

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y

PATENTU TYMCZASOWEGO

94105

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 27.06.75 (P. 181639)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 22.05.76

Opis patentowy opublikowano: 31.12.1977

MKP D06m 1/20

Int. Cl.² D06M 1/20

Twórcy wynalazku: Andrzej Wawrzyniak, Małgorzata Stolarz

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Łódzka, Łódź (Polska)

Sposób uszlachetniania przeciwmnącego i jednoczesnego trwałego barwienia wyrobów z włókien celulozowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób uszlachetniania przeciwmnącego i jednoczesnego trwałego barwienia wyrobów z włókien celulozowych.

Dotychczas znane sposoby uszlachetniania przeciwmnącego i jednoczesnego trwałego barwienia wyrobów z włókien celulozowych, zwłaszcza tkanin, polegają na zastosowaniu w kąpeli napawającej prekonsensatów metylolowych lub reaktantów metylolowych obok znanych barwników reaktywnych, które w procesie dogrzewania w środowisku kwaśnym reagują między sobą i w ten sposób zmodyfikowany barwnikiem prekonsensat lub reaktant reaguje z grupami hydroksylowymi celulozy. Sposoby takie znane są z opisu patentowego Belgii nr 573126, oraz czasopisma „American Dyestuff Reporter” nr 5, 41, (1959).

Znany jest także z czasopisma „Textile Research Journal”, nr 2, 131, (1975), sposób uszlachetniania przeciwmnącego z jednoczesnym barwieniem tkaniny z włókien celulozowych, który polega na stosowaniu związków modyfikujących celulozę w środowisku kwaśnym oraz na poddaniu zmodyfikowanej celulozy procesowi barwienia barwnikami kwasowymi posiadającymi grupy sulfonamidowe, w środowisku zasadowym. Jako związek modyfikujący celulozę włókna jest wymieniony N-metyloamid kwasu akrylowego.

W procesach uszlachetniania przeciwmnącego z równoczesnym barwieniem tkanin z włókien celulozowych, których proces dogrzewania wykonuje się w środowisku kwaśnym, występuje duże osłabienie tkaniny dochodzące w niektórych przypadkach nawet do 50% w stosunku do wytrzymałości surowej tkaniny.

Sposób uszlachetniania przeciwmnącego i jednoczesnego trwałego barwienia wyrobów z włókien celulozowych według wynalazku wykonuje się w środowisku zasadowym przy zastosowaniu metyleno-bis-winylokarbamidu oraz ureaktywnionych barwników azowych tworzonych bezpośrednio na włóknie o wzorze ogólnym 1, w którym Ar oznacza benzen, azobenzen, dwufenyloeter, naftalen, antrachinon lub dwufenyloaminę, X oznacza H, Cl, Br, R, OR, SO₂ N=(R)₂, NHCOAr₂, przy czym R oznacza H lub CH₃, C₂H₅, zaś Y oznacza sulfonamidy występujące jako składniki biernie przedstawione ogólnymi wzorami 2 i 3, w których Ar₁ oznacza naftalen, antracen karbazol lub 1,2-benzokarbazol, Ar₂ oznacza benzen lub naftalen, Z oznacza H, Cl, Br, NO₂, R lub OR, n oznacza liczbę 1 lub 2, zaś R ma wyżej podane znaczenie.

Sposób według wynalazku polega na tym, że wyroby z włókien celulozowych napawa się dwukrotnie dwumetyloformamidowym roztworem metyleno-bis-winylokarbamidu oraz suszy w temperaturze 80°C w czasie 5 minut. Następnie ponownie dwukrotnie napawa się wyrób wodnym zasadowym roztworem związku posiadającego grupy sulfonamidowe, stanowiące składniki biernie o wzorach ogólnych 2 i 3, w których wszystkie symbole mają wyżej podane znaczenie. Tak napojony wyrób poddaje się procesowi suszenia w temperaturze 80°C w czasie 15 minut oraz dogrzewania w temperaturze 150°C w czasie 6–10 minut. W procesie dogrzewania następuje chemiczne powiązanie składnika biernego poprzez metyleno-bis-winylokarbamid z włóknem celulozowym. Po zakończeniu procesu dogrzewania w celu wytworzenia barwnika azowego na włóknie, wyrób poddaje się procesowi napawania wodnym roztworem stabilizowanej soli dwuazoniowej trwałej soli dwuazoniowej lub zdwuazowanej zasady naftoelanowej. Otrzymaną w ten sposób uszlachetnioną i zabarwioną tkaninę poddaje się płukaniu, intensywnemu praniu w środowisku zasadowym, ponownie płukaniu i suszeniu.

W sposobie według wynalazku metyleno-bis-winylokarbamid, jako dwufunkcyjny związek posiadający układy reaktywne, spełnia rolę środka sieciującego celulozę i reagującego ze składnikiem biernym.

Sposób według wynalazku zapewnia wykończonym wyrobom z włókien celulozowych uzyskanie wzrostu kąta odprężenia w stosunku do surowych wyrobów o 90%. Zapewnia także dobre trwałości wyrobów barwionych na pranie, tarcie suche i mokre oraz bardzo dobre trwałości na rozpuszczalniki organiczne. Stosowanie w procesie według wynalazku środowiska zasadowego powoduje jedynie minimalne osłabienie tkaniny uszlachetnionej przeciwnąco i trwale zabarwionej. Niżej podane przykłady bliżej wyjaśniają istotę wynalazku nie ograniczając jego zakresu. W poniższych przykładach części wagowe oznaczają gramy, a części objętościowe mililitry.

Przykład I. W celu nadania tkaninie celulozowej właściwości przeciwnących i równoczesnego jej zabarwienia poddano ją dwukrotnemu procesowi napawania kąpielą zawierającą 160 części wagowych metyleno-bis-winylokarbamidu, rozpuszczonego w 840 częściach objętościowych dwumetyloformamidu w temperaturze 20°C stosując po każdym napojeniu odżęcie. Napojoną i odżętą tkaninę poddano procesowi suszenia w temperaturze 80°C w czasie 5 minut. Po wysuszeniu tkaninę poddano ponownie dwukrotnemu napawaniu kąpielą napawającą, zawierającą 11,2 części wagowych 2-hydroksynaftaleno-6-sulfonamidu, 150 części wagowych mocznika, 20 części wagowych wodorotlenku sodowego, rozpuszczonych w 818,8 częściach objętościowych wody, stosując po każdym napojeniu odżęcie. Następnie tkaninę poddano procesowi suszenia w temperaturze 80°C w czasie 15 minut, po czym poddano ją procesowi dogrzewania w temperaturze 150° w czasie 6 minut. Po zakończeniu procesu dogrzewania tkaninę poddano obróbce wodnym roztworem zawierającym 15 części wagowych stabilizowanego związku 2-metoksy-4-nitrofenylo-dwuazoniowego rozpuszczonego w 985 częściach objętościowych wody w celu wytworzenia barwnika azowego na włóknie.

Po zakończeniu procesu sprzęgania tkaninę poddano procesowi płukania w zimnej i ciepłej wodzie, intensywnej obróbce wodnym zasadowym roztworem piorącym, ponownie płukaniu w ciepłej i zimnej wodzie oraz suszeniu.

Przykład II. W celu nadania tkaninie celulozowej właściwości przeciwnących i równoczesnego jej zabarwienia, poddano ją dwukrotnemu procesowi napawania kąpielą zawierającą 160 części wagowych metyleno-bis-winylokarbamidu, rozpuszczonego w 840 częściach objętościowych dwumetyloformamidu w temperaturze 20°C, stosując po każdym napojeniu odżęcie. Napojoną i odżętą tkaninę poddano procesowi suszenia w temperaturze 80°C w czasie 5 minut. Po wysuszeniu tkaninę poddano ponownie dwukrotnemu napojeniu kąpielą napawającą, zawierającą 12,0 części wagowych 2-hydroksynaftaleno-5-sulfonmetyloamidu, 250 części wagowych mocznika, 20 części wagowych wodorotlenku sodowego, rozpuszczonych w 718 częściach objętościowych wody, stosując po każdym napojeniu odżęcie. Następnie tkaninę poddano procesowi suszenia w temperaturze 80°C w czasie 15 minut oraz procesowi dogrzewania w temperaturze 150°C w czasie 10 minut. Po zakończeniu procesu dogrzewania tkaninę poddano obróbce wodnym roztworem zawierającym 15 części wagowych stabilizowanego związku 2-metylo-5-chlorofenylo-dwuazoniowego, rozpuszczonego w 985 częściach objętościowych wody, w celu wytworzenia barwnika azowego na włóknie. Po zakończeniu procesu sprzęgania tkaninę poddano procesowi płukania w zimnej i ciepłej wodzie, intensywnej obróbce wodnym zasadowym roztworem piorącym, ponownie płukaniu w ciepłej i zimnej wodzie oraz suszeniu.

Przykład III. W celu nadania tkaninie celulozowej właściwości przeciwnących i równoczesnego jej zabarwienia poddano ją dwukrotnemu procesowi napawania kąpielą zawierającą 160 części wagowych metyleno-bis-winylokarbamidu, rozpuszczonego w 840 częściach objętościowych dwumetyloformamidu, w temperaturze 20°C, stosując po każdym napojeniu odżęcie. Napojoną i odżętą tkaninę poddano procesowi suszenia w temperaturze 80°C w czasie 5 minut. Po wysuszeniu tkaninę poddano ponownie dwukrotnemu napojeniu kąpielą napawającą, zawierającą 15,2 części wagowych 2-hydroksynaftaleno-3,6-dwusulfonamidu, 150 części wagowych mocznika, 20 części wagowych wodorotlenku sodowego, rozpuszczonych w 814,8 częściach objętościowych

wody, stosując po każdym napojeniu odżęcie. Następnie tkaninę poddano procesowi suszenia w temperaturze 80°C w czasie 15 minut oraz procesowi dogrzewania w temperaturze 150°C w czasie 6 minut. Po zakończeniu procesu dogrzewania tkaninę poddano obróbce wodnym roztworem zawierającym 15 części wagowych stabilizowanego związku azobenzenu-2,3'-dwumetylo-4'-dwuazoniowego rozpuszczonego w 985 częściach objętościowych wody w celu wytworzenia barwnika azowego na włóknie. Po zakończeniu procesu sprzęgania, tkaninę poddano procesowi płukania w zimnej i ciepłej wodzie, intensywnej obróbce wodnym zasadowym roztworem piorącym, ponownie płukaniu w ciepłej i zimnej wodzie oraz suszeniu.

Przykład IV. W celu nadania tkaninie celulozowej właściwości przeciwnących i równoczesnego jej zabarwienia poddano ją dwukrotnemu procesowi napawania kąpielą o składzie podanym w przykładzie III. Po wysuszeniu tkaninę poddano ponownie dwukrotnemu napojeniu kąpielą napawającą zawierającą 17,2 części wagowych 4'-sulfonamidofenyloamidu kwasu 2-hydroksynaftaleno-3-karboksylowego, 250 części wagowych mocznika, 20 części wagowych wodorotlenku sodowego, rozpuszczonych w 712,8 częściach objętościowych wody, stosując po każdym napojeniu odżęcie. Następnie tkaninę poddano procesowi suszenia w temperaturze 80°C w czasie 15 minut oraz procesowi dogrzewania w temperaturze 150°C w czasie 10 minut. Po zakończeniu procesu dogrzewania tkaninę poddano obróbce wodnym roztworem zawierającym 15 części wagowych stabilizowanego związku 2-metoksy-5-sulfondwuetyloamidofenyldwuazoniowego rozpuszczonego w 985 częściach objętościowych wody, w celu wytworzenia barwnika azowego na włóknie. Po zakończeniu procesu sprzęgania tkaninę poddano procesowi płukania w zimnej i ciepłej wodzie, intensywnej obróbce wodnym zasadowym roztworem piorącym, ponownie płukaniu w ciepłej i zimnej wodzie oraz suszeniu.

Przykład V. W celu nadania tkaninie celulozowej właściwości przeciwnących i równoczesnego jej zabarwienia poddano ją procesowi napawania kąpielą o składzie podanym w przykładzie III. Po wysuszeniu tkaninę poddano ponownie dwukrotnemu napojeniu kąpielą napawającą, zawierającą 19,1 części wagowych 4'-sulfonopropylofenyloamidu kwasu 2-hydroksynaftaleno-3-karboksylowego, 150 części wagowych mocznika, 20 części wagowych wodorotlenku sodowego, rozpuszczonych w 810,9 częściach objętościowych wody, stosując po każdym napojeniu odżęcie. Następnie tkaninę poddano procesowi suszenia w temperaturze 80°C w czasie 15 minut oraz procesowi dogrzewania w temperaturze 150°C w czasie 6 minut. Po zakończeniu procesu dogrzewania tkaninę poddano obróbce wodnym roztworem zawierającym 15 części wagowych stabilizowanego związku 2,5-dwuchlorofenyldwuazoniowego rozpuszczonego w 985 częściach objętościowych wody, w celu wytworzenia barwnika azowego na włóknie. Po zakończeniu procesu sprzęgania tkaninę poddano procesowi płukania w zimnej i ciepłej wodzie, intensywnej obróbce wodnym zasadowym roztworem piorącym, ponownie płukaniu w ciepłej i zimnej wodzie oraz suszeniu.

Przykład VI. W celu nadania tkaninie celulozowej właściwości przeciwnących i równoczesnego jej zabarwienia poddano ją procesowi napawania kąpielą o składzie podanym w przykładzie III. Po wysuszeniu, tkaninę poddano ponownie dwukrotnemu napojeniu kąpielą napawającą, zawierającą 19,9 części wagowych 3'-chloro-5'-sulfonamidofenyloamidu kwasu 2-hydroksynaftaleno-3-karboksylowego, 250 części wagowych mocznika, 20 części wagowych wodorotlenku sodowego, rozpuszczonych w 711 częściach objętościowych wody, stosując po każdym napojeniu odżęcie. Następnie tkaninę poddano procesowi suszenia w temperaturze 80°C w czasie 15 minut oraz procesowi dogrzewania w temperaturze 150°C w czasie 10 minut. Po zakończeniu procesu dogrzewania tkaninę poddano obróbce wodnym roztworem zawierającym 15 części wagowych stabilizowanego związku azobenzenu-4-nitro-2',5'-dwuetoksy-4'-dwuazoniowego rozpuszczonego w 985 częściach objętościowych wody, w celu wytworzenia barwnika azowego na włóknie. Po zakończeniu procesu sprzęgania, tkaninę poddano procesowi płukania w zimnej i ciepłej wodzie, intensywnej obróbce wodnym zasadowym roztworem piorącym, ponownie płukaniu w ciepłej i zimnej wodzie oraz suszeniu.

Przykład VII. W celu nadania tkaninie celulozowej właściwości przeciwnących i równoczesnego jej zabarwienia poddano ją procesowi napawania kąpielą o składzie podanym w przykładzie III. Po wysuszeniu tkaninę poddano ponownie dwukrotnemu napojeniu kąpielą napawającą zawierającą 20 części wagowych 4'-sulfonamidofenyloamidu kwasu 2-hydroksyantraceno-3-karboksylowego, 250 części wagowych mocznika 20 części wagowych wodorotlenku sodowego, rozpuszczonych w 710 częściach objętościowych wody, stosując po każdym napojeniu odżęcie. Następnie tkaninę poddano procesowi suszenia w temperaturze 80°C w czasie 15 minut, oraz procesowi dogrzewania w temperaturze 150°C w czasie 10 minut. Po zakończeniu procesu dogrzewania, tkaninę poddano obróbce wodnym roztworem zawierającym 20 części wagowych stabilizowanego związku 2,5-dwuetoksy-4-benzoiłaminoienyloazoniowego rozpuszczonego w 980 częściach objętościowych wody, w celu wytworzenia barwnika azowego na włóknie. Po zakończeniu procesu sprzęgania, tkaninę poddano procesowi płukania w zimnej i ciepłej wodzie, intensywnej obróbce wodnym zasadowym roztworem piorącym, ponownie płukaniu w ciepłej i zimnej wodzie oraz suszeniu.

Przykład VIII. W celu nadania tkaninie celulozowej właściwości przeciwnących i równoczesnego jej

zabarwienia, poddano ją procesowi napawania kąpielą o składzie podanym w przykładzie III. Po wysuszeniu tkaninę poddano ponownie dwukrotnemu napojeniu kąpielą napawającą, zawierającą 22,8 części wagowych 3'-chloro-5'-sulfonetylofenyloamidu kwasu 2-hydroksyantraceno-3-karboksylowego, 250 części wagowych mocznika, 20 części wagowych wodorotlenku sodowego, rozpuszczonych w 707,2 częściach objętościowych wody, stosując po każdym napojeniu odżęcie. Następnie tkaninę poddano procesowi suszenia w temperaturze 80°C w czasie 15 minut oraz procesowi dogrzewania w temperaturze 150°C w czasie 10 minut. Po zakończeniu procesu dogrzewania, tkaninę poddano obróbce wodnym roztworem zawierającym 20 części wagowych stabilizowanego związku 4-nitrofenyloldwuazoniowego, rozpuszczonego w 980 częściach objętościowych wody, w celu wytworzenia barwnika azowego na włóknie. Po zakończeniu procesu sprzęgania, tkaninę poddano procesowi płukania w zimnej i ciepłej wodzie, intensywniej obróbce wodnym zasadowym roztworem piorącym, ponownie płukaniu w ciepłej i zimnej wodzie oraz suszeniu.

Przykład IX. W celu nadania tkaninie celulozowej właściwości przeciwmnących i równoczesnego jej zabarwienia poddaje się ją procesowi napawania kąpielą o składzie podanym w przykładzie III. Po wysuszeniu tkaninę poddano ponownie dwukrotnemu napojeniu kąpielą napawającą, zawierającą 21,6 części wagowych 4''-sulfonamidofenyloamidu kwasu 2-hydroksy-1',2'-benzokarbazolo-3-karboksylowego, 250 części wagowych mocznika, 20 części wagowych wodorotlenku sodowego, rozpuszczonych w 708,4 częściach objętościowych wody, stosując po każdym napojeniu odżęcie. Następnie tkaninę poddano procesowi suszenia w temperaturze 80°C w czasie 15 minut oraz procesowi dogrzewania w temperaturze 150°C w czasie 10 minut. Po zakończeniu procesu dogrzewania tkaninę poddano obróbce wodnym roztworem zawierającym 25 części wagowych trwałego związku 4-metoksydwufenyloamino-4'-dwuazoniowego, rozpuszczonego w 975 częściach objętościowych wody, w celu wytworzenia barwnika azowego na włóknie. Po zakończeniu procesu sprzęgania tkaninę poddano procesowi płukania w zimnej i ciepłej wodzie, intensywniej obróbce wodnym zasadowym roztworem piorącym, ponownie płukaniu w ciepłej i zimnej wodzie oraz suszeniu.

Przykład X. W celu nadania tkaninie celulozowej właściwości przeciwmnących i równoczesnego jej zabarwienia poddano ją procesowi napawania kąpielą o składzie podanym w przykładzie III. Po wysuszeniu tkaninę poddano ponownie dwukrotnemu napojeniu kąpielą napawającą, zawierającą 23,3 części wagowych 2''-chloro-5''-sulfonamidofenyloamidu kwasu 2-hydroksy-1',2'-benzokarbazolo-3-karboksylowego, 250 części wagowych mocznika, 20 części wagowych wodorotlenku sodowego, rozpuszczonych w 706,7 częściach objętościowych wody, stosując po każdym napojeniu odżęcie. Następnie tkaninę poddano procesowi suszenia w temperaturze 80°C w czasie 15 minut oraz procesowi dogrzewania w temperaturze 150°C w czasie 10 minut. Po zakończeniu procesu dogrzewania tkaninę poddano obróbce wodnym roztworem zawierającym 25 części wagowych trwałego związku dwufenyloamino-4-dwuazoniowego, rozpuszczonego w 975 częściach objętościowych wody, w celu wytworzenia barwnika azowego na włóknie. Po zakończeniu procesu sprzęgania tkaninę poddano procesowi płukania w zimnej i ciepłej wodzie, intensywniej obróbce wodnym zasadowym roztworem piorącym, ponownie płukaniu w ciepłej i zimnej wodzie oraz suszeniu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób uszlachetniania przeciwmnącego i jednoczesnego trwałego barwienia wyrobów z włókien celulozowych przez zastosowanie metyleno-bis-winylokarbamidu w środowisku zasadowym obok ureaktywnionych barwników azowych tworzonych na włóknie, o wzorze ogólnym 1, w którym Ar oznacza benzen, azobenzen, dwufenyloeter, naftalen antrachinon lub dwufenyloaminę, X oznacza H, Cl, Br, R, OR, SO₂N = (R)₂, NHCOAr₂, przy czym R oznacza H lub CH₃, C₂H₅, zaś Y oznacza sulfonamidy występujące jako składniki biernie, przedstawione ogólnymi wzorami 2 i 3, w których Ar₁ oznacza naftalen, antracen, karbazol lub 1,2-benzokarbazol, Ar₂ oznacza benzen lub naftalen, Z, oznacza H, Cl, Br, NO₂, R lub OR, n oznacza liczbę 1 lub 2, zaś R ma wyżej podane znaczenie, z n a m i e n n y t y m, że wyroby z włókien celulozowych napawa się dwukrotnie kąpielą napawającą, zawierającą metyleno-bis-winylokarbamid oraz poddaje się suszeniu w temperaturze 80°C w czasie 5 minut, po czym ponownie dwukrotnie napawa się wyrób wodnym roztworem związku posiadającego grupy sulfonamidowe stanowiącego składnik bierny o wzorach ogólnych 2 i 3, w których wszystkie symbole mają wyżej podane znaczenie, w obecności środków nadających zasadowość kąpeli napawającej, jak węglan potasowy lub wodorotlenek sodowy, następnie suszy się wyrób w temperaturze 80°C w czasie 15 minut oraz poddaje procesowi dogrzewania w temperaturze 150°C w czasie 6–10 minut, po czym wyrób poddaje się napawaniu wodnym roztworem stabilizowanej soli dwuazoniowej, trwałej soli dwuazoniowej lub zdwuazonowanej zasady naftoelanowej w celu wytworzenia barwnika azowego na włóknie, a następnie poddaje się go procesowi płukania w zimnej i ciepłej wodzie, intensywnemu procesowi prania w środowisku zasadowym, ponownie procesowi płukania w ciepłej i zimnej wodzie oraz procesowi suszenia.



WZÓR 1.



WZÓR 2.



WZÓR 3.