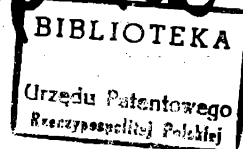


Warszawa, 15 lutego 1938 r.

URZĄD PATENTOWY



DO 6 p 3/62



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 25862.

Kl. 8 m, 1/04.

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

Sposób polepszania trwałości wybarwień otrzymywanych za pomocą barwników bezpośrednich.

Zgłoszono 16 marca 1936 r.

Udzielono 6 grudnia 1937 r.

Pierwszeństwo: 3 kwietnia 1935 r. (Niemcy).

Wiadomo, że trwałość wybarwień, otrzymywanych za pomocą barwników bezpośrednich na włóknie roślinnym, można polepszać przez dodatkowe traktowanie solami niektórych zasad organicznych. Większość tych zasad posiada w cząsteczce łańcuch alifatyczny zawierający co najmniej 7 atomów węgla.

Zasady te zwiększają trwałość wybarbowania na działanie wody i powtórne farbowanie, a nawet w przypadku stosowania zasad amonowych z 5-ciowartościowym azotem polepszają trwałość na działanie potu, jednak w praktyce nie mają żadnego wpływu na trwałość wybarwień na pranie.

Obecnie wykryto, że można uzyskać znaczne polepszenie trwałości na pranie, jeżeli do dodatkowego traktowania zastosuje się takie zasady, które co prawda posiadają również duży ciężar cząsteczkowy, lecz nie zawierają w cząsteczce dłuższego łańcucha alifatycznego.

Zasady, które według wynalazku mogą znaleźć zastosowanie do polepszania trwałości na pranie wybarwień otrzymywanych za pomocą barwników bezpośrednich, powinny zawierać atom azotu pięciowartościowego, aby ich sole z kwasami barwników nie ulegały rozszczepianiu pod działaniem alkaliów stosowanych do prania. Prócz tego

powinny one zawierać co najmniej dwie grupy amonowe, fosfonowe lub sulfinowe. Duży ciężar cząsteczkowy może być uzyskiwany w rozmaity sposób. Można np. otrzymywać liczne tego rodzaju zasady przez wprowadzanie reszt aromatycznych lub heterocyklicznych, jak również przez wytwarzanie łańcucha, powstającego przez traktowanie amin dwu- lub wielwartościowych substancjami alkylującymi, zawierającymi co najmniej dwie grupy zdolne do reakcji.

Patenty nr nr 25 803 i 24 106 chronią już co prawda zastosowanie produktów, które mogą polepszać trwałość na pranie wybarwień otrzymywanych za pomocą barwników bezpośrednich; dotyczą one jednak zastosowania polimerycznych amin alifatycznych.

W porównaniu ze sposobem według patentu francuskiego nr 758 199, w którym do dodatkowego traktowania wybarwień, otrzymywanych za pomocą barwników bezpośrednich na włóknie celulozowym, stosuje się sole czwartorzędowych zasad amonowych zawierających w cząsteczce układ co najmniej ośmiu sprzężonych wiązań podwójnych, produkty według niniejszego wynalazku wyróżniają się silniejszym działaniem.

Oprócz zasad amonowych można stosować według wynalazku w takich samych warunkach również związki fosfonowe, sulfinowe i podobne o charakterze mocno zasadowym.

Przykład I. Do roztworu 54 części wagowych *p* - fenylenodwuaminy w 500 częściach wagowych wody dodaje się 60 części wagowych sody, po czym w temperaturze 0 — 5°C dolewa się powoli 120 części wagowych chlorku chloroacetylu. Powstały osad przemywa się zimną i gorącą wodą oraz alkoholem. Jest to dwuchlorodwuacetylo - *p* - fenylenodwuamid.

50 części wagowych otrzymanego w ten sposób amidu ogrzewa się ze 100 częściami

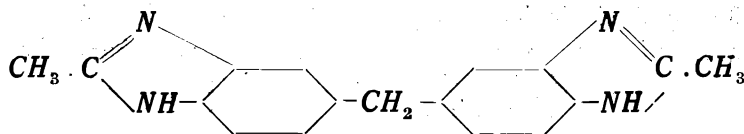
wagowymi pirydyny w ciągu 20 godzin do 100°C. Powstały osad wymywa się alkoholem i suszy. Produkt można otrzymywać w postaci wolnej od ewentualnie nieprzereagowanego amidu przez przesączanie wodnego roztworu powstałej zasady amonowej i strącanie jej za pomocą soli kuchennej lub alkoholu.

