

(19) DANMARK



(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT (11) 147395 B



DIREKTORATET FOR
PATENT- OG VAREMÆRKEVÆSENEN

(21) Patentansøgning nr.: 3952/76

(22) Indleveringsdag: 01 sep 1976

(41) Alm. tilgængelig: 03 mar 1977

(44) Fremlagt: 16 jul 1984

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 02 sep 1975 US 609369

(51) Int.Cl.³: D 06 P 5/13
C 09 B 69/10

(71) Ansøger: *MILLIKEN RESEARCH CORPORATION; Spartanburg, US.

(72) Opfinder: Hans Heinrich *Kuhn; US, Peter Jacob *Hauser; US.

(74) Fuldmægtig: Ingeniørfirmaet Budde, Schou & Co

(54) Uægte farvestof indeholdende blandede polyal-
kylenoxiddkæder

DK 147395 B

0

Den foreliggende opfindelse angår et i vand og i ikke-polære opløsningsmidler opløseligt uægte farvestof indeholdende en organisk farvestofrest, hvortil er bundet op til 6 blandede ethylenoxy-/propylenoxy-polymerkæder.

5

Farvestoffet ifølge opfindelsen udmærker sig især ved, at det let lader sig fjerne helt og effektivt såvel med vand som med ikke-polære opløsningsmidler.

USA-patentskrift nr. 3.157.633 beskriver vandopløselige, polymere, uægte farvestoffer, hvori en eller flere polyethylenoxykæder er kovalent bundet til et farvestofmolekyle. Disse forbindelser benyttes udelukkende til midlertidig farvning indenfor tekstilindustrien og identifikation af fibre eller stoffer under fabrikationen og fjernes let fra praktisk talt alle tekstilfibre ved vask med vandige opløsninger.

15

I den seneste tid efterbehandles en væsentlig del vævede tekstiler dog med en finish, som ikke ønskes fjernet med vandige opløsninger, hvorfor disse tekstiler kun må kemisk renses med organiske opløsningsmidler, før de viderebehandles og oparbejdes til beklædningsgenstande. Da ovennævnte polyethylenoxy farvestoffer ikke kan fjernes med de opløsningsmidler, der benyttes til kemisk rensning, såsom tetrachlorethylen, er det nødvendigt at benytte andre uægte farvestoffer til tekstiler, der undergår sådanne behandlinger. Imidlertid har der ikke været uægte farvestoffer til rådighed, som let lader sig fjerne uanset finishbehandlingens art, dvs. såvel under vandige betingelser som i nærværelse af organiske opløsningsmidler. Dette har kompliceret problemerne for tekstilfabrikanter, eftersom det på forhånd skal være kendt, hvorledes det frembragte tekstil skal finishbehandles, for at man herudfra kan være i stand til at vælge en tonfarve, som er forenelig med de anvendte garners senere behandling. Medmindre denne betingelse overholdes vil fjernelse af det uægte farvestof indebære ekstra eller uønskelige arbejdsstrin.

20

30

35

Den foreliggende opfindelse tilvejebringer et nyt uægte farvestof som ikke alene er vandopløseligt, men til-

0 lige er opløseligt i ikke-polære opløsningsmidler og især
i ikke-polære, chlorerede opløsningsmidler såsom tetra-
chlorethylen. Farvestoffet ifølge opfindelsen fjernes let
og fuldstændigt fra praktisk talt alle tekstilfibre med
5 vandige opløsninger såvel som med organiske opløsnings-
midler, således som disse anvendes alment til tekstil-
finishbehandling og ved kemisk rensning.

Farvestoffet ifølge opfindelsen er ejendommeligt
ved, at polymerkæderne tilsammen indeholder fra 40 til 200
10 oxygenheder, og at polymerkæderne indeholder mellem 40 og
60 molprocent ethylenoxyenheder. Det er overraskende, at
farvestoffet ifølge opfindelsen let lader sig fjerne ved
simpel vask, med såvel vand som polære opløsningsmidler,
nemlig under hensyn til, at ethylenoxysubstituerede farver
15 kun er opløselige i vand, hvorimod propylenoxysubstituerede
farver kun er opløselige i organiske opløsningsmidler. End-
videre er det uventet, at denne opløselighed i både vand og
organiske opløsningsmidler opnås med det uægte farvestof i-
følge opfindelsen, uanset om det forholdvis store farvestof-
20 molekyle er hydrofilt eller hydrofobt.

