルーニング染料製造株式会社

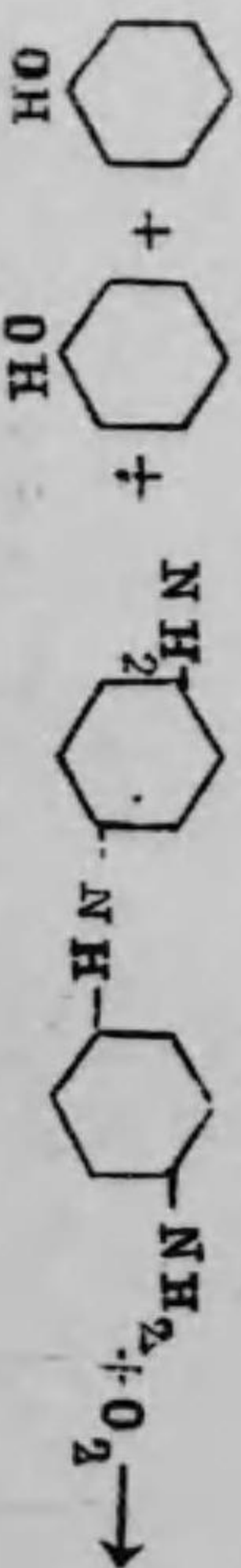
性質

水に不溶解、硫酸にて綠色を呈し、苛性ソーダにて青色を呈し、硫化ソーダ浴にて木綿を帯緑藍色に染色し得。

製法

八十分の硫化ソーダを三十四分の硫黄と共に加熱融解せしめて四十分のグリセリンを加へ、更に三十分のインドフェニールを加へたる後、之れを逆流冷却装置の下に百十五度にて八時間加熱作用を與へ、多量の温湯を加へて溶解せしめ、濾して其の濾液に通風せしめ、染料を沈澱せしめて濾過、水洗、乾燥して使用に供す。

本法に使用せられたるインドフェニールは左の方法にて製せらる。
三十分のパラパラダイアミドフェニラミン(ダイフェニラミンの醋酸化合物を多量の硝酸にて作用せしめ、ダイナイトロダイフェニラミンに變化せしめたる後、之れを醋酸及び鐵粉を以て還元せしむればパラパラダイアミドフェニラミンを

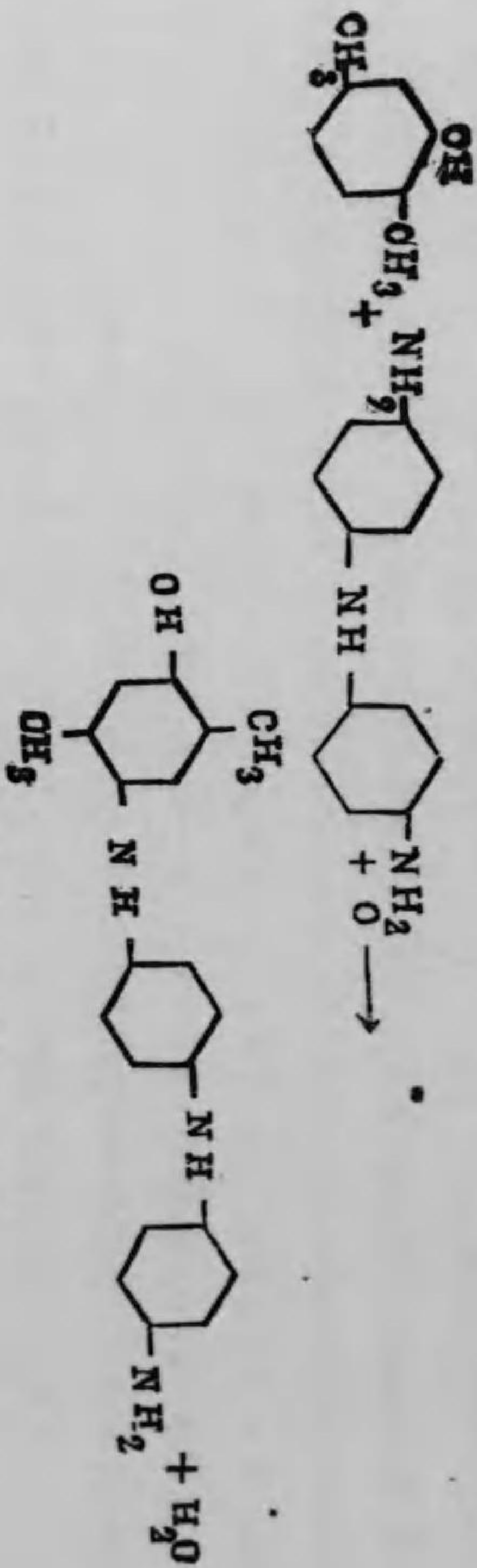


パラパラダイアミドフェニラミン

硫化染料製造法

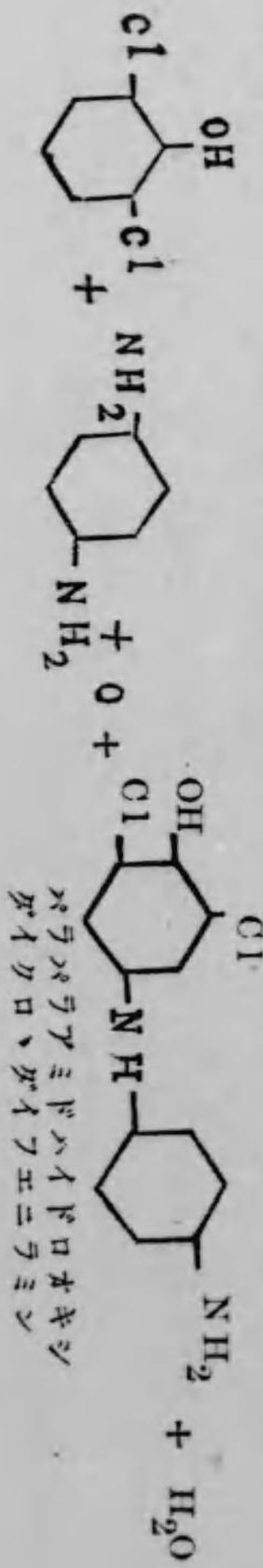
三七二

ソーダ浴にて木綿を紫青色に染色し得。
 パラパラザイリールアミドハイドロオキシメタダイフェニラミンは、パラパラダイアミドダイフェニラミンとパラザイリール
 とを重クロム酸加里及び醋酸と共に酸化せしめて得らる。



パラパラザイリールアミドハイドロオキシメタダイフェニラミン

二十六分九のパラパラアミドハイドロオキシメタダイクロロダイフェニラミンを、十分の熱湯及び四分の苛性ソーダと共に
 前記せし如く処理せし物は、硫化ソーダ浴にて木綿を紫青色に染色し得。パラパラアミドハイドロオキシメタダイクロ、ダイフ
 エニラミンはオルソダイクロロフェニールとパラフェニレンジアミンとの連続酸化に依り得らる。(第二十九青色染料参照)。



