

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

67 864

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 8m,1/01

Zgłoszono: 23.XII.1970 (P. 145 228)

Pierwszeństwo: _____

MKP D06p 1/38

Opublikowano: 19.VII.1973

UKD

Współtwórcy wynalazku: Andrzej Wawrzyniak, Zdzisław Jankowski

Właściciel patentu: Politechnika Łódzka, Łódź (Polska)

Sposób barwienia lub drukowania wyrobów z włókien celulozowych naturalnych i regenerowanych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób barwienia lub drukowania wyrobów z włókien celulozowych naturalnych i regenerowanych barwnikami antrachinonowymi kwasowymi.

Znane sposoby barwienia lub drukowania wyrobów z włókien celulozowych naturalnych i regenerowanych polegają na stosowaniu barwników reaktywnych jednochlorotrójazyńlowych, dwuchlorotrójazyńlowych, winylosulfonylowych, sulfonwinyloamidowych i innych posiadających w cząsteczce wbudowany układ reaktywny zdolny do reakcji chemicznej z grupami hydroksylowymi celulozy a także barwników trójazyńlowych dwufunkcyjnych.

Znane są także sposoby barwienia lub drukowania wyrobów z włókien celulozowych barwnikami nietypowymi obojętnymi jak barwnikami azowymi kwasowymi, antrachinonowymi, ftalocyjaninowymi lub azowymi metalokompleksowymi typu 1:1 lub 1:2 w obecności wielofunkcyjnych substancji posiadających wolne układy reaktywne.

Sposób barwienia lub drukowania wyrobów z włókien celulozowych naturalnych i regenerowanych według wynalazku barwnikami obojętnymi wobec włókna, polega na dodawaniu do kąpieli barwiącej lub pasty drukarskiej nowego barwnika antrachinonowego kwasowego o wzorze ogólnym przedstawionym na rysunku, na którym A oznacza alkilenową resztę prostą lub rozgałęzioną posiadającą w łańcuchu węglowodorowym 2—10 at-

2

mów węgla, X oznacza H, Cl, Br, NO₂, resztę alkiłową o łańcuchu 1—3 atomów węgla, NHAc gdzie Ac oznacza resztę alifatycznych kwasów jednokarboksylowych zawierających 2—4 atomów węgla, SO₂NHR gdzie R oznacza atom wodoru lub resztę alkiłową o łańcuchu 1—3 atomów węgla, w położeniu 3 lub 4 w reszcie benzenosulfonylowej posiadające w swych cząsteczkach funkcyjne grupy sulfonamidowe lub sulfonalkiloamidowe, w obecności wielofunkcyjnej substancji posiadającej wolne układy reaktywne, jak 1,3,5-trójakrylo-sześciocydro-s-trójazyńny w ilości 50—100 części wagowych w stosunku do ilości barwnika, a barwienie prowadzi się w środowisku zasadowym od wodorowęglanów, węglanów sodowych lub potasowych.

Tak przygotowaną kąpielą barwiącą lub pastą drukarską, napawa się lub drukuje wyrób, na przykład tkaninę z włókien celulozowych a następnie poddaje procesowi suszenia w temperaturze 60°C. Po procesie suszenia, napojoną i odżętą lub drukowaną tkaninę celulozową poddaje się termicznej obróbce w parowniku w temperaturze 102—106°C w czasie 10—15 minut lub do grzewaniu w temperaturze 140—160°C w czasie 5—3 minut. Po termicznym utrwaleniu wybarwień lub wydruków, poddaje się wyrób intensywnemu płukaniu w zimnej i ciepłej wodzie oraz procesowi prania w wodnym zasadowym roztworze węglanu sodowego i mydła syntetycznego w tempe-

raturze 95°C, a następnie ponownie płukaniu w ciepłej i zimnej wodzie po czym suszy się w temperaturze 80°C.

Proces barwienia lub drukowania sposobem według wynalazku pozwala na osiągnięcie wysokiego stopnia 86% przereagowania barwników antrachinonowych kwasowych z grupami funkcyjnymi włókna celulozowego oraz na osiągnięcie dużej odporności wybarwień lub wydruków na światło i czynniki mokre. Druk po procesie prania daje czyste efekty bieli w miejscach niezadrukowanych.