Fra beskrivelsen til japansk patent 46/1971-23793
og sammendraget heraf i Chemical Abstract bind 77 fra 1972
stk. 21464j kendes ikke-permanent farvning med farvestof-
fer indeholdende både ethylenoxidenheder og propylenoxid-
25 heder, hvis samlede antal kan udgøre op til 38, og som
desuden indeholder en eller flere sulfonsyregrupper.

Japansk patentskrift nr. 46/1971-23793 angår såle-
des en fremgangsmåde til temporær farvning af forskellige
fibre ved anvendelse af et farvestof, som skal indeholde
30 mindst én sulfonsyregruppe (eller et vandopløseligt salt
deraf), og hvortil er bundet en eller flere ethylenoxid-
kæder eller blandede ethylenoxid/propylenoxidkæder indehol-
dende fra 1 til 5 ethylenoxidenheder og fra 1 til 14 pro-
pylenoxidenheder, samt en aromatisk sulfonsyre eller et
35 vandopløseligt salt deraf, hvilke komponenter skal være fri
for fiberreaktive grupper.

I det japanske patentskrift er der tale om en frem-
gangsmåde, som skal udøves i vandig opløsning, hvilket frem-

0

går af samtlige udførelseseksempler.

Ved sammenligningsforsøg, som nu er foretaget (se nedenfor) konstateres det dog, at disse ikke-permanente eller uægte farvestoffer ikke lader sig fjerne igen med organiske opløsningsmidler såsom de almindeligt anvendte midler ved kemisk rensning, især perchlorethylen. Disse uægte farvestoffer frembyder således samme vanskeligheder som de allerede ovenfor gennemgåede uægte farvestoffer, nemlig at de nok lader sig benytte i vandig opløsning, men ikke kan fjernes igen med organiske opløsningsmidler, specielt perchlorethylen.

Herudover består endnu en væsentlig forskel, nemlig at fremgangsmåden ifølge det japanske patentskrift foreskriver anvendelsen af en aromatisk sulfonsyre eller et vandopløseligt salt deraf som essentiel bestanddel ved den omhandlede temporære farvning af tekstilfibre. Dette krav lader sig imidlertid ikke opfylde ved behandling af en række fiberarter og begrænser yderligere fremgangsmådens anvendelighed ifølge det japanske patentskrift, der kun tillader arbejde i vandig opløsning, men ikke kan benyttes i andre opløsningsmiddelsystemer, således som nedenstående sammenligningsforsøg klart demonstrerer. Af disse sammenligningsforsøg fremgår, at antallet af blandede ethylenoxid/propylenoxidenheder, som er bundet til farvestofresten, skal udgøre mindst 40 i alt. Endvidere påvises, at der skal overholdes et vis kritisk forhold mellem de relative andele af ethylenoxidenheder og propylenoxidenheder, idet polymerkæderne skal indeholde mellem 40 og 60 molprocent ethylenoxyenheder, for at farvestoffet ifølge opfindelsen skal virke helt efter hensigten, dvs. at det lader sig fjerne fuldstændigt efter brugen ved afvaskning med såvel vandige opløsninger som med ikke-polære organiske opløsningsmidler, specielt det almindelige rensmiddel perchlorethylen.

Af den japanske patentbeskrivelse fremgår, at det er essentielt at anvende en aromatisk sulfonsyre sammen med det pågældende uægte farvestof. Såfremt man undlader at benytte disse sulfonsyrer, bliver farvestoffet herved

35

0 ikke kun temporært farvende, men vil faktisk efterlade permanent farve i tekstilet, specielt hvis man underkaster det farvede tekstil en varmhærdning. Et sådant tekstil, som misfarves med uafvaskelig permanent restfarve, er naturligvis helt uønsket. Det farvestof, som volder disse 5 vanskeligheder, indeholder tilknyttede blandede ethylenoxid/propylenoxidenheder; men fuldstændig tilsvarende vanskeligheder omtales ved anvendelse af et farvestof, hvortil er bundet en kæde kun omfattende ethylenoxidenheder.