パラパラアミドハイドロオキシ
 ダイクロ、ダイフェニラミン

三七 青色染料

特許 獨、一九七、〇八三
 英、三、八五、六七八
 佛、八六四、六四四
 米、八六四、六四四
 伯林アニリン染料製造株式会社

性質

暗褐銅光色を有する粉末にして水に不溶解、苛性ソーダ其の他有機溶剤等にも亦溶解困難、濃硫酸にて紫青色を呈し、硫化
 ソーダ浴にて木綿を紫青色に染色し得。

製法

三十分の硫化ソーダ、十五分の硫黄及び二十分の熱湯と共に加熱溶解せしめて十分のインドフェニールを加へ、逆流冷却器
 装置の下に四十八時間煮沸せしめたる後、其の黄褐色溶液を濾過し、濾液に通風し又は酸を加へて染料を沈澱せしむ。
 斯くして得たる染料(中間物)を其の三倍量の濃硫酸に溶解せしめ、約二時間冷液のまま、攪拌作用を與へたる後、之れを多量
 の氷塊中に注加すれば忽にして青紫色沈澱を生ず。此の沈澱を濾し、温湯を以て充分能く水洗し、最後に稀ソーダ水を以て洗
 滌し乾燥せしめ使用に供す。

本法に使用せられたるインドフェニールは、パラアミドフェニールとクロロアニリンとの連続酸化に依り得たるパラオキシ
 パラアミドアルソクロ、ダイフェニラミンを更にパラトルオールサルホニツク酸に化合せしめたる物にして、之れを以て硫
 黄融合法を行ひ、硫酸を以て其のインドフェニール中の硫酸根を放棄せしめたる物なり。酸、日光等に對し非常に堅牢度を増

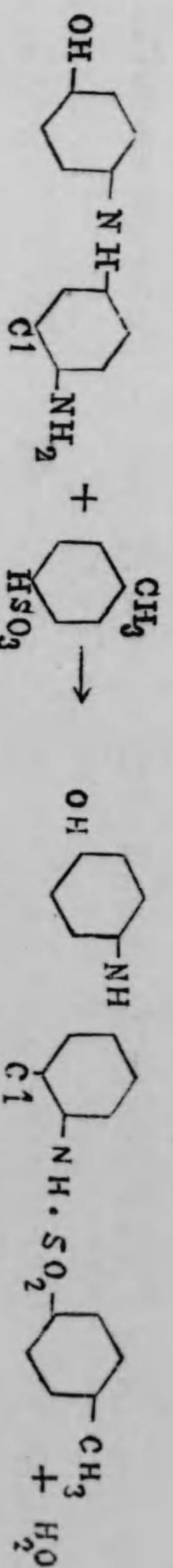
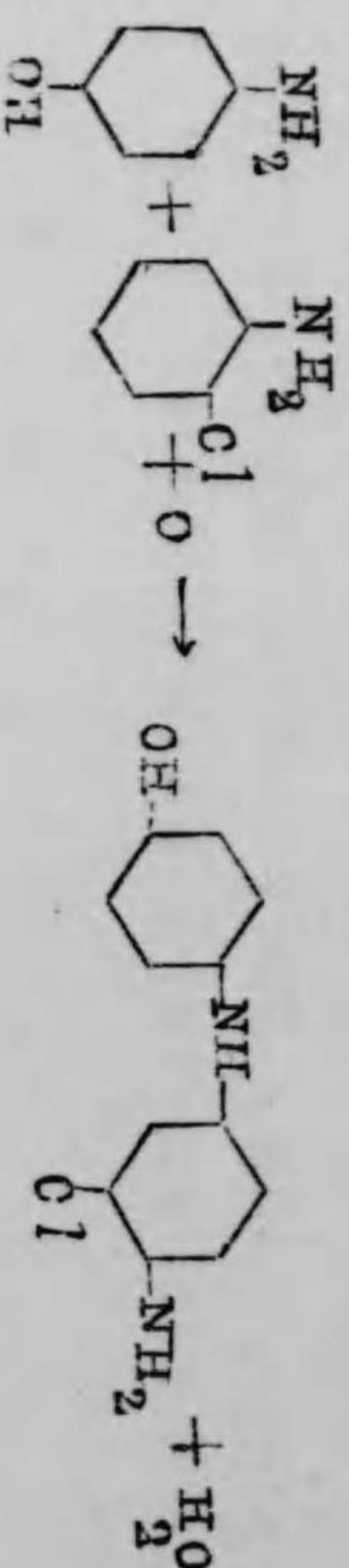
青色染料

三七三

硫化染料製造法

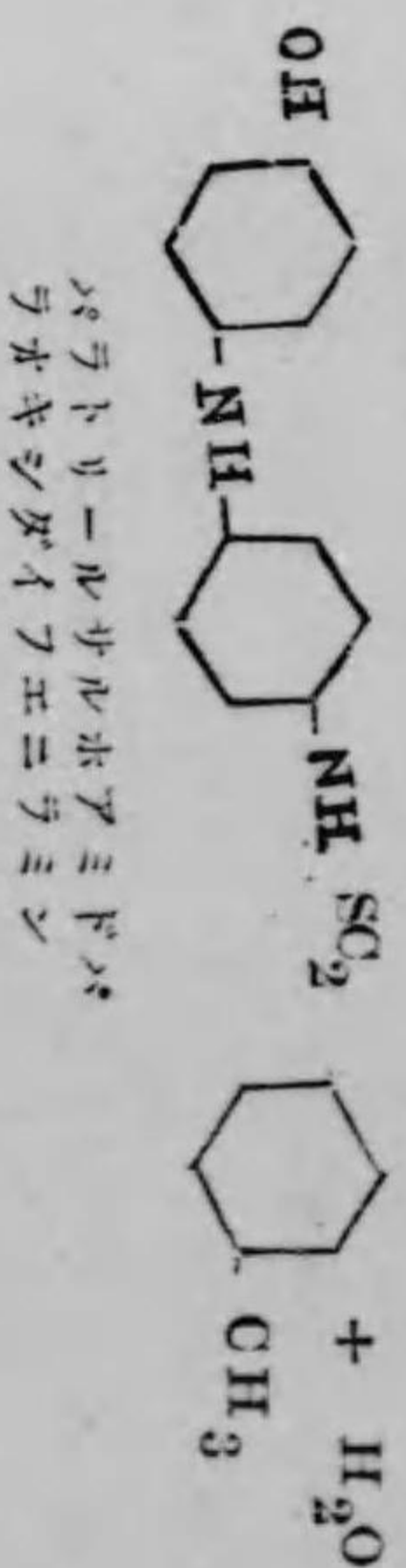
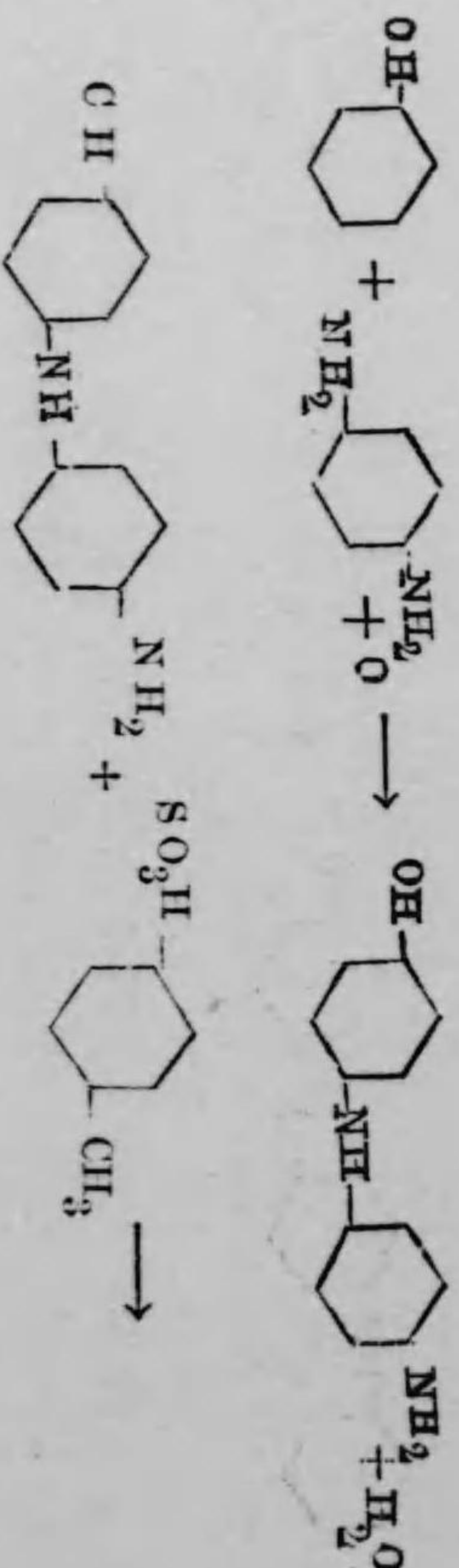
進す。

