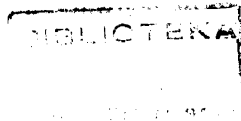


URZĄD PATENTOWY



DOGP 1/13



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 23004.

Kl. 8 m, 12.

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

Sposób wytwarzania barwników azowych na włóknie.

Zgłoszono 19 września 1932 r.

Udzielono 24 marca 1936 r.

Pierwszeństwo: 25 września 1931 r. (Wielka Brytania).

Przy zwykłym sposobie wytwarzania barwników azowych na włóknie napawa się materiał roztworem substancyjnego składnika sprzęgającego lub „składnikiem biernym”, jak na przykład aryli dem kwasu 2.3-oksynaftoesowego, kwasu acetoctowego, kwasu 2-oksyantraceno-3-karbonowego, kwasu o-oksybenzokarbazolokarbonowego lub jakimkolwiek innym odpowiednim składnikiem substancyjnym, poczem wywołuje się w roztworze związku dwuazonowego. Po wywołaniu w roztworze dwuazonowym materiał włóknisty poddaje się działaniu powietrza, a następnie traktuje gorącym roztworem sody, przepłukuje i suszy.

Wiadomo, że sprzęganie, zwłaszcza

przy zastosowaniu związków o większym ciężarze cząsteczkowym, zachodzi w wielu przypadkach w zwykłych warunkach dość wolno i niezupełnie. Można więc spostrzec, że przy zastosowaniu powoli sprzęgającego związku dwuazowego i przy używaniu zwykłej metody wytwarzania barwnika azowego część niesprzęgniętego jeszcze związku dwuazowego zostaje ściągnięta z materiału włóknistego podczas późniejszego traktowania zabarwionego materiału włóknistego roztworem mydła.

Sole dwuazonowe są poza bardzo niskimi temperaturami, mniej lub bardziej nie trwałe. Składniki bierne, jak sole potasowe aryli dów kwasu 2.3-oksynaftoesowego, są również w warunkach sprzęgania

częstokroć nietrwałe. Przeprowadzając sprzęganie nadmiernie długo, można łatwo wywołać rozkład, połączony z tworzeniem się niepożądanych produktów ubocznych.

Przy wytwarzaniu artykułów rezerwowych niezmienny związek dwuazowy, ściągnięty z włókna w roztworze mydła, reaguje ze składnikiem sprzęgającym, znajdującym się na rezerwowanych miejscach materiału włóknistego, wskutek czego miejsca te zostają zaplamione lub nawet zabarwione.

Znacznie silniejsze i lepsze zabarwienia i zupełne sprzęgnięcie osiąga się, jeżeli materiał włóknisty po przeciągnięciu go przez kąpiel dwuazonową, poddaje się natychmiast działaniu ciepła w wyższej temperaturze. Mimo większej nietrwałości składników, zwłaszcza soli dwuazonowej, w temperaturze podwyższonej sprzęgnięcie, połączone z tworzeniem się barwników azowych, zachodzi niespodzianie szybciej, niż rozkład składników, wskutek czego sprzęgnięcie przebiega znacznie dokładniej, niż przy stosowanych dotychczas sposobach.

Poddawany barwieniu materiał włóknisty napawa się w sposób zwykły, roztworem lub zawiesiną składnika biernego, a następnie roztworem dwuazonowym, po czym traktuje się go natychmiast szybko w temperaturze, znacznie wyższej niż temperatura pokojowa. W ogólności sprzęgnięcie przebiega tem szybciej, im wyższa jest temperatura; sprzyjającą okazała się jednak temperatura powyżej mniej więcej 50°C, a jeszcze lepsze są temperatury, leżące od 100°C do 115°C. Aby zapobiec rozkładaniu się składników, zaleca się przeprowadzać traktowanie materiału włóknistego w dość niskiej temperaturze.