10 På baggrund af disse angivelser i det japanske patentskrift må en fagmand fornuftigvis slutte, at der ikke skulle være nogen større fordel i henseende til opnåelse af ringere risiko for misfarvning ved at benytte blandede ethylenoxid/propylenoxidkæder fremfor rene ethylenoxid- 15 kæder, og det japanske patentskrift indeholder da heller ikke i sig selv nogen angivelser, der kunne tydes i denne retning.

Farvestoffet ifølge opfindelsen adskiller sig således i hvert fald på to punkter afgørende fra den teknik, 20 der fremgår af japansk patentskrift nr. 46/1971-23.793, nemlig som følger:

- 1) Ifølge det japanske patentskrift er det essentielt til opnåelse af en temporær farvning at anvende en aromatisk sulfonsyre eller et vandopløseligt salt deraf sammen med 25 de uægte farvestoffer, og
- 2) selv ved tilstedeværelse af en aromatisk sulfonsyre eller et salt deraf er de i det japanske patentskrift specificerede uægte farvestoffer vanskelige eller umulige at fjerne med andet end vand efter den temporære farvning.

30 Det må derfor regnes for helt overraskende, når det nu er blevet påvist, at sådanne uægte farvestoffer alligevel kan anvendes alene og endda kan anvendes i såvel vandige som polære organiske opløsningsmidler med samme resultat, såfremt et vist forhold mellem ethylenoxid- og propylenoxid- 35 enheder i kæderne overholdes som kritisk for opnåelse af en sådan virkning, hvor man arbejder med uægte farvestoffer indeholdende over 40 ethylenoxidenheder, der er ganske frem-

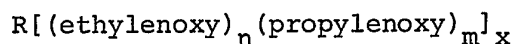
0

ragende til brug i vandige opløsninger, men hidtil har voldt særdeles store vanskeligheder ved forsøg på opløsning i polære organiske opløsningsmidler såsom perchlorethylen.

I farvestoffet ifølge opfindelsen kan de til farvestofresten knyttede ethylenoxy/propylenoxy-polymerkæder være opbygget med vekslende ethylenoxy- og propylenoxy-copolymer-enheder, af blokcopolymer-enheder deraf eller i form af podopolymere. Fortrinsvis udgør ethylenoxyenhederne mellem 40 og 60 molprocent, idet polymerkæderne tilsammen
10 indeholder mindst 40 og højst 200, men fortrinsvis mellem 75 og 150 oxygenheder.

De vigtigste uægte farvestoffer ifølge opfindelsen kendetegnes ved den almene formel

15



hvor R betegner en farvestofrest, x er fra 1 til 6, $[(\text{ethylenoxy})_n(\text{propylenoxy})_m]$ er en polymerkæde, som fås ved at kombinere n mol ethylenoxid med m molpropylenoxid, hvor
20 produktet af n + m, og x, altså (n + m) x er fra 40 til 200 og forholdet n/m er fra 2/3 til 3/2 svarende til, at polymerkæderne indeholder 40-60 molprocent ethylenoxyenheder.

Blandt forbindelserne med ovenstående formel foretrækkes sådanne, hvori R er tilknyttet ved hjælp af aminonitrogen. Forbindelser henhørende i denne almene klasse er sådanne, hvori R betegner resten af nitroso-, nitro-, azo- (monoazo-, bisazo- og trisazo-), diphenylmethan-, triphenylmethan-, xanthen-, acriden-, metin-, thiazol-, indamin-, azin-, oxazin- eller antraquinon-farvestoffer. Foretrukne
30 farvestoffer er azofarvestoffer og triarylmethanfarvestoffer.

Evnen til at kunne fjernes med vand hos en hvilken som helst særlig klasse af de ovenfor beskrevne forbindelser forøges, når farvestofresten indeholder mindst én sulfonsyregruppe, og de mere foretrukne uægte farvestoffer ifølge opfindelsen har mindst én neutraliseret sulfonsyregruppe i deres molekyle, dvs. de foreligger som alkalimetalsalt

0

eller i form af et andet opløseliggørende salt.