クロロナイトロベンゾールを鐵粉及び鹽酸と共に還元せしむればオルソクロ、アニリンを得。百二十七度のクロ、アニリンと百分のバラアミドフェノールとを、次亞鹽酸ソーダ及びソーダと共に酸化せしむればパラオキシアミドオルソクロ、ダイフェニラミンを得。之れに百七十二分のパラトルオールサルホニック酸を加へ再び加熱酸化せしむれば、インドフェノール即ちパラトリールサルホアミドメタクロバラオキシダイフェニラミンを得。



パラトリールサルホアミドメタクロ
バラオキシダイフェニラミン

尙ほ又、石炭酸とバラフェニレンダイアミンとの連續酸化に依り得たるバラアミドオキシダイフェニラミンを、パラトルオールサルホニック酸と共に再び酸化せしめて得たるパラトリールサルホアミドバラオキシダイフェニラミン



バラアミドメタクロ
バラオキシダイフェニラミン

を前記せし方法にて硫黄融化解せしめたる後、濃硫酸に作用せしめて其の硫酸根を放棄せしめて得たる染料は、硫化ソーダ浴にて木綿を深青色に染色せしむるを得。(獨逸獨許一九二五三〇)

三八 青色染料

特許 米、七二七、三八七
製造所 パーブル化学工業會社

性質

硫化ソーダ浴にて木綿を堅牢なる濃青色に染色し得。

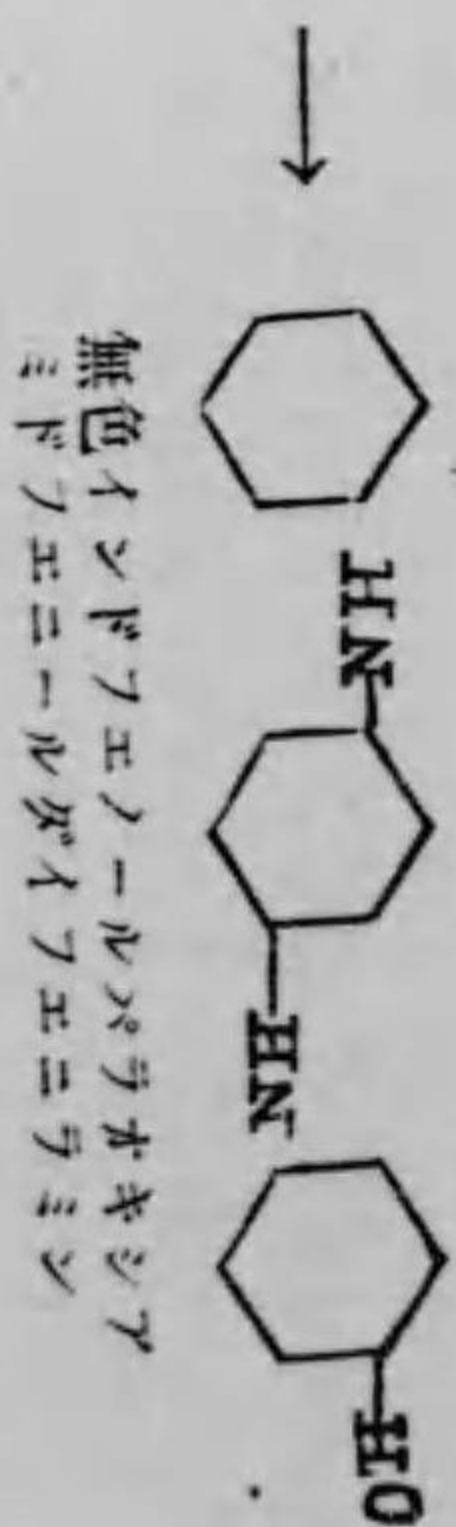
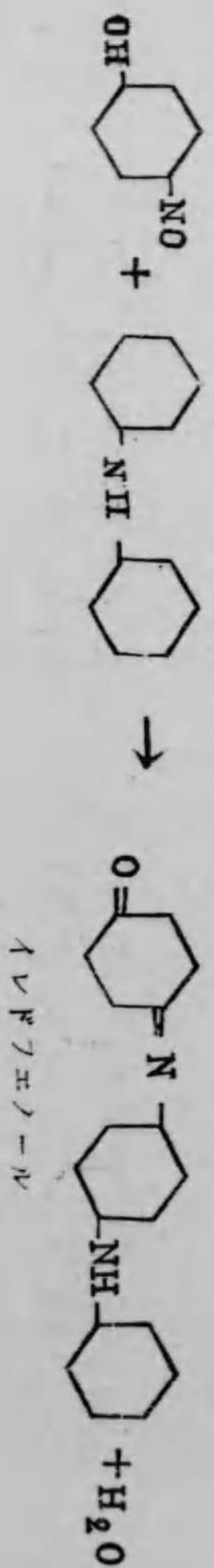
青色染料

製法

五十五分のインドフェノール(パラオキシアミドフェニールダイフェニラミン)と三十五分の五硫化ソーダ(25%)及び三十分のアルコールとを混合し、之れを六七時間密閉加圧釜にて八十度乃至九十度にて加熱せしめたる後、尙ほ徐々に温度を百三十五度乃至百四十度に昇せ、六時間同温を以て加熱せしめ、更に百五十度乃至百六十度にて二時間加熱せしめし後、之れを冷却して其のアルコールを蒸發せしめ、残渣を多量の熱湯にて溶解し、其の不溶解物を濾し、濾液に通風して染料を沈澱せしめ、之れを濾過、水洗、乾燥して使用に供す。