Szybkie podwyższenie temperatury po traktowaniu materiału włóknistego roztworem dwuazonowym może być uskutecznione na przykład w ten sposób, że materiał włóknisty po przeciągnięciu przez kąpiel

dwuazonową przeprowadza się natychmiast przez walce, ogrzane parą. W ten sposób osiąga się bardzo szybkie ogrzewanie do 100°C i sprzęgnięcie zachodzi wówczas w przeciągu paru sekund.

Traktowanie materiału włóknistego w podwyższonej temperaturze może być uskutecznione według niniejszego wynalazku również i w ten sposób, że materiał ten po kąpeli dwuazonowej przeciąga się natychmiast przez ogrzaną komorę parową lub między dwiema lub większą liczbą ogrzanych płyt, ustawionych naprzeciw siebie, lub między innymi grzejnikami odpowiednimi.

Zabarwienia, otrzymane według niniejszego wynalazku, są w wielu przypadkach o 30 — 40% silniejsze, niżeli zabarwienia, otrzymane zapomocą znanych dotychczas metod; poza tem materiał jest narażony o wiele mniej na niebezpieczeństwo spalienia produktami rozkładu lub nieprzemienionym związkiem dwuazowym.

Zaletę niniejszego wynalazku stanowi, że użycie mieszaniny różnych soli dwuazonowych, jak również i soli, których tylko z trudnością lub wcale nie można było używać przy barwieniu sposobem ciągłym wskutek ich małej szybkości sprzęgania lub niewystarczającej rozpuszczalności, daje przy zastosowaniu sposobu według wynalazku niniejszego wyniki zadowalające.

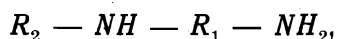
Sposób ten można z korzyścią stosować do wytwarzania wzorów rezerwowych, ponieważ pozwala na stosowanie znacznych ilości kwasu organicznego w roztworze dwuazonowym bez ujemnego wpływu na proces sprzęgania.

Do traktowania materiału włóknistego w podwyższonej temperaturze mogą być stosowane zwykłe walce do suszenia lub inne walce, ogrzewane w odpowiedni sposób. Jako parni można używać zwykłego przyrządu do parowania, zaopatrzonego w dziurkowane rury parowe i w wałki do

przewodzenia materiału włóknistego. Jako płyty ogrzewane można stosować dające się ogrzewać zapomocą pary płaskie płyty wydrążone z żelaza lub innych odpowiednich materiałów, płytowe grzejniki elektryczne lub inne odpowiednie narządy. Płyty ogrzewane najlepiej jest umieścić pionowo, parami jedna naprzeciw drugiej, pozostawiając między nimi wolną przestrzeń, przez którą przeprowadza się materiał.

Zastosowanie płyt ogrzewanych jest wskazane szczególnie przy wytwarzaniu druków rezerwowych. Płyty ogrzewane i wałki do prowadzenia materiału włóknistego można z łatwością umieścić w ten sposób, że materiał włóknisty przesuwany na swej drodze od kąpieli dwuazonowej do płótki po wałkach tylko swą stroną niezadrukowaną, przez co unika się plam, wytwarzanych farbami rezerwowymi.

Sposób niniejszy można z korzyścią stosować przy wytwarzaniu zabarwień na włóknie zapomocą trudnosprzęgających się związków dwuazonowych, jak na przykład zapomocą dwuazonowych związków zasad o wzorze ogólnym:



w którym R_1 i R_2 oznaczają podstawione lub niepodstawione reszty izocykliczne, a NH_2 podlega dwuazowaniu.

Jednak i przy stosowaniu normalnie sprzęgających się związków dwuazonowych również otrzymuje się lepsze wyniki, jak przyspieszenie szybkości sprzęgania, zmniejszenie niebezpieczeństwa poplamienia przy drukowaniu zapomocą rezerw i inne korzyści.

Główną cechą sposobu niniejszego jest więc to, że materiał po kąpieli dwuazonowej poddaje się działaniu ciepła w podwyższonej temperaturze. Sposób ten nie ogranicza się do zastosowania pewnego

przyrządu grzeijnego. Zamiast wałców ogrzewanych, przyrządów do parowania lub płyt można też stosować wszelkie inne urządzenia o nadającej się do tego celu konstrukcji.