Farvestoffet ifølge opfindelsen kan fremstilles ved at omdanne et farvestof-mellemprodukt indeholdende en primær aminogruppe til den tilsvarende ethylenoxy/propylenoxy-poly-
5 merforbindelse og anvende den herved fremkomne forbindelse til at fremstille en forbindelse med en chromoforgruppe i molekylet. I tilfælde, hvor man benytter azofarvestoffer, kan dette gennemføres ved at omsætte en primær aromatisk amin med en ækvimolær blanding af ethylenoxid og propylen-
10 oxid ifølge fremgangsmåder, som er velkendte indenfor denne gren af teknikken, og derefter koble den således fremkomne forbindelse med et diazoniumsalt af en aromatisk amin. For at fremstille uægte farvestoffer fra klassen triarylmethan skal aromatiske aminer, der er omsat således som ovenfor an-
15 ført med ethylenoxid og propylenoxid, kondenseres med aromatiske aldehyder og de herved fremkomne kondensationsprodukter oxideres til dannelsen af triarylmethan farvestofferne. Skønt azo- og triphenylmethanfarvestoffer foretrækkes, fordi de er lette at fremstille og udviser strålende klar farve,
20 og fordi de tillige er tilgængelige i mange forskellige nuancer eller toner, kan mange andre uægte farvestoffer dog fremstilles ved kendte fremgangsmåder under anvendelse af N,N-disubstituerede tertiære aminer som udgangsmaterialer.

Nedenstående fremstillinger og eksempler tjener til
25 nærmere belysning af forskellige mulige udførelsesformer for det uægte farvestof ifølge opfindelsen samt dets egenskaber.

Præparat I

30 4,54 kg N,N-dihydroxyethyl-m-toluidin omsættes med en blanding af 61,7 kg ethylenoxid og 81,7 kg propylenoxid i nærværelse af kaliumhydroxid efter velkendte ethoxyle-ringsmetoder. Ca. 50 molækvivalenter af såvel ethylenoxid som propylenoxid tilsættes således til udgangsmaterialet
35 til frembringelse af en forbindelse, der er flydende ved stuetemperatur.

0

Præparat II

Fremgangsmåde ifølge præparat I gentages, men i stedet for toluidinen under anvendelse af en tilsvarende molær mængde N,N-dihydroxyethyl-anilin, og 50 molækvivalenter af
5 hhv. ethylenoxid og af propylenoxid til fremstilling af en forbindelse, som er flydende ved stuetemperatur.

Præparat III

Fremgangsmåden ifølge præparat I gentages, men i
10 stedet for toluidinen under anvendelse af en tilsvarende molær mængde N,N-dihydroxyethyl-2,5-dimethoxyanilin og nu kun 25 molækvivalenter af ethylenoxid og af propylenoxid lige moldele af hver til dannelselse af en forbindelse, som er flydende ved stuetemperatur.

15 På lignende måder kan andre aromatiske primære aminer, f.eks. sådanne med en eller flere chlor-, nitro-, lavere alkyl- og lavere alkoxy-substituentter på en aromatisk ring, og med mindst en usubstitueret stilling, der tillader kobling, omdannes til de tilsvarende polyethylen-
20 oxy-polypropylenoxy-tert.aminer under anvendelse af ialt mindst 40 molækvivalenter ethylenoxid og propylenoxid, idet mellem 25 og 75 molprocent heraf er ethylenoxid og resten er propylenoxid.

Ovenstående forbindelser kan omdannes til uægte
25 farvestof ifølge opfindelsen i henhold til de nedenstående eksempler beskrevne fremgangsmåder.

Eksempel 1

30 30,8 kg af en forbindelse fremstillet ifølge præparat I opløses i en lige så stor mængde vand, og den herved fremkomne blanding sættes til en opløsning af 1,8 kg af et diazoniumsalt af anilin-2,5-disulfonsyre-mononatriumsalt ved 0°C. Der tilsættes tilstrækkeligt natriumacetat til at holde pH mellem 2 og 4. Efter at reaktionen er tilende-
35 bragt, neutraliseres opløsningen med natriumbicarbonat. Der fås en opløsning af et gult uægte farvestof, der kan isoleres ved afdampning af vandet.

