

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Nr 31937

Kl. 8 m, 12

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt n. M.

Sposób otrzymywania trwałych wybarwień na estrach i eterach celulozy

Zgłoszono 13 marca 1940

Udzielono 19 czerwca 1943

Pierwszeństwo: 1 grudnia 1938 (Niemcy)

DO6p 1/12

Znane jest wytwarzanie trwałych wybarwień na estrach i eterach celulozy w ten sposób, że materiał poddawany barwieniu traktuje się związkami aromatycznymi, zawierającymi grupę aminową, dającą się dwuazować, po czym dwuazuje się i wywołuje barwnik azowy przez traktowanie składnikiem sprzęgającym, np. kwasem 2,3-oksynaftoesowym lub β -naftolem.

Stwierdzono, że można otrzymywać trwałe wybarwienia na estrach i eterach celulozy w sposób znacznie prostszy traktując estry albo etery celulozy barwnikami azowymi, nieposiadającymi grupy sulfonowej, zawierającymi jednak w cząsteczce grupę aminową, dającą się dwuazować, i zdolne do sprzęgania położeń wolne, albo rozpuszczając te barwniki azowe w estrach lub

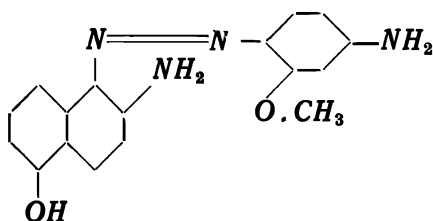
eterach celulozy, po czym dwuazuje się i sprzęga utworzone związki dwuazowe same ze sobą, ewentualnie przez dodawanie do kąpieli do dwuazowania — po skończonym dwuazowaniu — środków osłabiających odczyn kwaśny albo środków o odczynie zasadowym lub przez traktowanie środkami tymi w kąpieli świeżej.

Traktowanie włókna barwnikami azowymi może być dokonywane w roztworze lub zawiesinie o odczynie kwaśnym albo obojętnym. Dwuazowanie uskutecznia się z zastosowaniem środków zwykłych. Barwników azowych można dodawać również i do roztworu przędzalniczego.

W porównaniu ze sposobem znanym sposób według wynalazku niniejszego wykazuje korzyść łatwiejszego i prostszego

wykonania, ponieważ zbędne staje się dodatkowe traktowanie za pomocą środka wywołującego i dzięki temu też zastosowanie kąpieli sprzęgającej ze szczególnym składnikiem sprzęgania. Oprócz tego wybarwienia otrzymane sposobem według wynalazku przewyższają pod względem odporności na działanie cieczy wodnych wybarwienia znane, otrzymywane w sposób zwykły z zastosowaniem szczególnego składnika sprzęgającego.

Przykład. 1 kg przędzy z jedwabiu octanowego traktuje się w ciągu godziny w temperaturze mniej więcej 80°C zawieszoną 50 g drobno rozdzielonego barwnika azowego o wzorze następującym



(otrzymywanego przez sprzęganie dwuazowanego 1-amino-2-metoksy-4-nitrobenzenu w środowisku kwaśnym z 2-amino-5-oksynaftalenem i następującą redukcję grupy nitrowej) w 25 litrach wody, płucze, a następnie traktuje kąpielą świeżą, zawierającą 30 g azotynu sodowego i 80 cm³ stężonego kwasu solnego w 30 litrach wody zimnej. Po upływie jednej godziny dwuazowanie jest skończone. Następnie materiał odwirowuje się i traktuje się w celu wywołowania wybarwienia kąpielą zimną, zawierającą 80 cm³ 25%-owego amoniaku w 30 litrach wody, po czym odwirowuje się i suszy. Otrzymuje się czarnobrunatne wybarwienie o dobrych właściwościach odpornościowych, zwłaszcza o bardzo dużej odporności na działanie cieczy wodnych.

