

15 marca 1930 r.

C 096 29/20



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIŚ PATENTOWY

Nr 11436.

Kl. 22 a ~~23~~/20

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

Sposób wytwarzania barwników azowych.

Zgłoszono 24 listopada 1928 r.

Udzielono 18 grudnia 1929 r.

Pierwszeństwo: 13 grudnia 1927 r. (Niemcy).

Zauważono, że dwuazodwufenylnitrozoaminy, które powstają przez działanie dwu cząsteczek azotynu alkaliów na jedną cząsteczkę 4-aminodwufenyloaminów, które nie zawierają żadnej grupy sulfonowej lub karboksylowej, przy sprzęganiu z arylidami kwasu 2.3-oksynaftoesowego dają bordo-czerwone i granatowe, w wodzie nierozpuszczalne barwniki, zawierające grupę nitrozową. Jeżeli wytworzy się je na włóknie, to otrzymuje się zabarwienia, niezmieniające barwy przy działaniu chloru i po praniu. Dwuazodwufenylnitrozoaminy, których użycie do wytwarzania barwników azowych nierozpuszczalnych w wodzie nie zostało dotąd jeszcze opisane, wyróżniają się swą energją sprzęgania i swą godną u-

wagi trwałością roztworów, co posiada techniczne znaczenie dla pracy na kąpielach bieżącej przy wywoływaniu takich farb lodowych.

Dalej znaleziono, że grupa nitrozowa daje się odszczepić z kompleksu barwnika, jeżeli barwniki otrzymane w ten sposób traktuje się na ciepło środkami zmydlającymi lub jeśli działa się na nie odpowiednimi środkami redukcyjnymi. Przytem przechodzą odcienie barwników z bordo-czerwonego lub granatu na niebieskie. Jako środki zmydlające wchodzi w rachubę alkalia i kwasy mineralne lub organiczne. Specjalnie korzystnie i technicznie nieskomplikowane, przedewszystkiem jeżeli ma się do czynienia z barwnikami na włóknie,

przedstawia się (niespodziewanie) oddzielenie grupy nitrozowej przy użyciu takich środków redukujących, jak np. podsiarczynu, siarczku sodu, wodorosiarczku sodowego, cukru gronowego, dwusiarczynu i siarczynu obojętnego lub też hydroksylaminu, względnie hydrazyny.

Przykład I. Dobrze wygotowaną przędzę bawełnianą impregnuje się jednym litrem roztworu i dobrze wyżyma. Roztwór zawiera:

4 g 2.3-oksynaftoilo-4-chloroaniliny,
10 cm³ czerwieni tureckiej i
8 cm³ ługu sodowego 34° Bé.

22,8 części 4-amino-4'-etoksydwufenyloaminy traktuje się odpowiednią ilością rozcieńczonego kwasu solnego i dwuazuje 14 częściami azotynu sodu, przyczem tworzy się odrazu związek nitrozowy. Roztwór rozcieńcza się na koncentrację 1/100 mol. w litrze.

W roztworze tym 4-dwuazo-4'-etoksydwufenylnitrozoaminy, zubożonym dwuwęglanem sodu aż do obojętnej reakcji konga, wywołuje się zagruntowaną przędzę bawełnianą i płótcze na zimno i na ciepło. W ten sposób otrzymuje się zabarwienie granatu.

Jeżeli to zabarwienie podda się następnie kąpieli, która zawiera w litrze 5 g sody, 3 g mydła i 0,5 g siarczku sodowego (bezwodnego), na przeciąg 10 — 15 minut w temperaturze 80 — 85°, to po wypłókanu i wysuszeniu otrzymuje się zabarwienie niebieskie o odcieniu zielonawym, bardzo trwałe.

Przykład II. Dobrze wygotowaną przędzę bawełnianą impregnuje się litrem roztworu i dobrze wyżyma. Roztwór zawiera:

6 g 2.3-oksynaftoilo-4-toluidyny,
8 cm³ czerwieni tureckiej i
12 cm³ ługu sodowego 34° Bé.