0

Eksempel 2

Den i eksempel 1 beskrevne fremgangsmåde gentages under anvendelse af diazoniumsaltet af anilin og forbindelsen ifølge præparat I. Herved fås et gult uægte farvestof.

5

Eksempel 3

Fremgangsmåden ifølge eksempel 1 gentages under anvendelse af diazoniumsaltet af 1,8-naphtholamin-3,6-disulfonsyre, og forbindelsen ifølge præparat I. Herved fås et rødt uægte farvestof.

10

Eksempel 4

Fremgangsmåden ifølge eksempel 1 gentages under anvendelse af diazoniumsaltet af anilin-2,5-disulfonsyre og den ifølge præparat II fremstillede forbindelse. Herved fås et gult uægte farvestof.

15

Eksempel 5

Fremgangsmåden for eksempel 1 gentages under anvendelse af diazoniumsaltet af 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfonsyre og den ifølge præparat II fremstillede forbindelse. Herved fås et rødorange uægte farvestof.

20

Eksempel 6

Fremgangsmåden ifølge eksempel 1 gentages under anvendelse af diazoniumsaltet af 4,4'-diaminostilben-2,2'-disulfonsyre og den ifølge præparat III fremstillede forbindelse. Herved fås et rødligorange uægte farvestof.

25

Eksempel 7

Fremgangsmåden ifølge eksempel 1 gentages under anvendelse af diazoniumsaltet af 1,8-naphtholamin-3,6-disulfonsyre og den ifølge præparat III fremstillede forbindelse. Herved fås et rødt uægte farvestof.

30

35

0

Eksempel 8

50,4 kg af en forbindelse fremstillet ifølge præparat II kondenseres med 0,9 kg o-formylbenzensulfonsyre i 51,3 kg vand indeholdende en lille mængde urinstof og koncentreret saltsyre. Det herved fremkomne produkt oxideres med hydrogenperoxid i nærværelse af ammoniummetavanadat, hvorved dannes et blått uægte farvestof.

10

Eksempel 9

Fremgangsmåden ifølge eksempel 8 gentages under anvendelse af den ved fremgangsmåden ifølge præparat I fremstillede forbindelse og o-formylbenzensulfonsyre. Herved fås et grønt uægte farvestof.

15

Eksempel 10

Fremgangsmåden ifølge eksempel 1 og præparat I gentages under anvendelse af 25 molækvivalenter ethylenoxid og 25 molækvivalenter propylenoxid sammen med N,N-dimethyl-p-aminobenzaldehyd. Herved fås et blått uægte farvestof.

20

Eksempel 11

Fremgangsmåden ifølge præparat II og eksempel 8 gentages under anvendelse af 60 molækvivalenter ethylenoxid og 40 molækvivalenter propylenoxid sammen med o-formylbenzensulfonsyre. Herved fås et blått uægte farvestof.

25

Eksempel 12

Fremgangsmåderne i præparat II og eksempel 10 gentages under anvendelse af 40 molækvivalenter ethylenoxid og 60 molækvivalenter propylenoxid sammen med o-formylbenzensulfonsyre. Herved fås et blått uægte farvestof.

30

Farvning

De ifølge eksempel 1 til 14 fremstillede uægte farvestoffer påføres på tekstilfibre eller tekstilstoffer ved dupning, sprøjtning eller trykning fra enten vandige opløsninger eller opløsningsmiddel-opløsninger indeholdende 1 til

35

0 5% af det respektive uægte farvestof. Fibrene eller tekstilstofferne kan bestå af polyesterfibre, nylon 6-6-fibre, acrylfibre eller modacrylfibre eller uldfibre såvel som andre naturlige eller syntetiske fibre. Det uægte farvestof fjernes let og fuldstændigt ved en af følgende fremgangsmåder:

1. Vask i en vandig opløsning indeholdende ca. 0,5% af en konventionel detergent ved en temperatur på fortrinsvis over 50°C i ca. 15 minutter eller
- 10 2. Vask ved stuetemperatur i et polært organisk opløsningsmiddel (til kemisk rensning såsom tetrachlorethylen) eller ved behandling af varen gennem en normal cyklus i et kommercielt udstyr til at foretage kemisk rensning.

