

Warszawa, 3 stycznia 1935 r.

URZĄD PATENTOWY



C 096 29/20

2

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 20772.

Kl. 22 a, 29/20

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

Sposób otrzymywania nierozpuszczalnych w wodzie barwników azowych.

Zgłoszono 22 maja 1933 r.

Udzielono 22 listopada 1934 r.

Pierwszeństwo: 17 czerwca 1932 r. (Niemcy).

Stwierdzono, że można otrzymać cenne nierozpuszczalne w wodzie barwniki azowe, sprzęgając 2,6-dwuchlorowco-1,4-dwuaminobenzeny, jednodwuazowane w położeniu 4, z aryldami kwasu 2,3-oksynaftoesowego lub ich pochodniami, podstawionymi w reszcie naftalenu, przyczem obiekty składowe barwnika nie powinny zawierać grup sulfonowych, ani karboksylowych.

W ten sposób otrzymuje się barwniki o dobrej odporności; w szczególności należy zaznaczyć, że barwniki te są bardzo odporne na działanie kwasów, mimo obecności wolnej grupy aminowej w cząsteczce. Barwniki, otrzymane według niniejszego wynalazku, mogą znaleźć zastosowanie przy

wytwarzaniu pigmentów, jak również przy otrzymywaniu trwałych zabarwień i druków na włóknach roślinnych i zwierzęcych.

Sposób niniejszy posiada szczególne techniczne znaczenie, ponieważ umożliwia otrzymywanie brunatnych odcieni drukiem bezpośrednim na jednej i tej samej zaprawie obok innych odcieni, jak np. pomarańczowego, czerwonego, niebieskiego i czarnego, zapomocą jednego związku dwuazowego, co dotychczas było możliwe tylko w razie użycia mieszanin odpowiednich związków.

Przy wytwarzaniu barwników niniejszych na włóknie korzystnie jest stosować

4-jednodwuazowe związki 2,6-dwuchlorowco-1,4-dwuaminobenzenów w postaci utrwalonych soli dwuazowych, jak np. dwuazonowych siarczanów, dwuazonowych arylsulfonianów, podwójnych chlorocynkowych soli dwuazonowych.

Przykład I. 177 części wagowych 2,6-dwuchloro-1,4-dwuaminobenzenu dodaje się do mieszaniny, składającej się z 305 części wag. kwasu solnego 20°Bé i 3540 części wagowych wody, i otrzymaną zawieszinę soli chlorowodorowej zadaje się powoli roztworem 72 części wagowych azotynu sodowego w 150 częściach wagowych wody. Powstały jednodwuazowy roztwór wlewa się do roztworu 276 części wagowych 2,3-oksynaftoyloaminobenzenu w rozcieńczonym ługu sodowym, do którego dodano sody w ilości, potrzebnej do związania nadmiaru kwasu mineralnego, oraz oleju tureckiego. Wydzielony barwnik odsacza się i dokładnie przemywa. Mieszając dokładnie otrzymany barwnik w wilgotnym lub suchym stanie sposobem, stosowanym zwykle w przemyśle lakierów barwnikowych, z podłożem, np. blanc fixe lub wodzianem glinu, otrzymuje się niebiesko-bordoczerwony barwnik pigmentowy.

Przykład II. Dobrze wygotowaną i wysuszoną przędzę bawełnianą napawa się roztworem, zawierającym w litrze 4,5 g 1-(2'.3' - oksynaftoylo - amino) - 2.5-dwumetoksybenzenu, 9 cm³ ługu sodowego 34°Bé i 10 cm³ oleju tureckiego, wyżyma dokładnie i wywołuje obojętnym lub słabo zakwaszonym kwasem octowym roztworem dwuazowym, zawierającym w litrze 1,77 g 2.6-dwuchloro-1.4-dwuaminobenzenu w postaci związku jednodwuazowego; zabarwioną przędzę następnie płócze się i namydla.

Otrzymuje się zabarwienie bordo o dobrej odporności na działanie światła.

Na sztucznym jedwabiu wiskozowym powstaje z tego samego związku dwuazowego 1-(2'.3'-oksynaftoylo-amino)-4-metylo-benzenu zabarwienie granatowe.

Przykład III. Przędzę bawełnianą, uprzednio poddaną obróbce według przykładu II, napawa się roztworem, zawierającym w litrze 7,5 g 1-(2'.3'-oksynaftoylo-amino)-4-metoksy - 2 - metylo - benzenu, 15 cm³ ługu sodowego 34°Bé i 15 cm³ oleju tureckiego, i wywołuje według przykładu II.

Otrzymuje się ciemnokoryntowe zabarwienie o bardzo dobrej odporności na działanie światła.

Przykład IV. Dobrze wygotowaną i wysuszoną przędzę bawełnianą napawa się roztworem, zawierającym w litrze 6,5 g 1-(2'.3' - oksynaftoylo - amino) - 2 - metylo-benzenu, 10 cm³ ługu sodowego 34°Bé i 10 cm³ oleju tureckiego, wyżyma dobrze i wywołuje obojętnym lub słabo zakwaszonym kwasem octowym roztworem dwuazowym, zawierającym w litrze 2,66 g 2.6-dwubromo-1.4-dwuaminobenzenu w postaci związku jednodwuazowego; zabarwioną przędzę następnie płócze się i namydla.

