

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Nr 32149

C 09 b, 29/30
Kl. 22 a, 1

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Fra

Sposób wytwarzania barwników jednoazowych

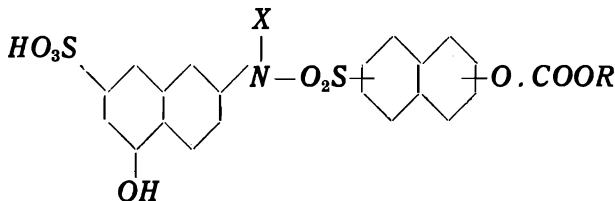
Zgłoszono 18 sierpnia 1939

Udzielono 26 sierpnia 1943

Pierwszeństwo: 8 września 1938 (Niemcy)

Stwierdzono, że otrzymuje się technicznie cenne barwniki jednoazowe sprzęgając związki dwuazowe amin aromatycznych, zawierających grupy nitrowe, albo

związki dwuazowe jednoacylowanych dwuamin aromatycznych w środowisku, zakwaszonym kwasem octowym, ze związkami o następującym wzorze ogólnym:



w którym litera *X* oznacza wodór, grupę alkylową lub aryłową, litera *R* — grupę alkylową, a rdzeń naftalenowy, zawierający grupę karbonowoestrową, posiadać może ponadto dalsze podstawniki, po czym w powstałych barwnikach jednoazowych,

nie zawierających nadającej się do dwuazowania grupy aminowej, odszczepia się grupę karbonowoestrową i redukuje grupę nitrową względnie zmydla grupę jednoacyloaminową.

Nowe barwniki, otrzymane w ten spo-

sób, nadają się do barwienia wełny i bawełny, zwłaszcza też do barwienia mieszanych tkanin z wełny i wełny celulozowej w kąpieli obojętnej lub słabo kwaśnej.

Za pomocą barwników, w których nadająca się do dwuazowania grupa aminowa nie znajduje się w położeniu orto względem grupy azowej, można wytwarzać szczególnie odporne zabarwienia dwuazując barwnik na włóknie i wywołując samosprzęganie się przez dodawanie środków osłabiających kwasowość lub środków działających zasadowo.

Barwniki, które zawierają w części, posiadającej grupy aminowe w położeniu orto względem grupy azowej, resztę zdolną do tworzenia związków zespolonych z metalami, np. oksy-, alkoksy- albo karboksygrupe, mogą być jeszcze bardziej polepszone w swych właściwościach odpornościowych przez traktowanie dodatkowe na włóknie solami miedzi lub chromu.

Składniki azowe, stosowane przy sposobie według wynalazku niniejszego, można otrzymywać np. przez kondensację odpowiednich chlorobezwodników kwasów karboalkoksynaftolosulfonowych z kwasem 2-amino-5-oksynaftaleno-7-sulfonowym lub z pochodnymi podstawionymi w grupie aminowej grupą alkylową lub aryłową, np. z kwasem 2-metyloamino-, 2-feniloamino-, 2 (4'-metoksyfenilo)-amino- lub 2-(4'-oksy-3'-karboksyfenilo)-amino-5-oksynaftaleno-7-sulfonowym.

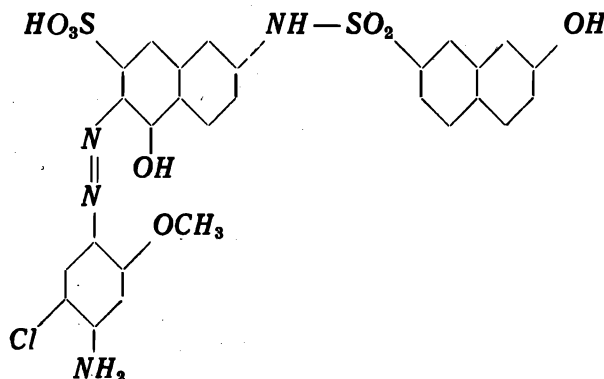
Chlorobezwodniki kwasów karboalkoksynaftolosulfonowych otrzymuje się według wskazówek Zinke (Berichte der Deutschen Chem. Ges., tom 51, str. 354) z odpowiednich kwasów naftolosulfonowych.