パラオキシアミドフェニールダイフェニラミンは左の方法にて製せらる。

五十一分のダイフェニラミンを五百分の硫酸(七十五%)冷液にて溶解せしめ、徐々に三十八分のナイトロソフェノールを攪拌しつゝ加ふ、此の際其の温度は絶対に二十五度以上に昇せざるを可とす。全くナイトロソフェノールを加へ終りたる際は、其の溶液は糊状を呈す。之れを五時間攪拌せしむれば暫時青色の液状に變化す。此に於て之れを多量の氷塊中に注加せしむれば忽ちして青綠色沈澱を分離す。之れを濾し充分水洗して五十分の苛性ソーダ液(三十%)及び五十分の硫化ソーダを加へ、冷液のまま溶解攪拌せしむ。其の青色沈澱の漸次淡褐色に變じ全く淡褐色に變じ終りたる際、百分の鹽酸を加へ無色インドフェノールを沈澱拆出せしめ、濾し能く洗滌し乾燥して使用に供す。百四十一度の融點を有する灰色粉末なり。



三九 青色染料

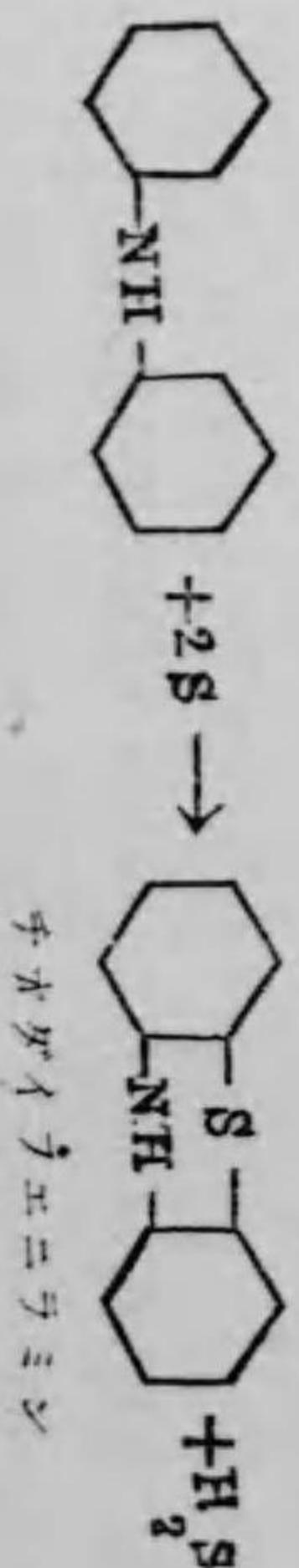
製造所 伯林アニリン染料製造株式会社

性質

硫化ソーダ浴にて木綿を綠青色に染色し得。

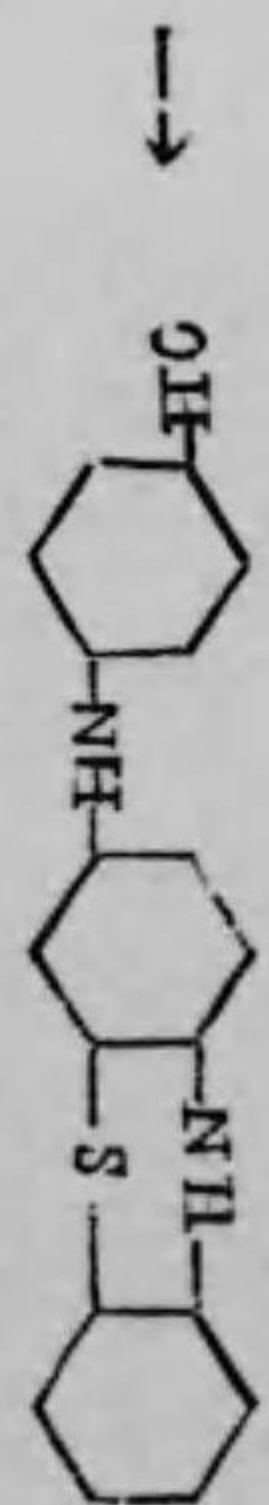
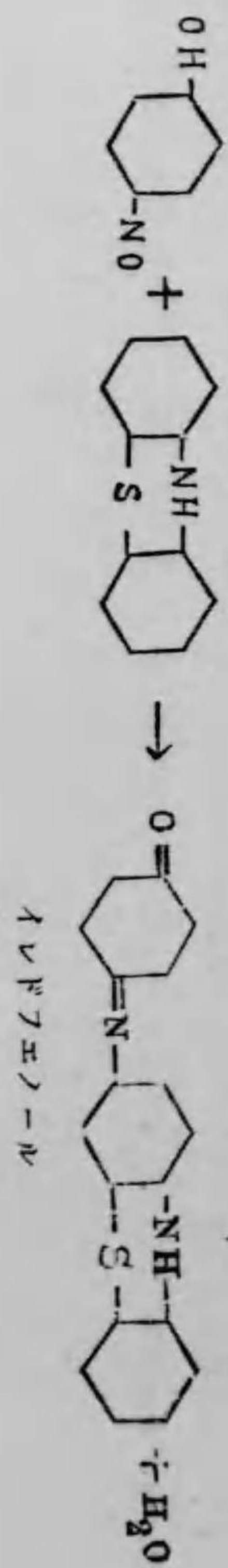
製法

百七十分のダイフェニラミンと六十分の硫黄及び少量の鹽化アルミニウムとを混合し、之れを百九十度乃至二百度にて十時間加熱作用を與ふればチオダイフェニラミンを得。(其の精製品は黄色板狀結晶にして百八十度の融點を有す)。



二百分のチオダイフェニラミンを二千分の濃硫酸(ボーメ六十六度)の冷液に溶解せしめたる中へ、百三十分のパラナイトロ

ソフエノールを五百分の濃硫酸に溶解せしめたる溶液を徐々に攪拌しつつ加ふ。而して數時間を経たる後、之れを多量の水塊中に注加せしむれば綠色沈澱を析出す。之れを水塊より分離し能く洗滌せしめし後、硫化ソーダの稀薄溶液を以て溶解せしめ其黄褐色溶液を濾し、濾液に鹽酸を加へてインドフェノールを沈澱析出せし後、濾し能く水洗し乾燥せしむれば黄灰色の粉末を得。



〔無色インドフェノール〕メチルオレンジ
P7フェノールチオキサジン

斯くして得たるインドフェノール十五分を、七十二分の酸化ソーダ、六十分の硫黄及び二百五十分のアルコールと混合し、逆流冷却器装置の下に四十八時間煮沸せしむ。而して得たる暗褐色溶液を冷却せしめ之れを濾過し、其のアルコール分を蒸發せしめたる後、百六十度以下にて乾燥せしめ其のまゝ使用に供するか、又は之れを温湯にて溶解せしめ、其の溶液に通風して染料を沈澱析出したる後、濾過、洗滌、乾燥して使用に供す。

四〇 青色染料 (チオフゾール)