Otrzymuje się czerwonawobronzowe zabarwienie o dobrej odporności na działanie światła.

Przykład V. Przędzę bawełnianą, poddaną uprzednio zwykłej obróbce, napawa się roztworem, zawierającym w litrze 4 g 1 - (2'.3' - oksynaftoylo - amino) - 4 - metoksynaftalenu, 8 cm³ ługu sodowego 34°Bé i 10 cm³ oleju tureckiego, wyżyma dobrze i wywołuje obojętnym lub słabo zakwaszonym kwasem octowym roztworem dwuazowym, zawierającym w litrze 2,22 g 2-chloro-6-bromo-1.4-dwuaminobenzenu w postaci związku jednodwuazowego; zabarwioną przędzę następnie płócze się i namydla.

Otrzymuje się brunatnogrnatowe zabarwienie o dobrej odporności na działanie światła.

Przykład VI. Drukowanie tkaniny, zaprawionej zaprawą naftolową. Poddawaną drukowaniu tkaninę napawa się roztworem, zawierającym w litrze 20 g 1-(2'.3'-oksynaftoylo-amino)-2-metoksybenzenu, 30 cm³ o-

leju tureckiego i 30 cm³ ługu sodowego 34°Bé, i suszy. Tak zaprawioną tkaninę nadrukowuje się obiema niżej podanymi mieszaninami:

a) farbą drukarską do otrzymywania zabarwienia brunatnego, zawierającą:

23 g kwaśnego siarczanu związku jednodwuazowego, otrzymanego z 2,6-dwuchloro-1,4-dwuaminobenzenu o zawartości 54% czystej zasady, według patentu niemieckiego Nr 586355,

450 cm³ wody,

12 g octanu sodu,

500 g obojętnego zagęstnika, zawierającego skrobię i tragant, oraz

15 g 50%-go kwasu octowego.

b) farbą drukarską do otrzymywania zabarwienia pomarańczowego, zawierającą:

57 g borofluorku związku dwuazowego, otrzymanego z 1-amino-3-chlorobenzenu o zawartości 15,1% czystej zasady,

428 cm³ wody,

15 g 50%-go kwasu octowego, oraz

500 g obojętnego zagęstnika, zawierającego skrobię i tragant.

Po nadrukowaniu tkaniny suszy się ją, a następnie płócze gorącym roztworem sody (zawierającym w litrze 2 g kalcynowanej sody) i namydla, gotując.

Otrzymuje się czerwonawobronzowe zabarwienie obok jaskrawego pomarańczowego zabarwienia.

Przykład VII. Druk wywabowy. Tkaninę, napojoną roztworem według przykładu VI, wywołuje się zwykłym sposobem zapomocą roztworu, zawierającego w 1000 cm³ zimnej wody 29 g podwójnej chlorocynkowej soli 4-jednodwuazowego związku, otrzymanego z 2,6-dwuchloro-1,4-dwuaminobenzenu o zawartości 43% czystej zasady i 12 g octanu sodu; następnie namydla się ją, gotując, i suszy. Tkaninę, zabarwioną w ten sposób, nadrukowuje się następującą pastą wywabową:

200 g formaldehydosulfoksyłanu sodowego,

210 cm³ wody,

30 g potażu,

30 g benzylosulfanilanu sodowego,

30 g 30% ciastowatej papki antrachinonowej i

500 g zagęstnika z brytyjskiej gumy.

Następnie nadrukowaną tkaninę suszy się i ogrzewa w parze wodnej w 100°C w ciągu 5 — 7 minut w szybkosprawnym parowniku, poczem płócze się na gorąco i namydla, gotując.

W ten sposób otrzymuje się białe wzory na czerwonawobronzowym tle.

Przykład VIII. Wytwarza się roztwór zaprawowy, zawierający w litrze 2 g 1-(2'.3' - oksynaftoylo - amino) - 3 - nitrobenzenu, 3 cm³ ługu sodowego 34°Bé i 5 cm³ oleju tureckiego z dodatkiem środka ochronnego, np. 2,5 g oczyszczonego ługu posiarczynowego w postaci proszku.

Tym roztworem zaprawowym napawa się jedwab odpadkowy (chappe), pozbawiony kleju, wyżyma go, a następnie wywołuje roztworem, zobojętnionym octanem sodowym do odczynu obojętnego przy próbie na kongo i zawierającym w litrze 3,3 g kwaśnego siarczanu 4-jednodwuazowego związku, otrzymanego z 2,6-dwuchloro-1,4-dwuaminobenzenu o zawartości 54% czystej zasady z dodatkiem małej ilości kwasu octowego.

Po płókanii, działaniu kwasem i mydleniu jedwabiu na gorąco otrzymuje się czerwonobrunatne zabarwienie.