Przykład. 257 części wagowych 94%-owego kwasu 2-amino-5-oksynaftaleno-7-sulfonowego rozpuszcza się w temperaturze 70°—80°C w 2500 części objętościowych wody i ilości węglanu sodowego potrzebnej do zobojętnienia, a otrzymany

roztwór zadaje małymi dawkami w kotle, zaopatrzonym w sprawne mieszadło, 340—350 częściami wagowymi chlorobezwodnika kwasu 2-karboetoksynaftolo-7-sulfonowego; w razie powstania odczynu kwaśnego wobec papierka kongo do cieczy dodaje się każdorazowo tyle mniej więcej 20%-owego wodnego roztworu octanu sodowego, aż odczyn kwaśny wobec papierka kongo znowu zniknie. Następnie miesza się jeszcze w temperaturze 70°—80°C tak długo, aż zupełnie zniknie reakcja na kwas aminonaftolosulfonowy. Do roztworu tego wlewa się potem, mieszając, w temperaturze 0°—3°C roztwór dwuazowy, wytworzony w sposób zwykły z 203 części wagowych 4-chloro-5-nitro-2-amino-1-metoksybenzenu, i dba przez jednoczesne dodawanie octanu sodowego o to, aby mieszanina reakcyjna wykazywała stale odczyn kwaśny. Po skończonym sprzęganiu wytworzony barwnik azowy wysala się całkowicie za pomocą chlorku sodowego, odsącza, przemywa go mniej więcej 5%-owym roztworem chlorku sodowego i zarabia na pastę za pomocą mniej więcej 7500 części objętościowych wody; następnie nadaje się paście przez dodanie 150 części objętościowych 37,5%-owego ługu sodowego odczyn wyraźnie zasadowy, miesza w ciągu jednej godziny w temperaturze 45°—50°C, dodaje roztwór 390 części wagowych kryształicznego siarczku sodowego w 600 części objętościowych wody i miesza jeszcze w ciągu mniej więcej jednej godziny w temperaturze 50°—55°C. Otrzymany roztwór po odsączeniu zakwasza się ostrożnie kwasem solnym, a strącony barwnik po ostygnięciu odsysa się z zastosowaniem próżni i przemywa za pomocą małej ilości wody. W celu oczyszczenia zredukowaną pastę rozpuszcza się w temperaturze 50°—60°C powtórnie w 5000 części objętościowych wody i potrzebnej ilości ługu sodowego i odsącza. Z przesączu oczyszczony już

barwnik aminojednoazowy strąca się kwasem solnym, odciska i suszy. Stanowi on

w stanie suchym niebieskoczarńy proszek o składzie następującym:



Barwnik ten barwi wełnę, wełnę celulozową i tkaniny mieszane z wełny i wełny celulozowej na fioletowe odcienie dając na obu włóknach tych zabarwienia równomierne. Przy dwuazowaniu na włóknie i następującym traktowaniu dodatkowym w środowisku słabo zasadowym otrzymuje się ciemnogramatowe odcienie. Przez następujące potem traktowanie dodatkowe za pomocą soli miedzi i chromu można jeszcze bardziej polepszyć odporność otrzymanych w ten sposób gramatowych zabarwień, a zwłaszcza odporność na działanie światła i na pranie.

Ten sam barwnik można też otrzymać stosując zamiast chlorobezwodnika kwa-

su 2-karboetoksynaftolo-7-sulfonowego chlorobezwodnika kwasu 2-karbometoksynaftolo-7-sulfonowego albo też 4-chloro-5-acetamino-2-amino-1-metoksybenzen zamiast 4-chloro-5-nitro-2-amino-1-metoksybenzeny.