特許 獨、一七九、八三九
英、三一七、五四〇 (千九百〇五年)
佛、三五七、五八七
米、八二一、三七八
製造所 カール、エーガー染料製造會社

性質

暗青色粉末にして水に不溶解。硫化ソーダにて黄綠色を呈す。アルコールに稍々溶解して青色を呈し、其の硫化ソーダ溶液に鹽酸を加ふれば淡褐色の沈澱を生ず。濃硫酸に作用せしめて褐黄色を呈し、水を加へて稀薄ならしむれば淡褐色沈澱を生ず。其の他有機性溶剤に可溶性なり。メソゾールを以て精製すれば銅色の光輝ある小さき三稜角結晶を得。硫化ソーダ浴にて木綿を青藍色に染色し得。其の染色は甚だ堅牢なれども酸類には不堅牢にて黄色に變ず。

製法

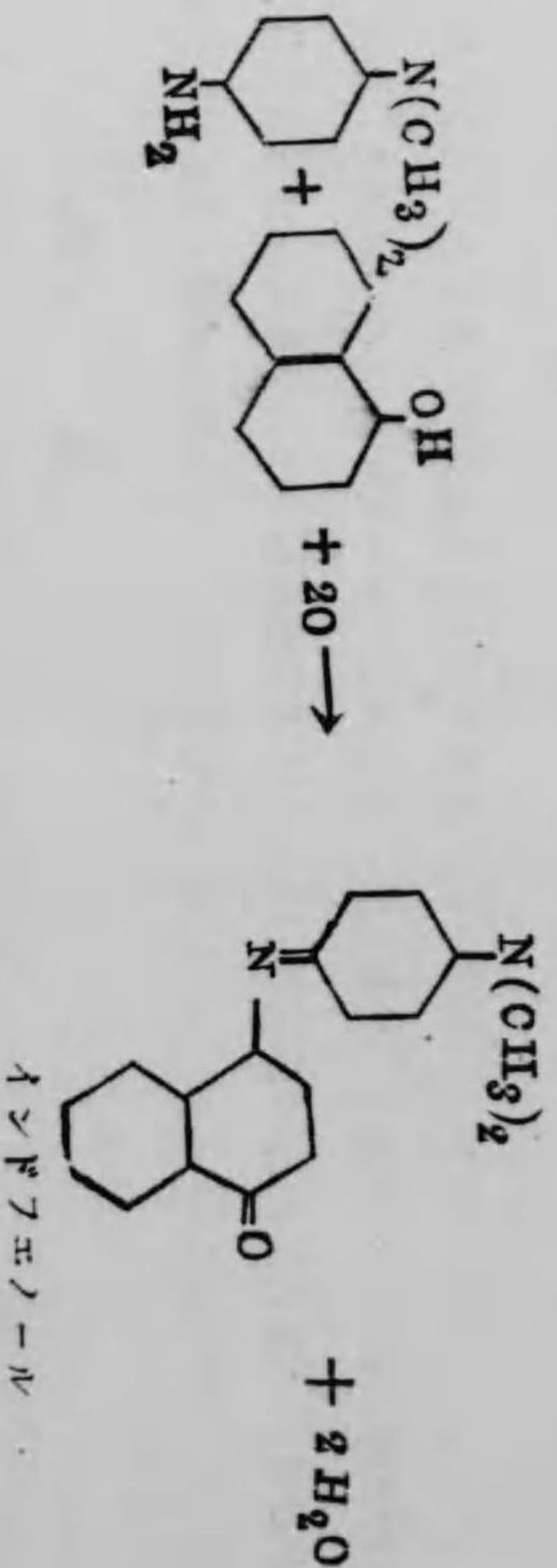
泥狀インドフェノール(二十分の純インドフェノールを含有する物)を三十分の硫化ソーダ(豫め濃溶液となせし物)と混合し、之れを一二時間冷液のまゝ攪拌すれば遂に淡褐色透明溶液を得、是に於て之れを豫め十五分の硫黄及び四十分の硫化ソーダを加熱融解せし物の中に攪拌しつつ加ふ。而して徐々に之れを加熱して其の水分を蒸發せしめ、其の沸點の百十五度に達せし時より逆流冷却器の装置を行ひ、之れを百十五度にて八時間煮沸せしむ。又、同時に無色インドフェノールは油狀となり、其の融化物は表面に浮遊し盛んに硫化水素ガスを放散す。全く其の變化作用の終りたる後、之れを冷却せしむれば其の油狀物たる無色インドフェノールは固塊す。是に於て之れを其の母液より去り、二十分の硫化ソーダ及び六百分の熱湯を以て溶解せしむれば綠黄色溶液を得。其の溶液を四十度乃至五十度に加温して之れに通風せしむれば漸々に暗青色沈澱を生ず。全く沈澱の

硫化染料製造法

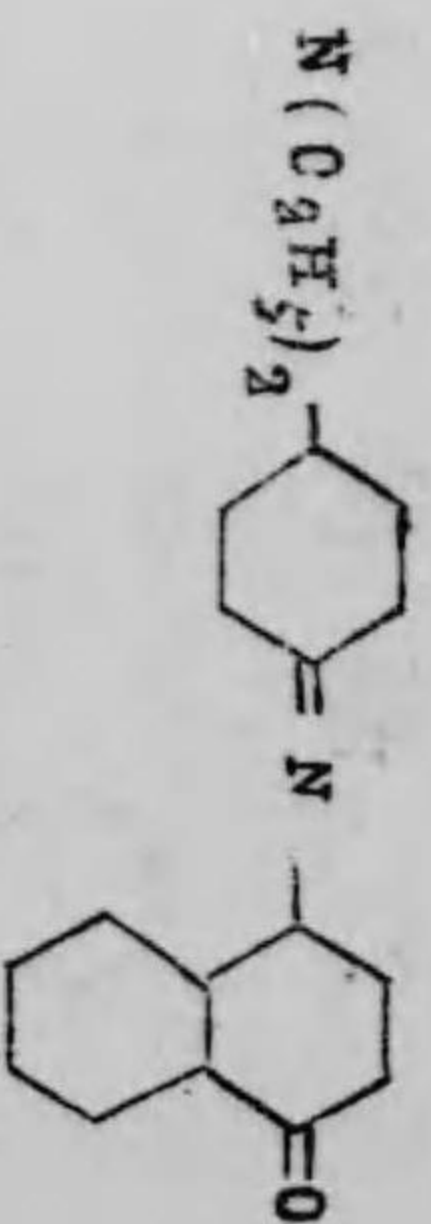
三八〇

生じ終りたる後、之れを濾し乾燥せしむ。或は通風せしむる代りに重炭酸ソーダを加へて染料を沈澱せしむ。
本法に使用せられたるインドフェノールは左の方法にて製せらる。

十分のナイトロソダイメチルアニリンを還元して得たるダイメチルパラフェニレンジアミンの中性溶液（インメザアルピユニアブルー参照）中に、十二分のアルフワナフトールを十二分の苛性ソーダ液（比重一、二九、ホーメ三十二度）を以て溶解せし物を混合し百分の重クロム酸加里十%溶液を加へ之れを適當なる方法にて冷却せしめ、攝氏十度以下に溫度を保ちつゝ、充分能く攪拌しつゝ、徐々に五十%醋酸を加ふれば、漸時其の溶液は青色に變じ遂に青色沈澱を生ず。而して其の溶液の弱酸性を呈するに至り、醋酸の注加を中止し（醋酸の全量は約十二三分を要す）尙ほ數時間能く攪拌し、其の青色沈澱を濾し充分能く水洗して使用に供す。