Niżej podane przykłady bliżej wyjaśniają sposób według wynalazku nie ograniczając jego zakresu.

W powyższych przykładach części wagowe oznaczają gramy, a części objętościowe mililitry.

Przykład I. W celu otrzymania pasty drukarskiej miesza się 20 części wagowych barwnika otrzymanego przez kondensację kwasu 1-amino-4-bromoantrachinono-2-sulfonowego z sześciometylenodwuaminą i następnie jego sulfonylowanie 3-sulfonamidobenzenosulfochlorkiem, 20 części wagowych 1,3,5-trójakrylilosześciohydro-s-trójjazyny, 100 części wagowych mocznika, 10 części wagowych soli sodowej kwasu 3-nitrobenzenosulfonowego rozpuszcza się w 290 częściach objętościowych ciepłej wody, dodaje 540 części wagowych 4%-owego zagęszczenia alginowego a po rozpuszczeniu i dokładnym wymieszaniu dodaje się 20 części wagowych wodorowęglanu sodowego. Następnie tak przygotowaną pastą drukarską, dobrze wymieszaną drukuje się metodą druku filmowego wyroby z włókien celulozowych, po czym poddaje się je procesowi suszenia w temperaturze 60°C i obojętnemu parowaniu w temperaturze 150°C w czasie 15 minut. Tak utrwalone wydruki poddaje się płukaniu w zimnej i ciepłej wodzie a następnie praniu w zasadowej kąpieli piorącej, ponownie płukaniu w gorącej i zimnej wodzie oraz suszeniu.

Przykład II. W celu przygotowania pasty drukarskiej miesza się 20 części wagowych barwnika otrzymanego przez kondensację kwasu 1-amino-4-bromoantrachinono-2-sulfonowego z pięciometylenodwuaminą i następnie jego sulfonylowanie 3-sulfonmetyloamidobenzenosulfochlorkiem, 20 części wagowych 1,3,5-trójakrylilosześciohydro-s-trójjazyny, 100 części wagowych mocznika, 10 części wagowych soli sodowej kwasu 3-nitrobenzenosulfonowego rozpuszcza się w 290 częściach objętościowych ciepłej wody, dodaje 540 części wagowych 4%-owego zagęszczenia alginowego, a po rozpuszczeniu i dokładnym wymieszaniu dodaje się 20 części wagowych wodorowęglanu potasowego. Tak przygotowaną pastą drukarską zadrukowuje się metodą druku filmowego wyroby z włókien celulozowych po czym poddaje się je suszeniu w temperaturze 60°C i obojętnemu parowaniu w temperaturze 105°C w czasie 15 minut.

Tak utrwalone wydruki poddaje się płukaniu w zimnej wodzie a następnie praniu w zasadowej kąpieli piorącej, ponownie płukaniu w gorącej i zimnej wodzie oraz suszeniu.

Przykład III. W celu przygotowania pasty drukarskiej miesza się 20 części wagowych barwnika otrzymanego przez kondensację kwasu 1-amino-

no-4-bromoantrachinono-2-sulfonowego z czterometylenodwuaminą i następnie jego sulfonylowanie 4-sulfonetyloamidobenzenosulfochlorkiem, 20 części wagowych 1,3,5-trójakrylilosześciohydro-s-trójjazyny, 100 części wagowych mocznika, 10 części wagowych soli sodowej kwasu 3-nitrobenzenosulfonowego rozpuszcza się w 290 częściach objętościowych ciepłej wody, dodaje 540 części wagowych 4%-owego zagęszczenia alginowego, a po rozpuszczeniu i dokładnym wymieszaniu dodaje się 20 części wagowych wodorowęglanu sodowego. Tak przygotowaną pastą drukarską zadrukowuje się metodą druku filmowego wyroby z włókien celulozowych, po czym poddaje się je suszeniu w temperaturze 60°C i obojętnemu parowaniu w temperaturze 150°C w czasie 15 minut. Tak utrwalone wydruki poddaje się płukaniu w zimnej wodzie, a następnie praniu w zasadowej kąpieli piorącej, ponownie płukaniu w gorącej i zimnej wodzie i suszeniu.