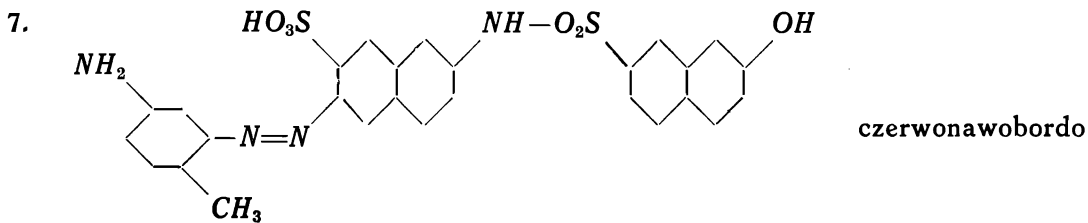
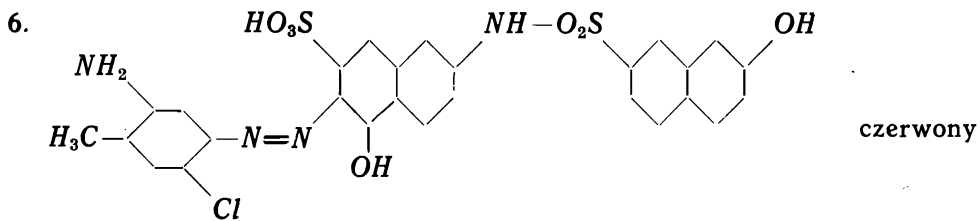
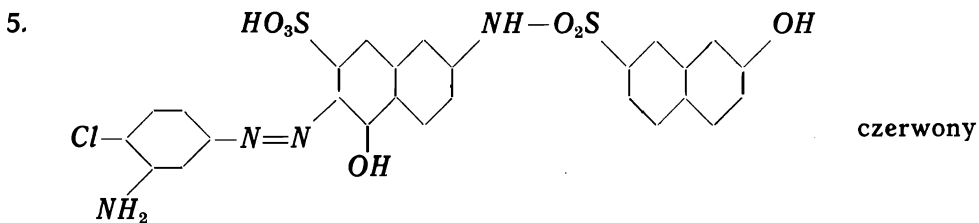
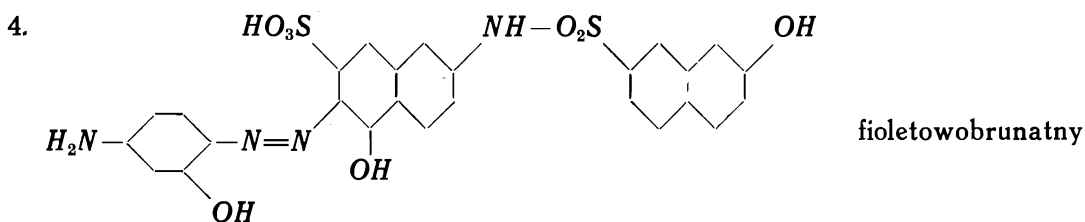
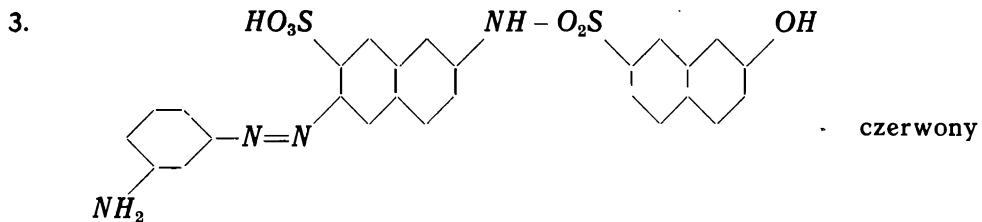
Zastępując wymienione wyżej składniki barwników innymi składnikami dwuazowymi względnie azowymi o opisanym wyżej składzie otrzymuje się barwniki o właściwościach podobnych.