15 Den ovenfor anførte sammenhæng viser, at den foreliggende opfindelse tilvejebringer nye uægte farvestoffer, som ikke alene let lader sig fjerne med vandige opløsninger, men også med ikke-polære opløsningsmidler og især ikke-polære chlorerede opløsningsmidler såsom tetrachlorethylen. Hertil kommer, at farvestoffer ifølge opfindelsen let og fuldstændigt kan fjernes fra praktisk talt alle tekstilfibre ved behandling med konventionelle vandige vaskeopløsninger eller rensning med kemiske opløsningsmidler, der almindeligvis benyttes til efterbehandling af tekstiler.

Eksempel 13

Den foreliggende række forsøg tjener til påvisning af det med den foreliggende opfindelse i forhold til

30 ovennævnte japanske offentliggørelsesskrift tilvejebragte tekniske fremskridt, hvor der anvendes et farvestof (chromophor), som frembringer en gul farve, og hvortil er knyttet varierende mængder ethylenoxid og propylenoxid til frembringelse af molekyler ifølge belæringerne i

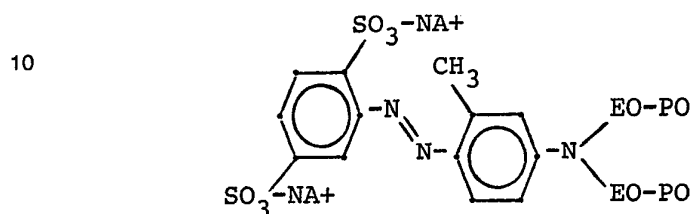
35 ovennævnte japanske offentliggørelsesskrift såvel som ifølge den foreliggende opfindelse.

0

Der fremstilles en gul uægte farve ifølge angivelserne i det japanske offentliggørelsesskrift, som herefter betegnes farvestof nr. I, og som for kortheds skyld anføres ved betegnelsen 17EO/5PO, hvilket hænger sammen med, at farvestofmellemproduktet fremstilles ved at omsætte 17

5

mol ethylenoxid og 5 mol propylenoxid med m-toluidin. Det pågældende gule uægte farvestof kan iøvrigt gengives ved nedenstående strukturformel



Uægte farvestof nr. I.

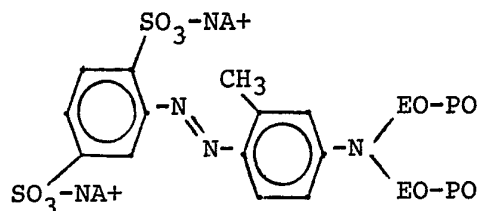
15

hvor EO betyder en ethylenoxidkæde, og PO betyder en propylenoxidkæde idet antallet af ethylenoxidenheder udgør ialt 17 mol, og antallet af propylenoxidenheder udgør ialt 5 mol.

20

Herefter fremstilles endnu et uægte farvestof ifølge den foreliggende opfindelse, hvori mængden af ethylenoxidenheder og af propylenoxidenheder udgør henholdsvis ca. 47 molprocent og ca. 53 molprocent af ethylenoxid/propylenoxidbestanddelen. Det hermed fremkomne gule uægte farvestof har den samme farvefrembringende chromophor som det uægte gule farvestof fremstillet ifølge ovennævnte japanske offentliggørelsesskrift, jfr. ovenstående formel for farvestof nr. I. Det her omhandlede gule uægte farvestof kan gengives ved følgende strukturformel

30



35

Uægte farvestof II

hvor EO udgør ialt 16 mol og PO udgør ialt 14 mol, idet

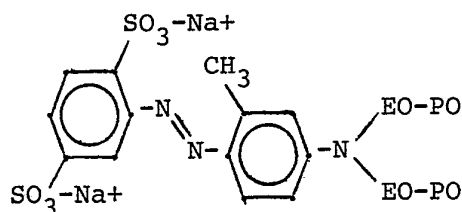
0

betegnelsen EO-PO står for den samlede ethylenoxy/propylenoxy-bestanddel.