3%-owe wybarwienie barwnikiem „Siriusblau BR” (Schultz-Julius, 7 wydanie, tom II, 197) na materiale bawełnianym traktuje się dodatkowo około 0,2%-owym roztworem otrzymanego produktu w ciągu ½ godziny w temperaturze około 30°C. Wybarwienie odznacza się bardzo dobrą trwałością na pranie.

Przykład II. 228 części wagowych 3, 4, 3', 4' - czteroaminodwufenylometanu ogrzewa się ze 150 częściami wagowymi bezwodnika ftalowego do 180 — 200°C aż do chwili zakończenia procesu odszczepiania wody. Powstały stop po uprzednim sproszkowaniu ługuje się gorącym roztworem sody i suszy. 100 części wagowych powstałego imidoazolu rozpuszcza się w 50 częściach wagowych kwasu mrówkowego i 300 częściach wagowych wody; przez dodanie sody wytrąca się wolną zasadę w stanie znacznego rozdrobnienia. Zawiesinę traktuje się 200 częściami wagowymi siarczanu dwumetylowego utrzymując stale odczyn zasadowy, rozpuszcza przez dodanie znacznych ilości wody, sączy i wytrąca za pomocą soli kuchennej. W ten sposób otrzymuje się zasadę amonową w postaci brunatnawego proszku, łatwo rozpuszczalnego w wodzie.

Wybarwienia otrzymywane za pomocą barwników bezpośrednich, potraktowane dodatkowo roztworem powyższej substancji w sposób podobny do opisanego w przykładzie I, odznaczają się również dobrą trwałością na pranie.

Jeśli wybarwienia traktuje się produktem alkylowania imidoazolu o składzie przypuszczalnie następującym:



otrzymywanym w analogiczny sposób z 3, 4, 3', 4' - czteroaminodwufenylometanu za pomocą kwasu octowego, wówczas również wzrasta znacznie trwałość tych wybarwień na pranie.

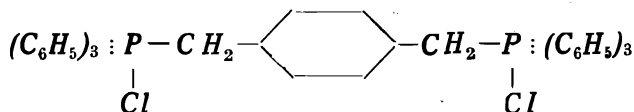
Przykład III. 224 części wagowe *p* - fenylenodwuglicyny (patent niemiecki nr 145 062) ogrzewa się z 216 częściami wagowymi *o* - fenylenodwuaminy do temperatury około 200°C aż do chwili zakończenia procesu odszczepiania wody. Imidoazol można wyodrębnić w sposób podobny do sposobu opisanego w przykładzie II. Przez traktowanie siarczanem dwumetylowym i sodą w wodnym roztworze przeprowadza się go w zasadę trzeciorzędową. 30 części wagowych tej zasady ogrzewa się z 70 częściami wagowymi estru metylowego kwasu *p* - toluenosulfonowego w ciągu 3 godzin do temperatury 100°C, po czym stop rozpuszcza się w wodzie, zobojętnia i odparowuje. Produkt ten również znacznie polepsza trwałość na pranie wybarwień otrzymywanych za pomocą barwników bezpośrednich.

Przykład IV. 54 części wagowe formuły α - dwuchlorohydryny (Beilstein, 4 wydanie, tom I, strona 575) ogrzewa się z 95 częściami wagowymi czterometyloetylenodwuaminy w ciągu kilku godzin do temperatury 140 — 150°C. Powstałą zasadę amonową uwalnia się przez wymycie benzolem od nieprzereagowanych produktów wyjścio-

wych, przy czym otrzymuje się brunatną żywicę, łatwo rozpuszczalną w wodzie. Przez dodatkowe traktowanie za pomocą wodnego roztworu tego produktu wybarwień, otrzymywanych za pomocą barwników bezpośrednich, polepsza się znacznie ich trwałość na pranie.