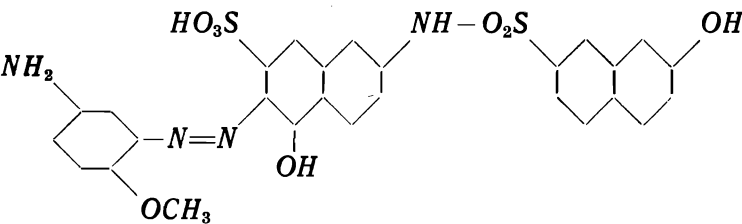
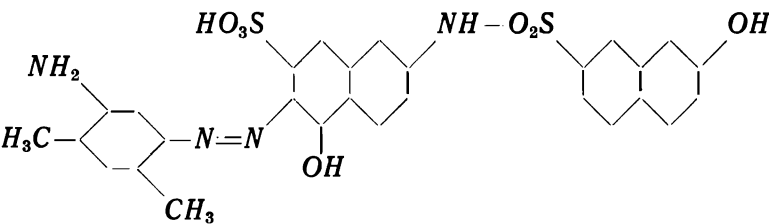
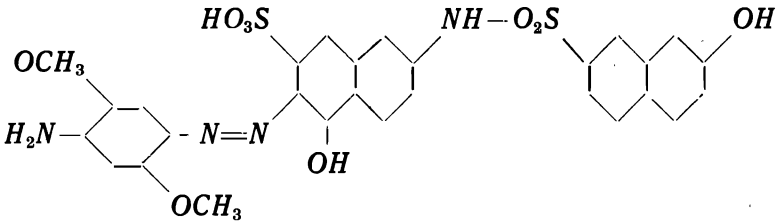
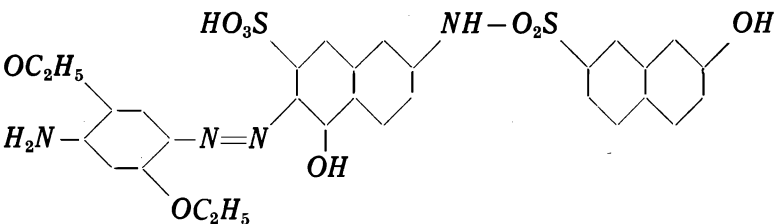
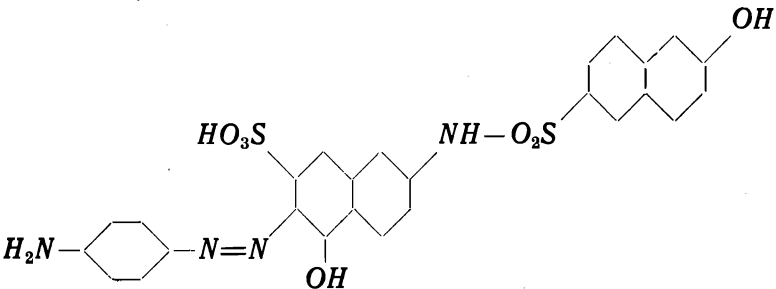
W następującej tabeli wymieniony jest szereg dalszych barwników jednoazowych, wytwarzanych według wynalazku niniejszego, oraz odcienie otrzymywane za pomocą tych barwników.

S k ł a d b a r w n i k ó w

Odcień zabarwień otrzymywanych przez samosprężanie się na tkaninach mieszanych z wełny i wełny celulozowej

- | | | |
|----|--|-----------|
| 1. | | koryntowy |
| 2. | | koryntowy |

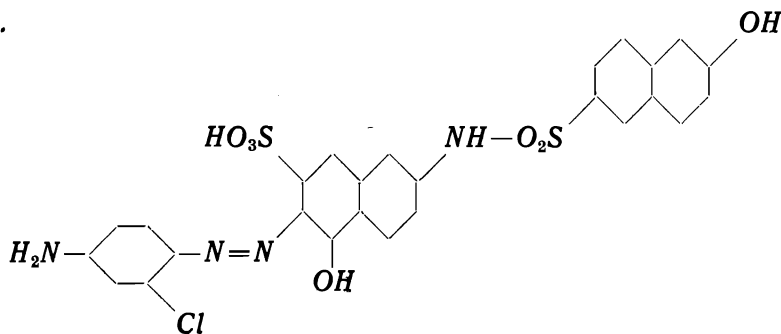


8.  bordo do granatowego
9.  niebieskawoczerwony
10.  ciemnoniebieski
11.  ciemnoniebieski
12.  czarnofioletowy

S k ł a d b a r w n i k ó w

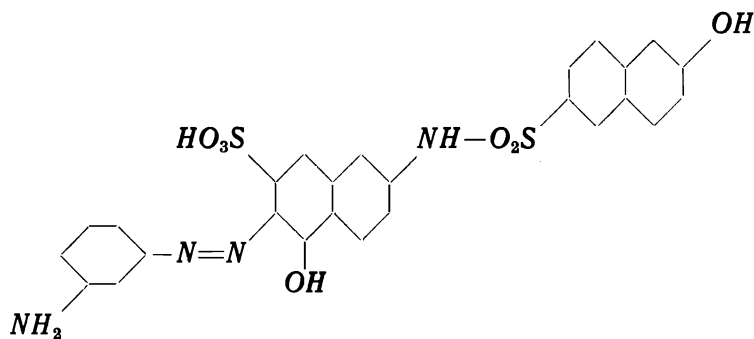
Odcień zabarwień otrzy-
mywanych przez samo-
sprężanie się na tkani-
nach mieszanych z wełny
i wełny celulozowej

13.