W następującej tabeli podano odcienie szeregu wybarwień otrzymywanych według wynalazku niniejszego:

Składnik wyjściowy	Odcień zabarwienia
1. 1-amino-4-nitrobenzen $\xrightarrow{\text{w środowisku kwaśnym}}$ 2-amino-5-oksynaftalen, zredukowany lub 1-amino-4-acetyloaminobenzen $\xrightarrow{\text{w środowisku kwaśnym}}$ 2-amino-5-oksynaftaleno i odświeżenie grupy acetylowej	brunatnoczarny
2. 1-amino-2-chloro-4-nitrobenzen $\xrightarrow{\text{w środowisku kwaśnym}}$ 2-amino-5-oksynaftalen, zredukowany	czarnobrunatny
3. 1,4-dwuamino-3,5-dwuchlorobenzen $\xrightarrow{\text{w środowisku kwaśnym}}$ 2-amino-5-oksynaftalen	fioletowobrunatny
4. 1-amino-3-nitro-6-metylobenzen $\xrightarrow{\text{w środowisku kwaśnym}}$ 2-amino-5-oksynaftalen, zredukowany	brunatny
5. 1-amino-4-nitro-6-metylobenzen $\xrightarrow{\text{w środowisku kwaśnym}}$ 2-amino-5-oksynaftalen, zredukowany	fioletowobrunatny
6. 4'-nitro-4-aminodwufenyloamina $\xrightarrow{\text{w środowisku kwaśnym}}$ 2-amino-5-oksynaftalen, zredukowany	czarny

7. 1-amino-4-nitro-2-metoksy-5-chlorobenzen <u>w środowisku kwaśnym</u> → 2-amino-5-oksynaftalen, zredukowany	fioletowoczarny
8. 2-amino-5-oksynaftalen —————→ m-amino-acetoanilid	brunatny
9. 2-amino-5-oksynaftalen —————→ 1-aminonaftalen	fioletowobrunatny
10. 2-amino-5-oksynaftalen —————→ anilinę, według patentu niemieckiego nr 131860	brunatny
11. 2-amino-5-oksynaftalen —————→ 1-amino-3,5-dwumetylobenzen	brunatny
12. 2-amino-5-oksynaftalen —————→ 1-amino-2-metoksy-5-metylobenzen	brunatny
13. 2-amino-8-oksynaftalen —————→ 1-amino-2-metoksy-5-metylobenzen	brunatny
14. 2-amino-8-acetooksynaftalen <u>w środowisku zasadowym</u> → 2-amino-8-oksynaftalen i odszczepienie grupy acetylowej	fioletowoczarny
15. 1-amino-8-oksynaftalen —————→ anilinę, według patentu niemieckiego nr 131860	brunatny
16. 2-amino-8-oksynaftalen —————→ 1-aminonaftalen	czarnobrunatny
17. 2-amino-8-oksynaftalen —————→ 1-amino-3,5-dwumetylobenzen	brunatny
18. 2-amino-8-oksynaftalen —————→ 3-aminoacetoanilid	czerwonawobrunatny
19. 2-amino-8-oksynaftalen —————→ 1-amino-2,5-dwumetoksybenzen	czerwonawobrunatny
20. 1-amino-5-oksynaftalen —————→ 1-amino-2-metoksy-5-metylobenzen	czerwonobrunatny
21. 1-(3'-aminofenilo)-3-metylo-5-pyrazolon —————→ 1-aminonaftalen	brunatny
22. 1-amino-4-nitro-2-metoksybenzen <u>w środowisku kwaśnym</u> → 2-amino-7-oksynaftalen, zredukowany	brunatnoczarny
23. 1-amino-4-nitro-2-chlorobenzen —————→ 1,3-dwumetoksybenzen, zredukowany	brunatny
24. 1-amino-4-nitro-2-metoksybenzen —————→ fenol, zredukowany	brunatny
25. 4-aminobenzoyloacetyloaminobenzen —————→ 1-amino-3-metoksybenzen	brunatnopomarańczowy
26. ester kwasu siarkawego 1-amino-8-oksynaftalenu —————→ 2-amino-4-metoksy-1-metylobenzen, zmydlony	brunatny
27. anilina <u>w środowisku kwaśnym</u> → 1-amino-5-oksynaftalen	czerwonobrunatny