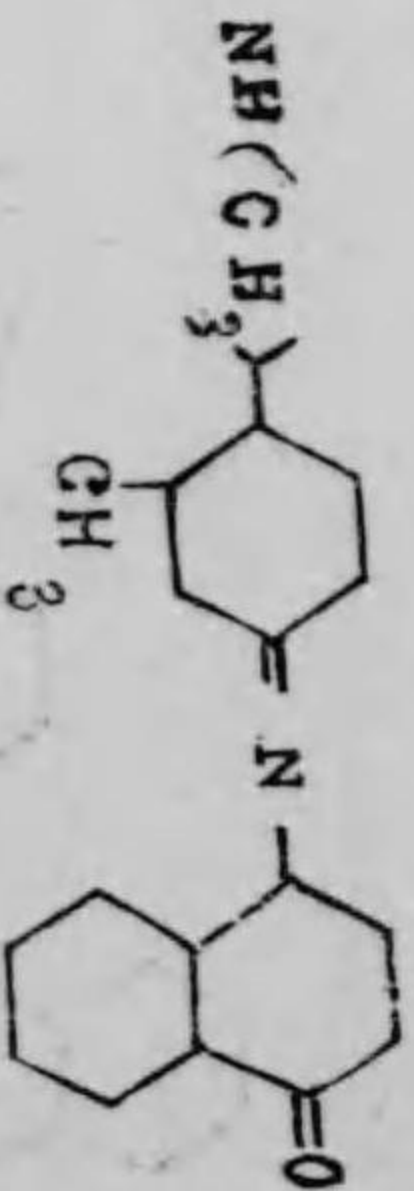


尙ほ又、異なるインドフェノールを使用して前記の如く融合法を行へば、各々異なる色の染料を得るは勿論なり。例へばダイメチルパラフェニレンジアミンに代ふるにダイエチルパラフェニレンジアミンを以てインドフェノールを構成し。



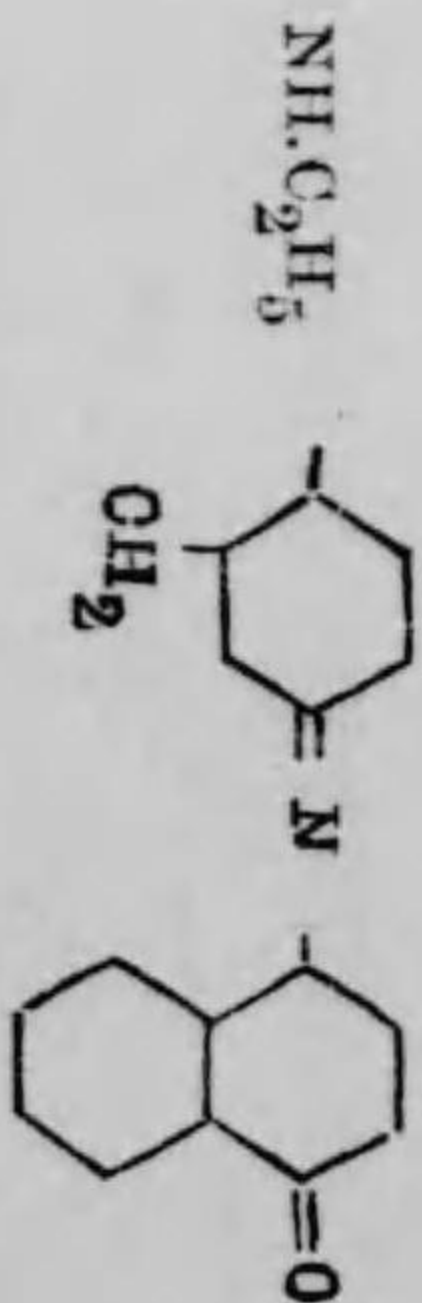
之れを以て染料を製せし場合は前記の物よりも綠色を帯ぶ。

パラアミドモノエチルオルソトルイザンとアルフワナフトールとより得たるインドフェノールよりは、前記の物よりも更に



赤色を帯ぶ。

パラアミドモノエチルオルソトルイザンとアルフワナフトールとより得たるインドフェノールよりは、ダイメチルアニ

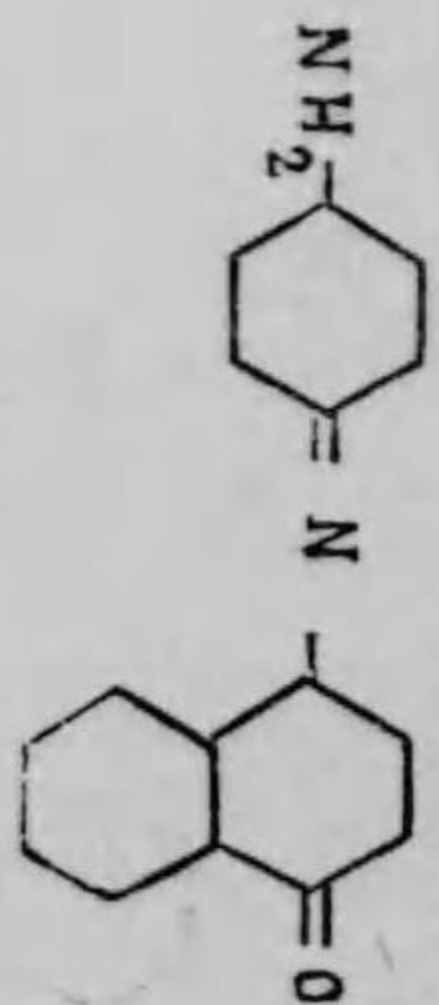


リンと同様の色の染料を得。

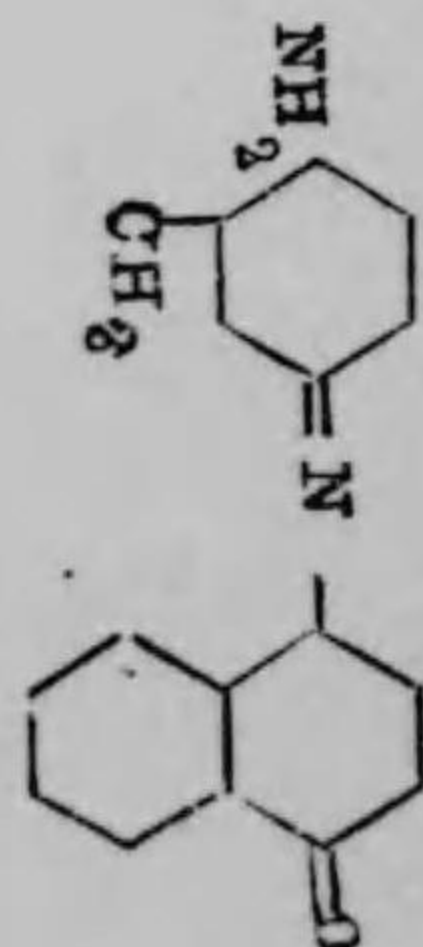
パラフェニレンジアミン又はパラトルイレンジアミンとアルフワナフトールとより得たるインドフェノールよりは、