De med dette andet uægte farvestof såvel som med de her omhandlede øvrige uægte farvestoffer opnåede resultater er anført i nedenstående tabel og identificeres iøvrigt ved

5
10
15
20
25
30
35

betegnelsen 16 EO/14. Endvidere fremstilles et tredje uægte farvestof ifølge den foreliggende opfindelsen, hvori praktisk talt ækvimolære mængder af ethylenoxid og propylenoxid, f.eks. 52 mol ethylenoxid til 50 mol propylenoxid, anvendes. Det her ved frembragte farvestof kan gengives ved følgende strukturformel



Uægte farvestof III

hvor EO udgør ialt 52 mol, og PO udgør ialt 50 mol, idet EO-PO står for den samlede ethylenoxy/propylenoxy-bestanddel.

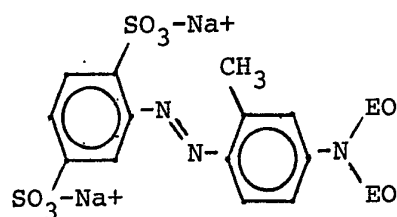
Dette tredje uægte farvestof og de ved hjælp heraf opnåede resultater er anført i nedenstående tabel, og det identificeres iøvrigt ved betegnelsen 52 EO/50PO.

25
30
35

Endvidere fremstilles et fjerde gult uægte farvestof ifølge belæringerne i ovennævnte japanske offentliggørelsesskrift, hvor dette gule uægte farvestof angives at være ækvivalent med et uægte farvestof indeholdende en ethylenoxy/propylenoxybestanddel. Dette fjerde uægte gule farvestof indeholder alene 100 mol ethylenoxidenheder og gengives ved følgende strukturformel

0

5



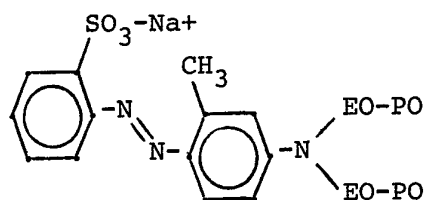
uægte farvestof IV

hvori EO er ethylenoxybestanddelen.

10 Dette fjerde uægte farvestof og de ved hjælp heraf opnåede resultater er anført i nedenstående tabel, og det identificeres iøvrigt ved betegnelsen 100 EO.

15 Herudover fremstilles et femte uægte farvestof, nemlig i overensstemmelse med belæringerne i ovennævnte japanske offentliggørelsesskrift, idet dette femte uægte farvestof indeholder 28 mol ethylenoxid og 10 mol propylenoxid og gengives ved følgende strukturformel

20



uægte farvestof V

25 hvori EO betegner ethylenoxy/propylenoxy-bestanddelen, idet det totale antal ethylenoxidenheder udgør 28 mol og det totale antal propylenoxidenheder udgør 10 mol.

Dette femte uægte farvestof og de ved hjælp heraf opnåede resultater er ligeledes anført nedenfor, idet farvestoffet betegnes ved forkortelsen 28EO/10PO.

30 Blandt de ovenfor beskrevne uægte farvestoffer fremstilles således nr. I, IV og V ifølge belæringerne i ovennævnte japanske offentliggørelsesskrift, hvorimod de uægte farvestoffer II og III fremstilles ifølge den foreliggende opfindelse.

35 Vandige blandinger af hver af de ovennævnte uægte farvestoffer fremstilles ved en absorptivitet på 1,0, idet disse vandige blandinger hver især indeholder ca. 5 vægtprocent af hvert af de uægte farvestoffer.

0

Der fremstilles yderligere vandige blandinger under anvendelse af de uægte farvestoffer nr. I, IV og V (det vil altså sige ifølge det japanske offentliggørelsesskrift), idet disse vandige blandinger yderligere indeholder ca. 5 0,5 vægtprocent af en organisk sulfonsyre, nemlig 1-naphthol-3,8-disulfonsyre, for således at være helt i overensstemmelse med vurderingerne i det japanske offentliggørelsesskrift, undtagen for så vidt angår den specifikke sulfonsyrebestanddel. Virkningen af tilsætningen af den orga- 10 niske sulfonsyre som bestanddel til farvebadet fremgår ligeledes af nedenstående tabel.