Przykład V. 70 części wagowych 2,6 - dwuaminopirydyny (patent niemiecki nr 399 902) ogrzewa się w roztworze chlorobenzenowym z 46 częściami wagowymi symetrycznego dwuchloroacetanu do temperatury 100°C, aż do chwili, w której przestanie się już wydzielać osad. Produkt wymywa się chlorobenzenem, rozpuszcza chlorowodorek powstałej zasady w wodzie i traktuje w temperaturze pokojowej 400 częściami wagowymi siarczanu dwumetylowego utrzymując stale odczyn zasadowy aż do zaniku siarczanu dwumetylowego. Otrzymana zasada zachowuje się względem wybarwień, otrzymywanych za pomocą barwników bezpośrednich, podobnie, jak wyżej opisane związki.

Przykład VI. 3%-owe wybarwienie barwnikiem „Brillantbenzoechtviolett 5 RH” (Schultz-Julius, 7 wydanie, 342) na przędzy bawełnianej traktuje się w ciągu ½ godziny w temperaturze 30 — 35°C roztworem 1 g dwuchloru *p* - ksyleno-dwutrójfenylo-fosfonowego o wzorze



w litrze. Trwałość wyfarbowania na pranie znacznie się polepsza.

Przykład VII. 128 części wagowych heksabromoheksametylobenzenu (Berichte

d. deutsch. Chem. Ges. 46, strona 2 365) ogrzewa się z roztworem 170 części wagowych trójmetyloaminy w 250 częściach wagowych chlorobenzenu w ciągu 5 godzin do

temperatury 130°C pod ciśnieniem. Wydzieloną sól bromowodorową utworzonej zasady amonowej wymywa się benzolem, po wysuszeniu rozpuszcza w wodzie i odsącza od niewielkich ilości nieprzereagowanego materiału wyjściowego. Otrzymany wodny roztwór można stosować bezpośrednio do użytku. W celu otrzymania produktu w stanie suchym należy go wytrącić acetonem z roztworu wodnego.

Zasada ta przy dodatkowym traktowaniu nią wybarwień, otrzymywanych za pomocą barwników bezpośrednich, zachowuje się podobnie, jak produkty opisane w poprzednich przykładach.

Przykład VIII. Do 129 części wagowych α - dwuchlorohydryny wlewa się 480 części wagowych 50% -owego wodnego roztworu siarczku sodu, przy czym następuje ogrzanie się mieszaniny, którą się miesza jeszcze w ciągu 6 — 7 godzin na wrzącej łaźni wodnej. Po ochłodzeniu otrzymuje się oleisty lepki produkt reakcji, składający się z organicznych związków siarkowych o dużej cząsteczce, nierozpuszczalny w wodzie i w zwykle używanych rozpuszczalnikach organicznych.

40 części wagowych tego produktu ogrzewa się z 80 częściami wagowymi siarczanu dwumetylowego w ciągu 3 — 10 godzin do temperatury 100 — 110°C, a nadmiar siarczanu dwumetylowego usuwa się za pomocą rozpuszczalników organicznych. W ten sposób otrzymuje się łatwo rozpuszczalną zasadę sulfinową, która przy dodatkowym traktowaniu wybarwień, otrzymywanych za pomocą barwników bezpośrednich, zachowuje się podobnie, jak produkty opisane w poprzednich przykładach.

Przykład IX. Materiał bawełniany, wyfarbowany 3% barwnika „Brillantbenzoviolett BBH” (Schultz-Julius, tom uzupełniający I, 7 wydanie, strona 73), traktuje się w ciągu $\frac{1}{2}$ godziny w temperaturze 30°C roztworem 1 g w litrze zasady pirydynowej żywicy opisanej w przykładzie IV patentu niemieckiego nr 551 872, otrzymywanej z technicznej mieszaniny krezolowej z formaldehydem w obecności kwasu solnego, po czym materiał bawełniany płucze się. Otrzymane w ten sposób wybarwienie jest znacznie trwalsze na pranie od wybarwienia pierwotnego.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób polepszania trwałości wybarwień otrzymywanych za pomocą barwników bezpośrednich na włóknie roślinnym, znamienny tym, że po farbowaniu włókno traktuje się dodatkowo roztworami takich zasad amonowych, fosfonowych, sulfinowych o dużej cząsteczce, które zawierają co najmniej dwie tego rodzaju grupy amonowe, fosfonowe lub sulfinowe i nie zawierają w swej cząsteczce reszt alifatycznych, zawierających więcej niż 7 atomów węgla, oraz układu, zawierającego więcej niż 8 sprzężonych wiązań podwójnych, z wyjątkiem czwartorzędowych zasad amonowych, stosowanych według patentów nr 25 803 i 24 106.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.