青色染料

三八一

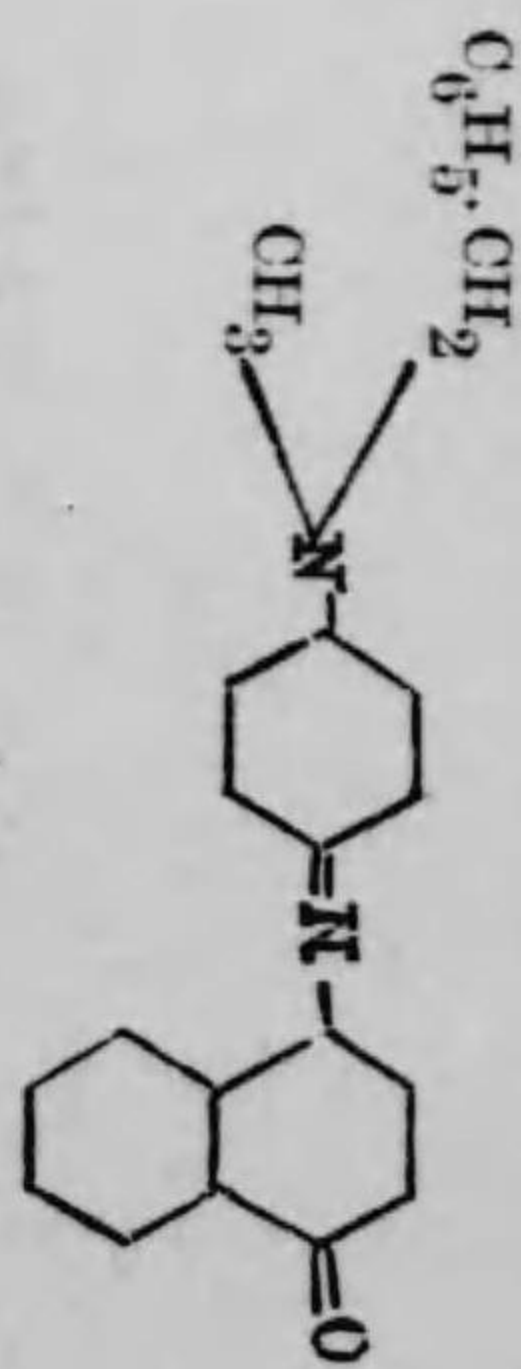


又は

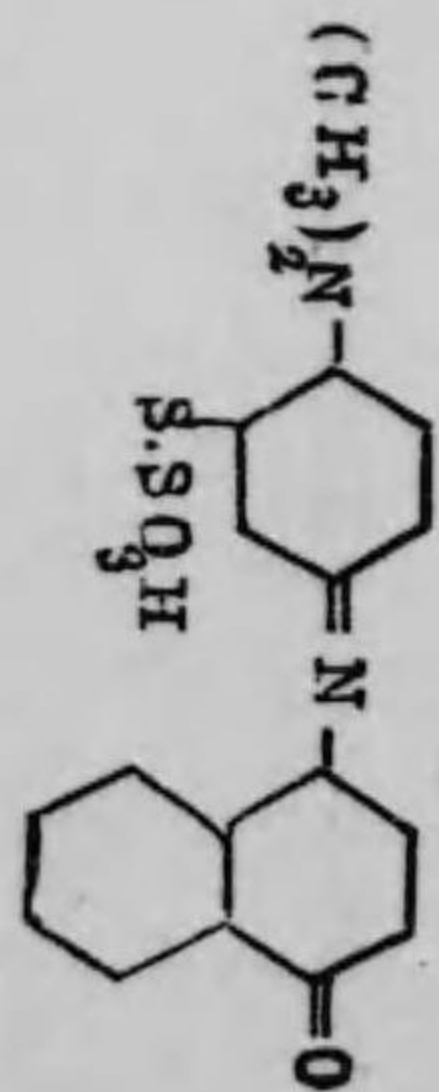


何れも前記せし物より暗色を帯べる青色染料を得。

パラアミドメチルベンザールアニリンとアルフツナフトールとより得たるインドフェノールは紫色染料を構成し、ダイメ



チールパラフェニレンダイアミンチオサルホニツク酸とアルフツナフトールとより得たるインドフェノールよりは青色染料を得。



四一 青色染料

特許製造所

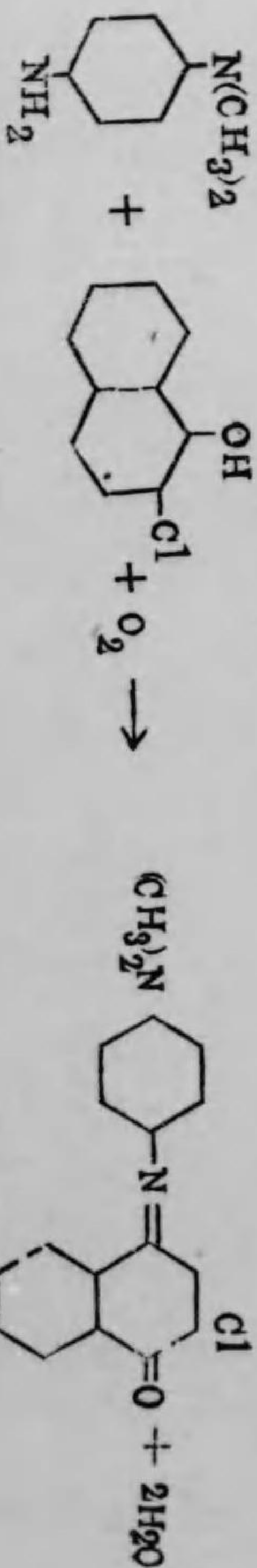
米、七七八、四七八、カレール染料製造株式会社

性質

硫化ソーダ浴にて木綿を青色に染色し得可く其の染色は鹽素に對し甚だ堅牢なり水に不溶解にしてアルコールに溶解し青色を呈す。

製法

三十六分のモノクロアルフツナフトール、二十七、二分のダイメチルパラフェニレンダイアミン、二十四分の苛性ソーダ(ボーム四十度)を二千分の冷水を以て混合溶解し其の中へ二十九、八分の次亞鹽酸ソーダを適量の冷水に溶解せし物を加へ能く攪拌せしむれば青色のインドフェノールは析出す。之れを濾過水洗したる後、一千分の硫化ソーダ十%溶液を以て溶解せしめ、再び濾過して濾液に八十五分の重炭酸ソーダを加へ、無色インドフェノールを沈澱析出せしめし後、濾過、水洗す。斯くして得たる泥狀インドフェノールを二百分の硫化ソーダに溶解せしめ八十分の硫黄を加へ、逆流冷却器装置の下に百十度にて十時間煮沸作用を與へたる後、多量の熱湯に溶解して其の不溶解分を濾し、濾液に通風するか、又は鹽酸を加へ染料を沈澱せしめし後、濾過、水洗、乾燥せしむ。本法に使用のインドフェノールは次の如き組織式を有す。