Przykład IX. Wełnę napawa się w temperaturze 40°—50°C roztworem, zawierającym w litrze 1 g 1-(2'.3'-oksy-naftoyloamino)-2-metoksybenzenu, 1,5 cm³ ługu sodowego 34°Bé, 2 cm³ oleju tureckiego i 20 g soli kuchennej z dodatkiem środka ochronnego, np. 0,5 g oczyszczonego ługu posiarczynowego w postaci proszku. Następnie tak impregnowaną wełnę wyżyma się i wywołuje roztworem, zobojętnionym octanem

sodowym do odczynu obojętnego przy próbie na kongo i zawierającym w litrze 3,3 g kwaśnego siarczanu 4-jednodwuazowego związku, otrzymanego z 2,6-dwuchloro-1,4-dwuaminobenzenu z zawartością 54% czystej zasady, poczem traktuje dalej w sposób zwykły. Otrzymuje się czerwono-brunatne zabarwienie.

W taki sam sposób można przeprowadzić proces barwienia według niniejszego wynalazku zapomocą innych aryldów kwasu 2,3-oksynaftoesowego.

W następującej tablicy przedstawiony jest szereg innych barwników azowych, otrzymywanych według niniejszego wynalazku:

4-jednodwuazowy związek, otrzymany z:	sprzęgnięty z:	Zabarwienie:
2,6-dwuchloro-1,4- -dwuaminobenzenu	2,3-oksynaftoylo- -1-amino-4-etoksybenzenem	brunatno-granatowe
" "	-1-amino-2-etoksybenzenem	czerwono-brunatne
" "	-1-amino-2-metylobenzenem	" "
" "	-1-amino-3-metylo-4-metoksybenzenem	czerwono-koryntowe
" "	-2-aminonaftalenem	brunatnokoryntowe
" "	-1-aminonaftalenem	niebieskokoryntowe
" "	-2-amino-1-metylonaftalenem	koryntowe
" "	-2-amino-3-metoksynaftalenem	brunat bordo
" "	-2-amino-6-metoksynaftalenem	ciemnofioletowe
" "	-1-amino-2-metoksyantracem	granatowe
" "	-4-amino-acenaftenem	niebieskawo-koryntowe
" "	-4-amino-dwufenylem	niebieskofioletowe
" "	-4-amino-dwufenyloamina	granatowe
" "	-2-amino-karbazolem	" "
" "	-1-amino-4-chlorobenzenem	ciemno-koryntowe
" "	-1-amino-4-metoksybenzenem	czarnofioletowe

4-jednodwuzowy związek, otrzymany z:	sprzęgnięty z:	Zabarwienie:
2,6-dwuchloro-1,4- -dwuaminobenzenu	2,3-oksynaftoylo- -1-amino-3-nitrobenzenem	czerwonobrunatne
" "	-1-amino-4-nitrobenzenem	granatowe
" "	6'-bromo-2'.3'-oksynaftoylo-1-amino- -2-metoksybenzenem	ciemnokoryntowe
" "	6'-metoksy-2'.3'-oksynaftoylo-1-amino- -2-metoksybenzenem	czerwonawoczarne
" "	8'-metoksy-2'.3'-oksynaftoylo-1-amino- -2-metylobenzenem	granatowe
" "	bis-(2''.3''-oksynaftoylo)-4,4'-dwuamino- -3,3'-dwumetoksy-dwufenylem	czerwonobrunatne
" "	2,3-oksynaftoylo- -1,4 - dwuamino - 2 - metoksy - 5 - mety- lobenzenem	ciemnobrunatne
2,6-dwubromo-1,4- -dwuaminobenzenu	-1-amino-2-metoksybenzenem	brunat. bordo
" "	-aminobenzenem	granatowe
" "	-2-aminonaftalenem	brunatnogramatowe
" "	-1-aminonaftalenem	ciemnokoryntowe
2-chloro-6-bromo-1,4- -dwuaminobenzenu	-aminobenzenem	granatowe
" "	-1-amino-2-etoksybenzenem	brunatne
" "	-1-amino-2-metoksybenzenem	czerwonawobrunatne
" "	-1-amino-4-metylobenzenem	czerwonobrunatne
" "	-1-amino-2-metylobenzenem	fioletowobrunatne
" "	-2-aminonaftalenem	brunatnokoryntowe
" "	-1-aminonaftalenem	ciemnokoryntowe

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania nierozpuszczalnych w wodzie barwników azowych, znamienny tem, że 4-jednodwuazowe związki, otrzymywane z 2.6-dwuchlorowco-1.4-dwuaminobenzenów, sprzęga się w postaci substancji lub na włóknie z aryloidami kwasu 2.3-oksynaftoesowego lub ich pochodnemi, podstawionemi w reszcie nafta-

lenu, przyczem ani składnik azowy, ani dwuazowy nie powinny zawierać grup, powodujących rozpuszczanie się tych związków w wodzie.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: M. Skrzykowski,
rzecznik patentowy.