28. anilina	w środowisku kwaśnym →	2-amino-5-oksynaftalen	żółtobrunatny
29. anilina	w środowisku kwaśnym →	1-amino-7-oksynaftalen	brunatny
30. anilina	w środowisku kwaśnym →	2-amino-7-oksynaftalen	żółtobrunatny
31. 1-amino-4-acetyloaminobenzen	w środowisku kwaśnym →	2-amino-5-oksynaftalen	brunatnopomarańczowy
32. 1-amino-3-acetyloamino	w środowisku kwaśnym →	2-amino-5-oksynaftalen	pomarańczowobrunatny
33. 1-amino-3-acetyloaminobenzen	w środowisku kwaśnym →	2-amino-5-oksynaftalen, zmydlony	czerwonobrunatny
34. 4-aminofenol	→	2-amino-4-metoksy-1-metylobenzen	brunatny jak miedź
35. 3-aminofenol	→	1-naftyloaminę	brunatny
36. 4-aminofenol	→	1-naftyloaminę	oliwkowobrunatny
37. 4-nitroanilina	→	fenol, zredukowany	żółtobrunatny
38. 3-nitroanilina	→	fenol, zredukowany	brunatnawożółty
39. 4-nitroanilina	→	1,5-naftylenodwuaminę	brunatny
40. 2-nitro-4-metoksy-1-aminobenzen	→	1,5-naftylenodwuaminę	brunatny
41. 2-nitro-4-metoksy-1-aminobenzen	→	1,5-naftylenodwuaminę, zredukowany	brunatny
42. 3-nitroanilina	w środowisku kwaśnym →	1-amino-7-oksynaftalen, zredukowany	brunatny
		lub	
		1-amino-3-acetyloaminobenzen →	1-amino-7-oksynaftalen, zmydlony
43. 4-nitroanilina	w środowisku kwaśnym →	1-amino-7-oksynaftalen, zredukowany	czerwonobrunatny
		lub	
		1-amino-4-acetyloaminobenzen w środowisku kwaśnym →	1-amino-7-oksynaftalen, zmydlony
44. 1-amino-2-metoksy-4-nitrobenzen	w środowisku kwaśnym →	1-amino-7-oksynaftalen, zredukowany	czerwonobrunatny
45. 2-amino-5-oksynaftalen	→	1-amino-2-metylo-5-metoksybenzen	brunatny

46. 2-amino-5-oksynaftalen	→ 1-amino-2-metoksy-5-metylobenzen	fioletowobrunatny
47. 1-amino-4-nitro-2-chlorobenzen	$\xrightarrow{\text{w środowisku kwaśnym}}$ 2-amino-5-oksynaftalen	brunatnopomarańczowy
48. 3-nitroanilina	→ 1,3-dwuoksybenzen, zredukowany	brunatnoczerwony
49. 4-nitroanilina	→ 1,3-dwuoksybenzen, zredukowany	fioletowobrunatny
50. 4'-nitro-2,5-dwumetoksy-4-aminoazobenzen	→ 1,3-dwuoksybenzen, zredukowany	czerwonobrunatny
51. anilina	→ 1,3-dwuaminobenzen	brunatny
52. 3-nitroanilina	→ 1,3-dwuaminobenzen, zredukowany	czerwonobrunatny
lub		
1-amino-3-acetyloaminobenzen	→ 1,3-dwuaminobenzen, zmydlony	
53. 3-nitroanilina	→ 2-metylo-5-metoksy-1-aminobenzen	brunatny
54. 3-nitroanilina	→ 2,4-dwumetylo-1-aminobenzen	żółtobrunatny
55. brunat Bismarcka		żółtobrunatny
56. 2-nitro-4-amino-1-metylobenzen	→ 1,5-naftalenodwuamina	brunatny
57. 3-aminofenol	→ 1-(3'-aminofenilo)-3-metylo-5-pyrazolon	pomarańczowy

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania trwałych wybarwień na estrach i eterach celulozy, znamienny tym, że estry albo étery celulozy traktuje się barwnikami azowymi, nieposiadającymi grupy sulfonowej, zawierającymi jednak w cząsteczce grupę, dającą się dwuazować, i zdolne do sprzęgania położenie wolne, albo rozpuszcza się te barwniki azo-

we w estrach lub eterach celulozy, po czym dwuazuje się i sprzęga utworzone związki dwuazowe same ze sobą, ewentualnie przez traktowanie środkami osłabiającymi odczyn kwaśny lub środkami zasadowymi.

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: W. Zakrzewski
rzecznik patentowy