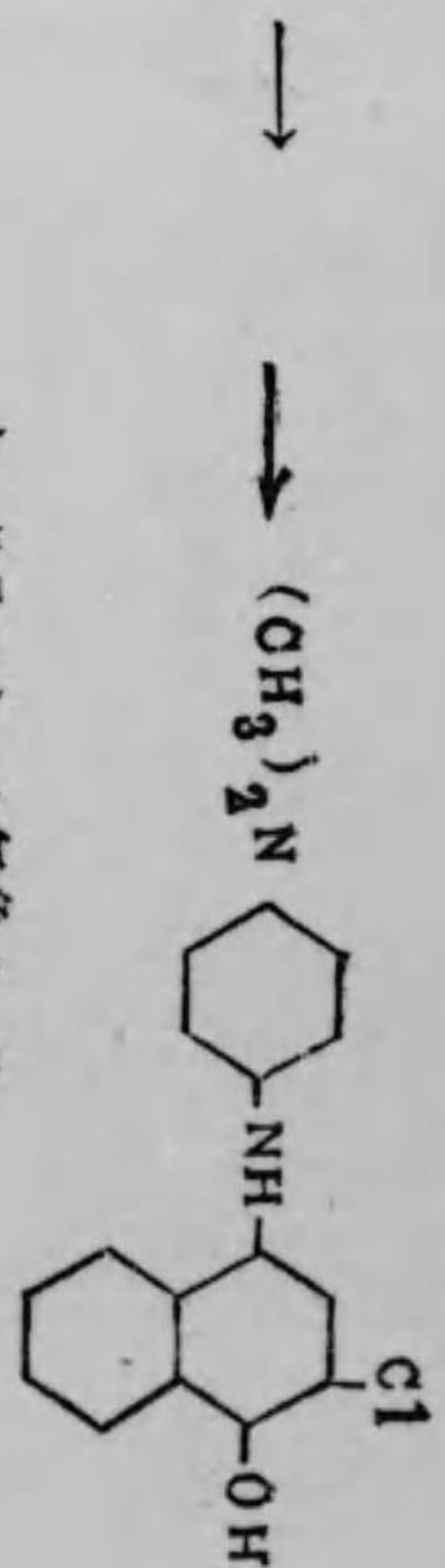


青色染料

三八三

硫化染料製造法

三八四



N,N-ジメチル-N-(1-ヒドロキシ-2-クロロ-1,2,3,4-テトラヒドナフタレン-1-イル)エタンアミン

モノクロロアルフワナフトールは、百四十四分のアルフワナフトールを百四十四度の苛性ソーダ液（ホーメ四十度）にて溶解せしめ、一千分の冷水を加へたる中へ七十五分の次亜鹽酸ソーダ溶液を加へ、尙ほ五十分の苛性ソーダ液を加へて之れを約一時間攪拌したる後、徐々に稀鹽酸を加へ弱酸性となせば析出す。六十四度乃至六十五度の融解點を有す。

四一 青色染料

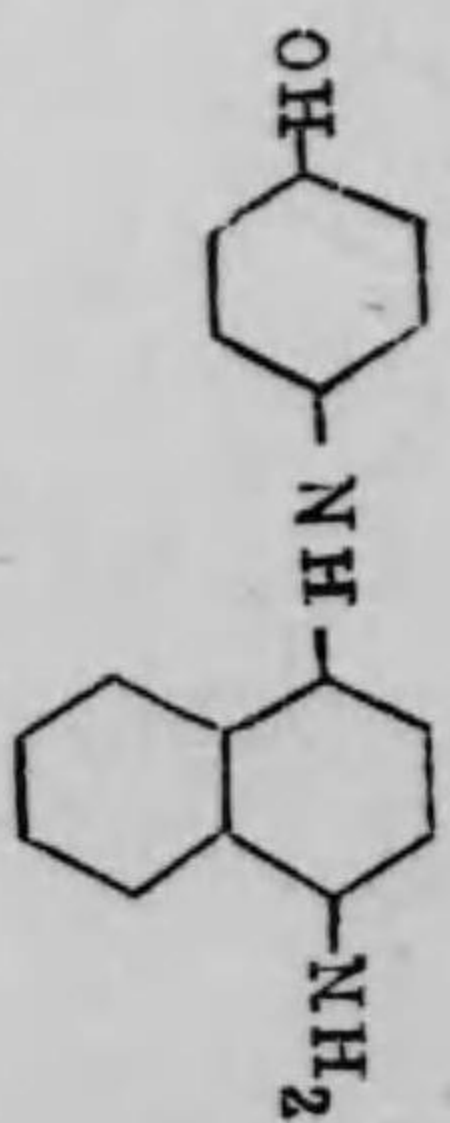
特許 獨、一八一、九八七
 英、二二、七三四（千九百〇一年）
 佛、三一五、六六九
 伯材アニリン染料製造會社

性質

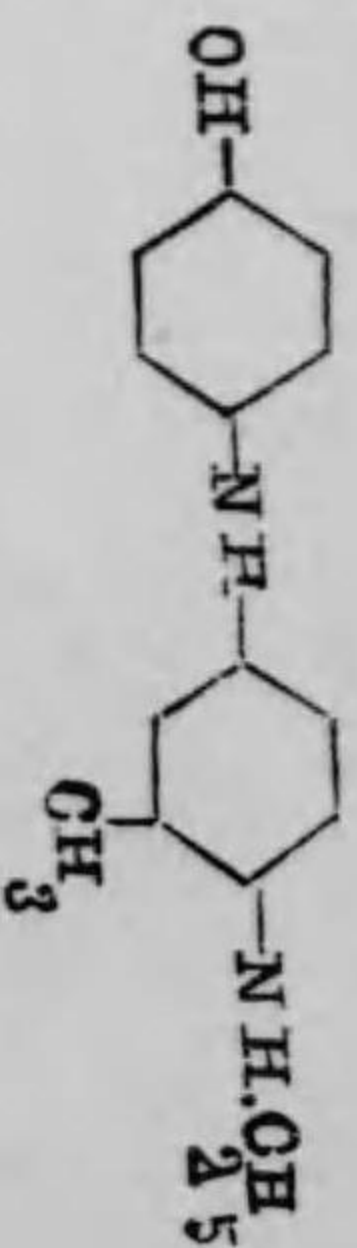
何れも水に稍々溶解し、濃硫酸にて青黑色乃至青色を、苛性ソーダにて赤紫色を呈し、硫化ソーダにて還元し得、其浴にて木綿を帶緑青色に染色し得。染色後過酸化水素を以て酸化せしむれば純青色を得。

製法

五分のインドフェノールを五十分のアルコールに溶解せし中へ、二十五分の硫化ソーダ、十三分の硫黄を七分の熱湯と共に豫め加熱融解せしめたる物を加へ、逆流冷却器装置の下に二十四時間煮沸せしめたる後、其のアルコールを蒸發せしめて殘渣を多量の熱湯に溶解し、不溶解物を濾して濾液に通風し、染料を沈澱分離し濾過乾燥して使用に供す。本法に使用のインドフェノールは百八十分のアルフワナフトラミン、ハイドロクライドと百分のバラアミドフェノールとを重クロム酸加里及び醋酸と共に連續酸化せしめて得たる物にして、木綿を暗青色に染色し得。



又、百三十六分のエチールオルソトルイヂンと百分のバラアミドフェノールとを酸化せしめて得たるインドフェノールは木綿を青色に染得。



百七十一分のエチールアルフワナフトラミンと百〇九分のバラアミドフェノールとを酸化せしめて得たるインドフェノールにては木綿を鮮明なる青色に染色し得。

青色染料

三八五