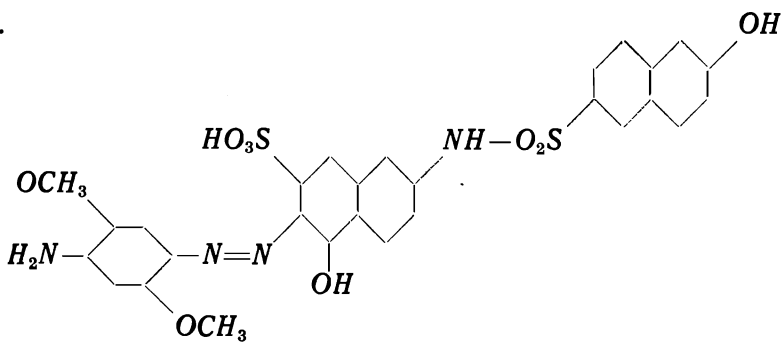
koryntowy

14.



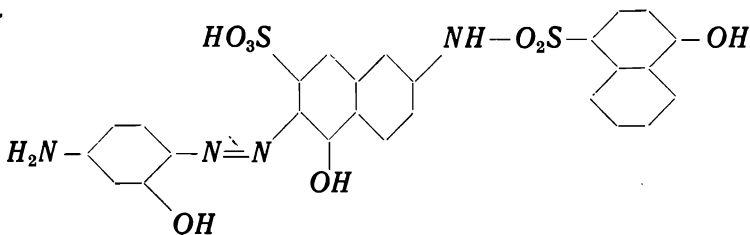
mętny żółtoczerwony

15.



czerwonawograna-
towy

16.

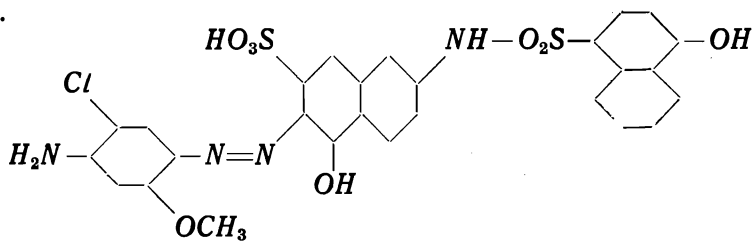


czerwonawociemno-
czerwonobrunatny

S k ł a d b a r w n i k ó w

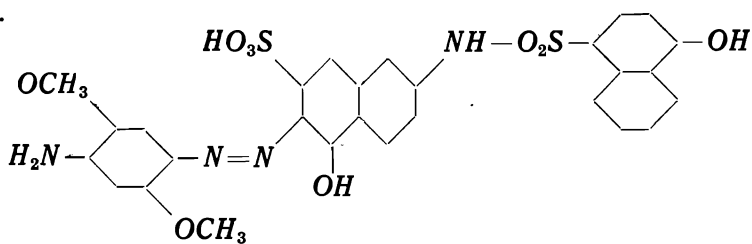
Odcień zabarwień otrzy-
mywanych przez samo-
sprzęganie się na tkani-
nach mieszanych z wełny
i celulozowej

17.



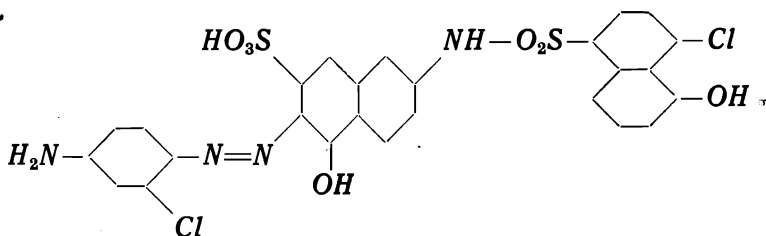
czerwonawociemno-
niebieski

18.



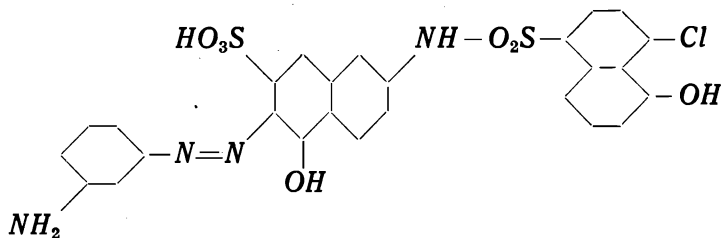
granatowy

19.



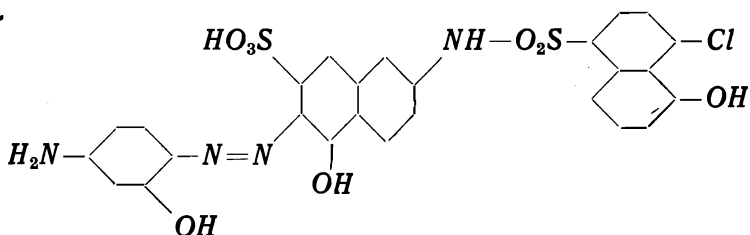
koryntowy

20.



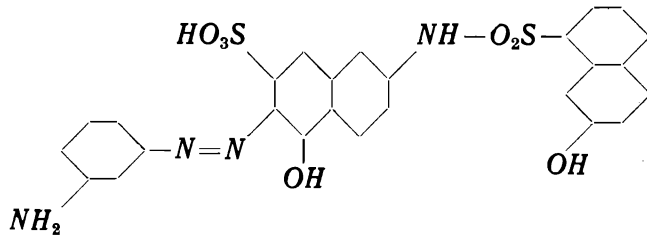
czerwony

21.



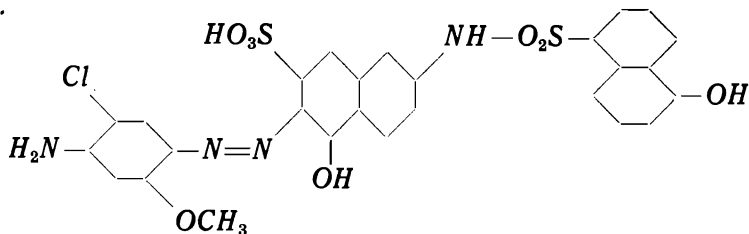
koryntowy

22.



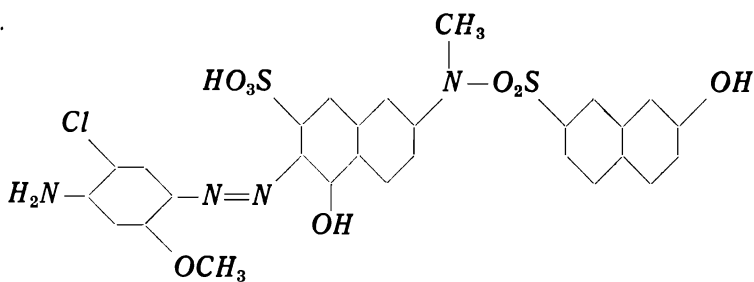
szkarłatny

23.



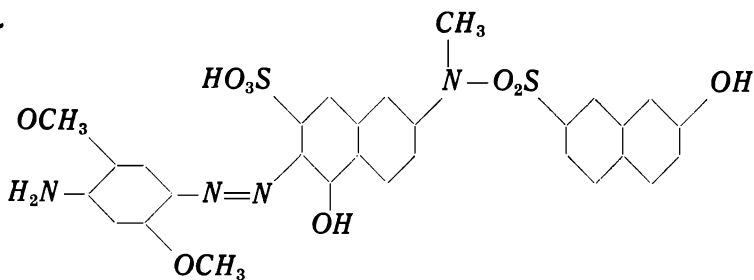
koryntowy

24.



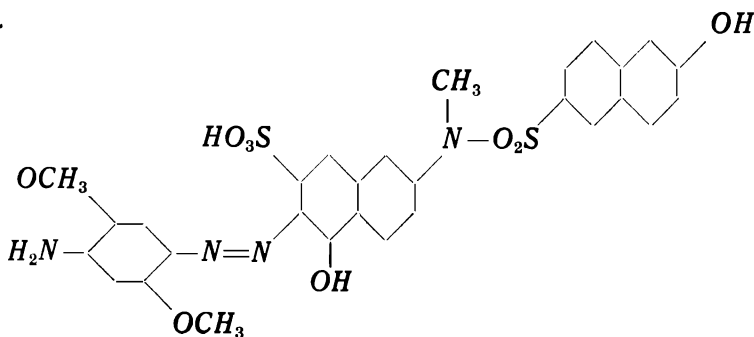
czerwonawociemno-
niebieski

25.