Przykład I. Tkaninę bawełnianą, zaprawioną zwykłym sposobem 1%-ową 2'.3'-oksynaftoyloaniliną, napawa się roztworem dwuazonowym, zawierającym 3% chlorku dwuazonowego 4-amino-4'-metoksydwufenyloaminy, 5% siarczanu magnezu i 1% kwasu mrówkowego, a następnie przepuszcza się tkaninę naokoło bębnow ogrzanych parą i mydli.

Przykład II. Materiał włóknisty, traktowany w sposób zwykły kąpielą zaprawową, zawierającą 2½% 2'.3'-oksynaftoylo - 2.5 - dwumetoksy - 1 - aminobenzenu, przeciąga się przez zawieszinę, zawierającą 7% podwójnej soli chlorocynkowej związku dwuazonowego z α-aminoantrachinonem, ½% tragantu i 1% kwasu octowego, suszy na bębnach ogrzanych i mydli.

Przykład III. Na tkaninie, traktowanej w sposób zwykły kąpielą zaprawową, zawierającą 2% 2'.3'-oksynaftoylo-4-chloroaniliny, nadrukowuje się rezerwę, składającą się z 20 części wagowych sulfoksylanu sodowego i 80 części wagowych zagęstnika z gumy brytyjskiej. Następnie napawa się tkaninę roztworem dwuazonowym, otrzymanym w sposób zwykły i zawierającym 2% 4.4'-dwuaminodwufenyloaminy i 1% kwasu mrówkowego, suszy się w podwyższonej temperaturze na bębnach ogrzanych i płótcze. Otrzymuje się białą rezerwę na marynarsko-niebieskiem tle.

Przykład IV. Materiał włóknisty, traktowany przedtem kąpielą zaprawową, zawierającą 2½% 2'.3'-oksynaftoylo - 2.5 - dwumetoksy-1-aminobenzenu, przerabia się w roztworze dwuazonowym, zawierającym 1% 2.5-dwuchloroaniliny i 0,75% 4.4'-dwuaminodwufenyloaminy, poczem suszy się zapomocą bębnow ogrzewanych, mydli

się na gorąco w obecności $\frac{1}{4}\%$ ługu sodowego. Otrzymuje się zabarwienie brązowe.

W przykładach I — IV osiąga się szybkie podwyższenie temperatury na bębnoch, ogrzanych parą.

Temperatura bębnow albo przynajmniej tych walców, przez które materiał przechodzi, winna być niższa od temperatury, stosowanej do suszenia materiałów wilgotnych. Liczba bębnow i ich najodpowiedniejszy stopień ogrzania zależy od gatunku, ciężaru materiału i od zawartej w nim cieczy. Do przeróbki pasma tkaniny, którego 100 m waży mniej więcej 13 kg i pochłania około 12 kg cieczy, stosuje się z korzyścią mniej więcej 24 bębny, z których każdy posiada średnicę 45—50 cm. Ogrzewa się je zapomocą pary, przyczem w ostatnich 20 walcach stosuje się parę przegrzaną.

Przykład V.

a. Zaprawa:

12 g 2'.3'-oksynaftoyloaniliny zarabia się na ciasto z 15 cm³ oleju tureckiego i 15 cm³ ługu sodowego o 38°Bé, następnie rozpuszcza się we wrzącej wodzie i nastawia do 1 litra.

Temperatura zaprawiania wynosi 35°C. Zaprawianie uskutecznia się zapomocą zwykłej napawaczki, a następnie tkaninę suszy się w suszarce.

b. Kąpiel do wywoływania:

27 g chlorku dwuazonowego 4-amino-4'-metoksydwufenyloaminy nastawia się 973 cm³ zimnej wody do 1 litra.