21,4 części 4-amino-4'-metoksydwufenyloaminy dwuazuje się tak, jak podano w przykładzie I 14 częściami azotynu sodu i sprowadza roztwór dwuazowy do stężenia 1/100 mol. w litrze.

Jeżeli w tym roztworze dwuazowym wywoła się zagruntowaną przędzę bawełnianą, to otrzymuje się zabarwienie czerwono-brunatne. Jeżeli to zabarwienie traktuje się roztworem, który zawiera w litrze obok 10 g sody, 2 g cukru gronowego, przez 15 minut w 90°, to otrzymuje się zabarwienie niebieskie.

Jeżeli zamiast 2.3-oksynaftoilo-4-toluidyny użyje się 2.3-oksynaftoilo-beta-naftyloaminy, to otrzyma się zabarwienie niebieskie z odcieniem czerwonym; z 2.3-oksynaftoilo-p-chloroaniliną otrzymuje się także zabarwienie niebieskie.

Przykład III. Muslin wełniany zagruntowuje się roztworem, który zawiera:

5 g 2.3-oksynaftoilo-4-toluidyny,
5 cm³ czerwieni tureckiej i
7,7 cm³ ługu sodowego 34° Bé,

następnie wyżyma się muslin, płótcze 5—10 minut roztworem, który zawiera 30 g soli kuchennej w litrze i następnie znów gruntownie odwadnia.

Wywołuje się roztworem, który zawiera w litrze 1/100 mol. 4-dwuazo-4'-etoksydwufenylnitrozoaminy, a którego wolny kwas mineralny zubożony jest octanem sodu i po zmydleniu 5 g obojętnego mydła w litrze przy 45° i po płókanu zabarwia się na ciemny granat.

Jeżeli to zabarwienie traktuje się kąpielą, która zawiera 3 cm³ 90% kwasu mrówkowego w litrze, to otrzymuje się zabarwienie niebieskie.

Przykład IV. 3 g 2.3-oksynaftoilo-4-toluidyny

6 cm³ ługu sodowego 34° Bé i
3 cm³ czerwieni tureckiej rozpuszcza się w litrze przy dodaniu

3 cm³ formaldehydu i zwykłego środka ochronnego, np.

3 g Protektolu I pulv. podwójnego.

Zagruntowuje się w tym roztworze przez 15 minut przy 25° pasmo jedwabiu, następnie dodaje się do tej kąpieli jeszcze 10 g soli kuchennej i zagruntowuje jeszcze raz przez ¼ godziny, poczem usuwa się z pasma dokładnie wodę.

Wywołuje się w kąpielu zobojętnionej octanem sodu, która zawiera w litrze 1,25 g 4-amino-4'-metoksydwufenyloaminu i odpowiednią ilość związku dwuazonitrozowego i do której dodaje się jeszcze na litr 5 cm³ 50% kwasu octowego i 10 g soli kuchennej, która zawiera w litrze 0,5 siarczku sodu (bezwodnego), 2 g sody, 3 g mydła i 0,5 g Protektolu I pulv. podwójnego, następnie znów płócze i suszy.

Otrzymuje się jasne zabarwienie niebieskie.

Z innemi 4-dwuazodwufenylnitrozoaminami i innemi aryloidami kwasu 2.3-oksy-

naftoesowego można ten proces podobnie przeprowadzić.

Barwniki niniejsze można także drukować na tkaninie podług jednej ze zwykle używanych metod.

Zabarwienia niebieskie, otrzymane podług sposobów niniejszych, wyróżniają się łatwością i dobrym wytrawianiem.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania barwników azowych, znamienny tem, że sprzęga się 4-dwuazo-dwufenylnitrozoaminy, które nie zawierają żadnej grupy sulfonowej lub karboksylowej, z aryloidami kwasu 2.3-oksynaftoesowego i następnie odszczepia grupą nitrozową.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.

Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy.