



# POPIS VYNÁLEZU

208 293

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita  
(22) Přihlášeno 19 07 79  
(21) PV 5061-79

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.<sup>3</sup> D 06 P 5/22

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY

A OBJEVY

(40) Zveřejněno 31 12 80  
(45) Vydaňo 01 11 81

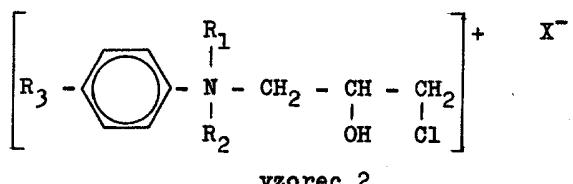
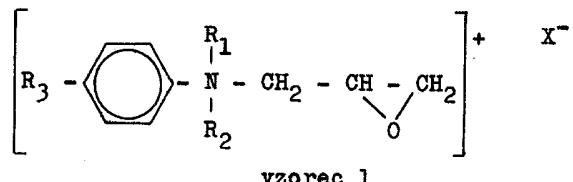
(75)  
Autor vynálezu DVORSKÝ DRAHOMÍR ing., DVŮR KRÁLOVÉ NAD LABEM  
ČEŘOVSKÝ KAREL, DVŮR KRÁLOVÉ NAD LABEM

(54) Způsob barvení celulózových materiálů aniontovými barvivy

Vynález se týká barvení celulózových materiálů aniontovými barvivy s využitím kvarterních amoniových sloučenin obecného vzorce 1, přičemž sloučenina může vzniknout v alkalickém prostředí ze sloučeniny obecného vzorce 2.

Sloučeniny podle vynálezu je možno aplikovat na celulózové materiály před vlastním barvením, a to buď klocováním s fixací přípravku odležením, či zpracováním suchým teplem za vyšších teplot, nebo z dlouhé lázně na běžných zušlechtovacích zařízeních.

Využití sloučenin podle vynálezu zvyšuje využití aniontových barviv, zvyšuje úroveň jejich mokrých stálostí na celulózových materiálech a snižuje spotřebu provozní vody i její znečištění.



$R_1$  a  $R_2$  - alkyly s počtem uhlíků 1 až 3

$R_3$  - atom vodíku nebo alkyl s počtem uhlíků 1 až 3

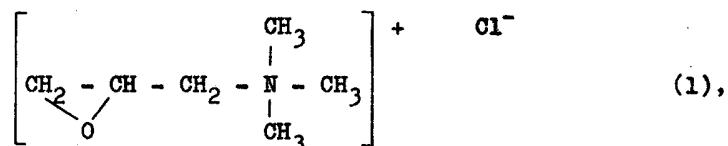
X - aniont silné organické nebo anorganické kyseliny

Předmětem vynálezu je způsob barvení celulózových materiálů aniontovými barvivy s využitím kvarterních amoniových sloučenin, vyznačující se zvýšeným využitím barviv a zvýšenou úrovní mokrých stálostí.

Je známo, že při barvení celulózových materiálů aniontovými barvivy, hlavně substantivními a reaktivními, nedochází k úplnému využití barviva. Řada reaktivních barviv se při lázeňových způsobech barvení využívá z necelé poloviny. Úroveň využití u substantivních barviv je sice o něco vyšší, avšak i zde dochází k značným ztrátám. Barvivo, které zůstane v lázni, zhoršuje znečištění odpadních vod. Totéž lze říci i o nefixovaném barvivu, které je nutno odstranit důkladným praním, což rovněž klade vysoké nároky na množství provozní vody.

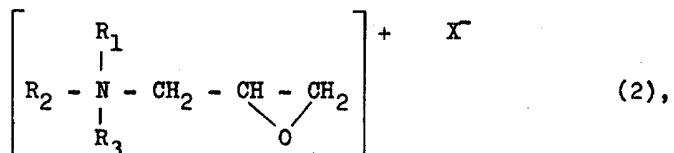
V nedávné době byla navržena některá řešení, jejichž podstatou bylo využití přípravků, způsobujících tzv. kationizaci celulózy. Jde o látky, obsahující většinou reaktivní epoxidovou skupinu, schopnou tvořit s celulózou eterové deriváty. Dále tyto sloučeniny obsahují kvarterní amoniovou skupinu, která je schopna vázat aniontová barviva.

Z literatury jsou známy přípravky vzorce



které jsou v několika patentech popsány jako přípravky, zvyšující využití aniontových barviv na celulóze a zvyšující i úroveň stálostí. Provozní uplatnění těchto přípravků je však zcela nepatrné, neboť při aplikaci dochází k silnému uvolňování nepříjemně páchnoucího trimethylaminu.

Patentovány jsou dále přípravky typu

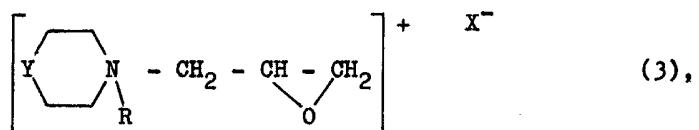


kde  $\text{R}_1$ ,  $\text{R}_2$ ,  $\text{R}_3$  mohou být alkylky nebo hydroxyalkylky,

$\text{X}$  je atom halogenu.

Reaktivita těchto sloučenin však velmi výrazně klesá s velikostí substituentů  $\text{R}_1$ ,  $\text{R}_2$ ,  $\text{R}_3$ , takže nejlepší výsledek skýtá nejjednodušší představitel, již uvedený přípravek podle vzorce 1.

Pokusy s využitím sloučenin typu



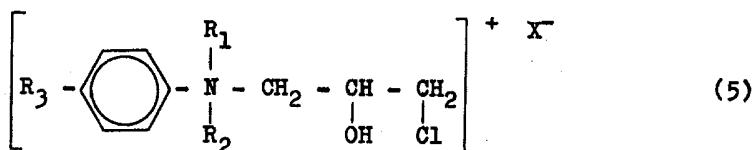
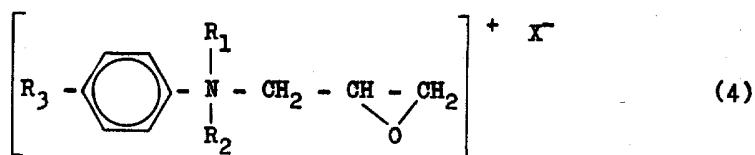
kde  $\text{Y}$  je atom kyslíku nebo síry,

$\text{R}$  alkyl s počtem uhlíků 1 - 4 a

$\text{X}$  atom chloru nebo bromu,

přinesly sice výrazné potlečení zápachu, avšak účinnost je ve srovnání s přípravkem dle vzorce 1 nižší, přičemž cena přípravku je značně vyšší.

Všechny nevýhody těchto známých a vynálezy chráněných přípravků odstraňují sloučeniny podle vynálezu



kde  $R_1$  a  $R_2$  jsou alkyly s počtem uhlíků 1 - 3

$R_3$  je atom vodíku nebo alkyl s počtem uhlíků 1 - 3

$X^-$  je aniont silné anorganické či organické kyseliny.

Sloučenina podle vzorce 4 vzniká v alkalickém prostředí ze sloučeniny dle vzorce 5.

Sloučeniny podle vynálezu je možno aplikovat na celulózové materiály před vlastním barvením, a to buď klocováním s fixací přípravku odležením, či zpracováním suchým teplem za vyšších teplot, nebo z dlouhé lázně na běžných zušlechtovacích zařízeních, jako je např. barvicí aparát s cirkulací lázně, džigr, JET-aparáty a pod.

Pro většinu barviv je však možno použít sloučeninu podle vynálezu v jedné lázni současně s barvivem, a to při všech klocovacích i lázňových postupech barvení.

Podle vynálezu používanou sloučeninu lze připravit syntézou z N,N dimetylanilinu, epichlorhydrinu a kyseliny chlorovodíkové. Její struktura byla prokázána studiem IČ i NMR ( $C^{13}$ ) spekter.

Sloučeniny podle vynálezu naleznou široké uplatnění v oblasti barvení celulózových materiálů hlavně v kombinaci s barvivy substantivními, reaktivními, indigosolovými a ve vodě rozpustnými sírnými zušlechtěnými barvivy.

Přednosti vynálezu osvětlují následující příklady, které však nechraničují jeho použitelnost.

#### Příklad 1

Bavlněný damašek se klocuje při teplotě místnosti na fulardu s odmačkem 70 % vodnou lázní, obsahující v 1 litru

40 g N(2,3 epoxypropyl)-N,N-dimethyl-N-fenylammoniumchloridu

15 g hydroxidu sodného

15 g přímé oranží C.I. 37

8 g přímé modři C.I. 106

1,5 g alkylfenylpolyglykoleteru

(1 mol alkylfenolu na 8 molů etylenoxidu).

Tkanina se ponechá v nábalu při teplotě místnosti odležet po dobu 12 až 18 hod. Vybarvení se pak pere do neutrální reakce a suší.

Výsledkem je egální syté zelené vybarvení s vysokým výtěžkem barviva, které vykazuje

výborné stálosti při praní za varu i výborné ostatní mokré stálosti.

#### Příklad 2

Předupravený bavlněný kord se napouští na fulardu při teplotě místnosti lázní, obsahující

35 g/l sloučeniny N(2,3 epoxypropyl)-N,N-dimetyl-N-fenylamoniumchloridu

25 g/l uhličitanu sodného kalc.

1,5 g/l alkylfenylpolyglykoleteru

(1 mol alkylfenolu na 8 molů etylenoxidu)

při přívažku 70 %. Následuje zasušení na hotflui při teplotě 110 °C po dobu 3,5 min. Tkanina se vypere průchodem širokopracího stroje do neutrální reakce.

Dále se tkanina napouští na fulardu lázní teploty 20 °C, obsahující

15 g/l reaktivní červeně C.I. 2

1 ml/l kyseliny octové led.

při přívažku 70 % a nechá odležet 6 hodin. Následuje obvyklé praní a mydlení průchodem širokopracím strojem.

Výsledkem je egální syté červené vybarvení, vykazující vysoké využití barviva a výborné stálosti za mokra.

#### Příklad 3

Předupravený bavlněný manšestr se kationizuje dle příkladu 2, pere se na džigru do neutrální reakce a na džigru se dále barví při poměru lázně 1 : 3 lázní, obsahující

1,5 % z hmot. materiálu reaktivní modři C.I. 2

0,5 % z hmot. materiálu přímé modři C.I. 1.

Začátek barvení 40 °C, potom se teplota lázně zvýší na 75 °C a při této teplotě se dále barví 45 min. Následuje praní a mydlení za varu.

Výsledkem je egální, syté modré vybarvení, vykazující vysoké využití barviva a výborné stálosti za mokra.

#### Příklad 4

Předupravený bavlněný pracovní kepr se kationizuje dle příkladu 2. Tkanina po kationizaci na hotflui se nepere a kontinuálně barví na lince PAD-STEAM barvivem

40 g/l sirnou modři Schwefelneublau FBL

90 g/l sirník sodný kryst.

obvyklou technologií. Výsledkem je egální, syté modré vybarvení bez světlých noplů mrtvé a nezralé bavlny a s vysokými stálostmi za mokra.

#### Příklad 5

Předupravený bavlněný popelín se zpracovává na džigru lázní (poměr 1 : 3), obsahující

208 293

40 g/l sloučeniny N-(2-hydroxy-3-chlorpropyl)-N,N-dimetyl-N-fenylammoniumchloridu  
 20 g/l hydroxidu sodného pevného  
 1 g/l alkylfenylpolyglykoleteru  
 (1 mol alkylfenolu na 8 molů etylenoxidu).

Začátek kationizace při 25 °C po dobu 15 minut. Poté se teplota zvedne na 40 °C a při této teplotě se materiál zpracovává 45 minut. Následuje praní a neutralizace kyselinou octovou, aby materiál vykazoval pH 7.

Do nové lázně se přidá  
 1 % z hmot. materiálu indigosoleové modré Idigosolblau IBC  
 a barví se 30 minut při 30 °C. Vybarvení se vyvíjí na nové lázni při 20 až 25 °C po dobu 15 minut, obsahující

20 ml/l kyseliny sírové 66 °Bé  
 1 g/l dusitanu sodného kryst.

Následuje obvyklé praní, neutralizace, praní, mydlení a sušení.

Výsledkem je egální, syté modré vybarvení, vyznačující se vysokým využitím barviva.