Temperatura wywoływania wynosi 15—20°C. Zaprawiony i wysuszony materiał wywołuje się zapomocą dwuwalcowej napawaczki i natychmiast przepuszcza się przez skrzynię parową. Temperatura przy traktowaniu parą wynosi 110 — 115°C; traktowanie to trwa mniej więcej 30 sekund. Następnie przeciąga się zabarwioną tkaninę przez kąpiel, ogrzaną do 40°C i

zawierającą w litrze 5 cm³ kwasu solnego o 20°Bé, poczem się płóczy i, gotując, mydli.

Przykład VI. Materiał, zaprawiony i wysuszony według wskazówek przykładu V, nadrukowuje się następującą rezerwą do bieli:

250 g siarczanu glinowego 1 : 1,
500 g zagęstnika ze skrobi i tragantu,
100 g kaolinu w proszku i
150 g wody.

1000 g.

Następnie wybarwiony materiał suszy się.

Kąpiel do wywoływania:

27 g chlorku dwuazonowego 4-amino-4'-metoksydwufenyloaminy nastawia się 973 cm³ zimnej wody do 1 litra.

Wywoływanie uskutecznia się na napawaczce, poczem materiał przechodzi przez skrzynię parową. Temperatura przy traktowaniu parą wynosi mniej więcej 110 — 115°C; traktowanie to trwa mniej więcej 30 sekund. Materiał można również prowadzić przez przestrzeń, wytworzoną np. pomiędzy ogrzanymi zapomocą pary płytami (wydrażonemi), umieszczonemi parami w odpowiedniej odległości jedna na przeciw drugiej. Następnie przeciąga się materiał przez kąpiel, ogrzaną do 80°C i zawierającą w litrze 30 cm³ kwasu solnego o 20°Bé, płóczy się w zimnej wodzie, przeciąga przez kąpiel kwaśno-siarczynową o temperaturze 80°C, zawierającą 15 cm³ roztworu kwaśnego siarczynu sodowego o 38°Bé w litrze, płóczy i mydli. Otrzymuje się białe rezerwy na niebieskiem tle.

Przykład VII. Roztwór zaprawowy stosuje się według przykładu V.

Rezerwa do żółcieni:

80 g estrowej soli kwasu siarkowego i leuko-związku 3.4.8.9-dwubenz-pyreno-5.10-chinonu,
70 g mieszaniny, składającej się z

etylenoglikolu, dwuoksyetylenoglikolu i eteru monometylowego,
205 g wody,
400 g zagęstnika ze skrobi i tragantu,
65 g kwaśnego siarczynu sodowego o 38°Bé,
10 g rodanku amonowego,
120 g żółcieni chromowej w postaci 60%-owego ciasta (obojętnego chromianu ołowiu),
50 g kaolinu w postaci ciasta 1 : 1

1000 g.

Wywoływanie i dalszą obróbkę skutecznia się według przykładu VI. Otrzymuje się żółtą rezerwę na tle niebieskiem.

Przykład VIII. Roztwór zaprawowy stosuje się według przykładu V.

Rezerwa do zieleni:

80 g estrowej soli kwasu siarkowego i leuko-związku dwumetoksydwbenzantronu,
80 g mieszaniny składającej się z etylenoglikolu, dwuoksyetylenoglikolu i eteru monometylowego,
175 g wody,
400 g zagęstnika ze skrobi i tragantu,
80 g kwaśnego siarczynu sodowego o

38°Bé,

15 g rodanku amonowego,
120 g żółcieni chromowej w postaci 60%-owego ciasta (obojętnego chromianu ołowiu) i
50 g kaolinu w postaci ciasta 1 : 1

1000 g.

Wywoływanie i dalszą obróbkę skutecznia się według przykładu VI. Otrzymuje się zieloną rezerwę na tle niebieskiem.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania barwników azowych na włóknie przez zaprawianie materiału odpowiednim składnikiem sprzęgającym i następne wywoływanie roztworem dwuazonowym, znamienny tem, że materiał po przeciągnięciu przez kąpiel dwuazonową natychmiast poddaje się działaniu ciepła w temperaturze podwyższonej w granicach od 50° — 120°C.

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