En prøve af hver af de ovenfor beskrevne vandige uægte farvestofopløsninger indeholdende de omhandlede blandinger påføres på et dobbeltstrikket tekstil af 100% poly- 15 ester ved at dyppe dette i den vandige blanding, vride det våde tekstilstof, således at der tilvejebringes en optagelse i våd tilstand på 150%, hvorefter det vædede, uægte farvede tekstil tørres i 5 minutter ved en temperatur på 110°C. De tørrede, med uægte farvestoffer behandlede tek- 20 stiler vaskes dernæst, idet man følger nedenstående vaske- metode, og disse sammensætningers eller farvebades bestandighed, dvs. vedhængning henholdsvis evne til at fjernes ved vask, bestemmes visuelt. Ægtheden eller bestandigheden af de således som ovenfor beskrevet fremstillede og anvendte farvestoffer fremgår også af nedenstående tabel. 25

Vaskebehandling

De tørrede, farvede tekstilprøver vaskes med vand ved at anbringes under en hane med rindende vand (hvis tempera- 30 tur er over 40°C) i 2 minutter, hvorefter den afskyllede prøve trykkes af på et sugende underlag og tørres ved 110°C.

Endvidere foretages vask i perchlorethylen ved, at en prøve på 2 g af den tørrede, uægte farvede prøve rystes i 200 ml rent perchlorethylen i 1 minut, duppes af og tørres 35 ved 110°C. Der opnås herved følgende resultater:

Uægte farve- stof nr.	Resultat ved vask i	
	<u>vand</u>	<u>Perchlorethylen</u>
I	fuldstændig fjernelse af farve	ingen tilsyneladende farvefjernelse
I + organisk syre	fuldstændig fjernelse af farve	ingen tilsyneladende farvefjernelse
5 II	fuldstændig fjernelse af farve	fuldstændig fjernelse af farve
III	fuldstændig fjernelse af farve	fuldstændig fjernelse af farve
IV	fuldstændig fjernelse af farve	ingen tilsyneladende farvefjernelse
10 IV + organisk syre	fuldstændig fjernelse af farve	ingen tilsyneladende farvefjernelse
V	fuldstændig fjernelse af farve	betydelig misfarvning bliver tilbage
V + organisk syre	fuldstændig fjernelse af farve	betydelig misfarvning bliver tilbage

15 Organisk syre: 0,5 vægtprocent 1-naphthol-3,8-disulfonsyre.

0

P a t e n t k r a v .

1. I vand og ikke-polære opløsningsmidler opløseligt, uægte farvestof, indeholdende en organisk farvestofrest, hvortil er bundet op til 6 blandede ethylenoxy-/propylenoxy-
- 5 -polymerkæder k e n d e t e g n e t ved, at polymerkæderne tilsammen indeholder fra 40 til 200 oxygenheder, og at polymerkæderne indeholder mellem 40 og 60 molprocent ethylenoxyen-
- heder.
2. Uægte farvestof ifølge krav 1, k e n d e t e g -
- 10 n e t ved, at polymerkæderne tilsammen indeholder mellem 75 og 150 oxygenheder.
3. Uægte farvestof ifølge krav 1, k e n d e t e g -
- n e t ved, at der til farvestoffet kun er bundet en eller to polymerkæder.
- 15 4. Uægte farvestof ifølge krav 1 eller 2, k e n d e -
- t e g n e t ved, at polymerkæderne er bundet til farvestof-
- fet gennem aminonitrogen.
5. Uægte farvestof ifølge krav 1, k e n d e t e g -
- n e t ved, at farvestoffet er et azofarvestof eller et
- 20 triarylmethanfarvestof.
6. Uægte farvestof ifølge krav 1-5, k e n d e t e g -
- n e t ved, at farvestofresten indeholder mindst en sulfon-
- syregruppe, især i form af et sulfonsyresalt.

Fremdragne publikationer:

DE offentliggørelsesskrift nr. 2506505
JP patent nr. 46-23793
US patenter nr. 3157633, 3337525, 3449319
Chemical Abstracts, bind 77 (1972), 21464 j.