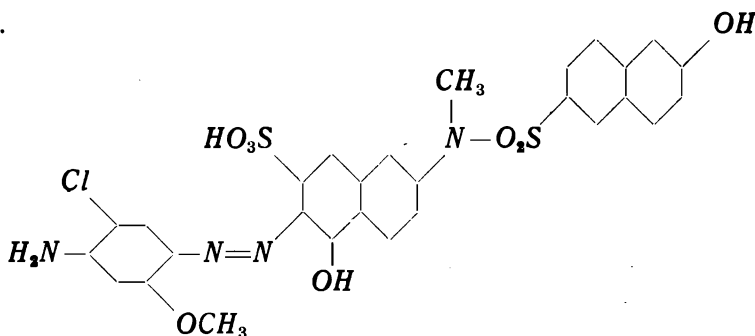
ciemnoniebieski

26.



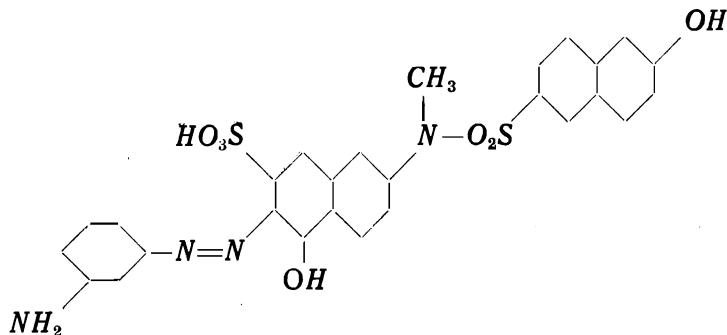
ciemnofioletowy

27.



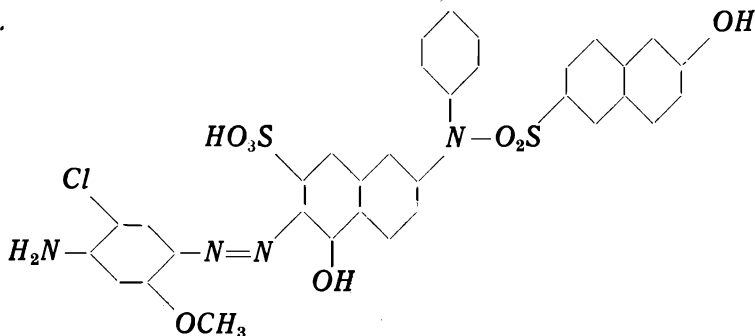
ciemnofioletowoniebieski

28.



czerwony

29.

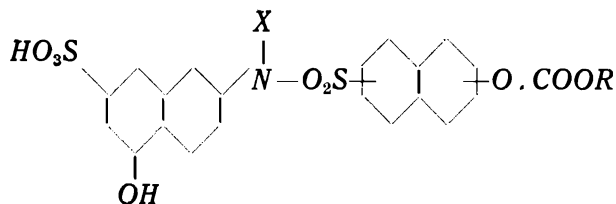


fioletowoczarny

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania barwników jednoazowych, znamieny tym, że związki dwuazowe amin aromatycznych, zawierających

grupy nitrowe, albo związki dwuazowe jednoacylowanych dwuamin aromatycznych sprzęga się w środowisku, zakwaszonym kwasem octowym, ze związkami o następującym wzorze ogólnym:



w którym litera *X* oznacza wodór, grupę alkylową lub aryłową, litera *R* — grupę alkylową, a rdzeń naftalenowy, zawierający grupę karbonowoestrową, może posiadać ponadto dalsze podstawniki, po czym w powstałych barwnikach jednoazowych, nie zawierających nadającej się do dwuazowania grupy aminowej, odszczepia się

grupę karbonowoestrową i redukuje grupę nitrową względnie zmydla grupę jednoacyloaminową.

I. G. F a r b e n i n d u s t r i e
A k t i e n g e s e l l s c h a f t
Zastępca: inż. W. Zakrzewski
rzecznik patentowy