#### Příklad 6

Bavlněná příze 34/2 na křížem soukaných cívkách se zpracovává v barvicím aparátu (po-měr 1 : 4) lázní, obsahující

50 g/l sloučeniny N-(2-hydroxy-3-chlorpropyl)-N,N-dimetyl-N-fenylammoniumchloridu  
 10 g/l hydroxidu sodného pevného  
 1 g/l alkylfenylpolyglykoleteru

(1 mol alkylfenolu na 8 molů etylenoxidu)  
 při teplotě 40 °C 45 minut. Po praní a neutralizaci se příze barví v nové lázni, obsahující  
 1% z hmot. materiálu kyselou žlutí C.I. 40  
 1 ml/l kyselina octová led.  
 při teplotě 70 °C 40 min. Následuje praní a sušení.

Výsledkem je egální, syté žluté vybarvení s dobrými mokrými stálostmi a vysokým využitím barviva.

#### Příklad 7

Podšívkovina z viskózové stříže se napouští na fulardu při teplotě místnosti lázní, obsahující

50 g/l sloučeniny N(2,3 epoxypropyl)-N,N-dimetyl-N-fenylammoniumchloridu  
 25 g/l hexametylentetraminu tech.  
 40 g/l močoviny tech.  
 1,5 g/l alkylfenylpolyglykoleteru  
 (1 mol alkylfenolu na 8 molů etylenoxidu)

20 g/l přímé hnědi C.I. 115  
 při přívažku 60 %. Následuje sušení na napínacím rámu při 120 °C a ve fixačních polích rámu

kondenzace 40 až 60 s při teplotě 190 až 180 °C. Obarvená tkanina se vypere a usuší.

Výsledkem je syté, egální vybarvení s vysokým výtěžkem barviva, výbornými mokrými stálostmi a se sníženou pruhovitostí.

#### Příklad 8

Bavlněná příze 34/2 na křížem soukaných cívkách se zpracovává podle příkladu 6, místo N-(2-hydroxy-3-chlorpropyl)-N,N-dimetyl-N-fenylammoniumchloridu se použije se stejným výsledkem stejného množství N-(2-hydroxy-3-chlorpropyl)-N,N-dimetyl-N-fenylammoniummetasulfát.

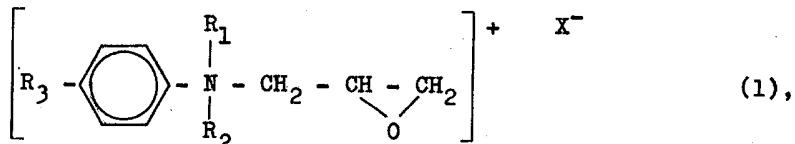
#### Příklad 9

V postupu podle příkladu 7 se použije se stejným výsledkem místo N-(2,3-epoxypropyl)-N,N-dimetyl-N-fenylammoniumchloridu

55 g/l N-(2,3-epoxypropyl)-N,N-dimetyl-N-tolylammoniumsulfátu.

### PŘEDMET VÝNALEZU

1. Způsob barvení celulózových materiálů aniontovými barvivy, vyznačený tím, že se na barvený materiál působí před barvením nebo současně s barvivem lázní, obsahující sloučeninu obecného vzorce

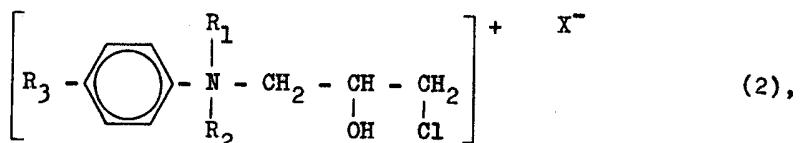


kde  $R_1$  a  $R_2$  jsou alkyly s počtem uhlíků 1 až 3 a

$R_3$  je atom vodíku nebo alkyl s počtem uhlíků 1 až 3,

$X$  je aniont silné organické nebo anorganické kyseliny, za přítomnosti alkálie nebo sloučeniny uvolňující alkalií.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se působí sloučeninou obecného vzorce (1) vznikající v alkalické lázni ze sloučeniny obecného vzorce



kde  $R_1$  a  $R_2$  jsou alkyly s počtem uhlíků 1 až 3,

$R_3$  je atom vodíku nebo alkyl s počtem uhlíků 1 až 3,

$X$  je aniont silné organické či anorganické kyseliny.