Przykład IV. W celu przygotowania kąpieli do barwienia ciągłego miesza się 30 części wagowych barwnika otrzymanego przez kondensację kwasu 1-amino-4-bromoantrachinono-2-sulfonowego z trójmetylenodwuaminą i następnie jego sulfonylowanie 4-acetyloaminobenzenosulfochlorkiem, 30 części wagowych 1,3,5-trójakrylilosześciohydro-s-trójjazyny, 100 części wagowych mocznika, 10 części wagowych soli sodowej kwasu 3-nitrobenzenosulfonowego rozpuszcza się w 770 częściach objętościowych ciepłej wody. Po dokładnym rozpuszczeniu dodaje się 40 części wagowych 2%-owego zagęszczenia alginowego oraz 20 części wagowych wodorowęglanu sodowego. Tak przygotowaną kąpielą dwukrotnie napawa się tkaninę w temperaturze 50°C stosując po każdym napojeniu odzież. Tak napojoną i odżętą tkaninę poddaje się suszeniu w temperaturze 60°C i poddaje obojętnemu parowaniu w temperaturze 105°C w czasie 15 minut. Tak utrwalone wybarwienia płucze się w zimnej wodzie, pierze, ponownie płucze i suszy.

Przykład V. W celu przygotowania kąpieli do barwienia ciągłego miesza się 40 części wagowych barwnika otrzymanego przez kondensację kwasu 1-amino-4-bromoantrachinono-2-sulfonowego z dwumetylenodwuaminą i następnie jego sulfonylowanie 4-nitrobenzenosulfochlorkiem, 40 części wagowych 1,3,5-trójakrylilosześciohydro-s-trójjazyny, 100 części wagowych mocznika, 10 części wagowych soli sodowej kwasu 3-nitrobenzenosulfonowego rozpuszcza się w 755 częściach objętościowych ciepłej wody. Po dokładnym rozpuszczeniu dodaje się 40 części wagowych 2%-owego zagęszczenia alginowego oraz 15 części wagowych węglanu sodowego.

Tak przygotowaną kąpielą o temperaturze 50°C dwukrotnie napawa się wyrób celulozowy stosując po każdym napojeniu odzież. Tak napojony i odżęty wyrób celulozowy poddaje się suszeniu w temperaturze 60°C i poddaje procesowi obojętnego parowania w temperaturze 105°C w czasie 15 minut. Tak utrwalone wybarwienia poddaje się płukaniu w zimnej wodzie, praniu, ponownie płukaniu i suszeniu.

Przykład VI. W celu przygotowania kąpieli do barwienia ciągłego miesza się 40 części wagowych barwnika otrzymanego przez kondensację

kwasu 1-amino-4-bromoantrachinono-2-sulfonowego z sześciometylenodwuaminą i następnie jego sulfonylowanie 4-chlorobenzenosulfochlorkiem, 40 części wagowych 1,3,5-trójakrylilosześciocydro-s-trójazyny, 100 części wagowych mocznika, 10 części wagowych soli sodowej kwasu 3-nitrobenzenosulfonowego, rozpuszcza się w 755 częściach objętościowych ciepłej wody. Po dokładnym rozpuszczeniu dodaje się 40 części wagowych 2%-owego zagęszczenia alginowego oraz 15 części wagowych węglanu potasowego. Tak przygotowaną kąpielą o temperaturze 50°C dwukrotnie napawa się wyrób celulozowy stosując po każdym napojeniu odżęcie. Tak napojony i odżęty wyrób celulozowy poddaje się suszeniu w temperaturze 60°C i poddaje procesowi obojętnego parowania w temperaturze 105°C w czasie 15 minut. Tak utrwalone wybarwienia poddaje się płukaniu w zimnej wodzie, praniu, ponownie płukaniu i suszeniu.

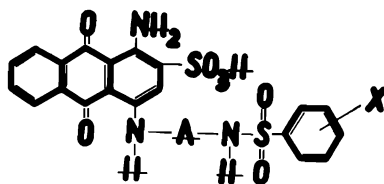
Przykład VII. W celu przygotowania pasty drukarskiej zmieszano 30 części wagowych barwnika otrzymanego przez kondensację soli sodowej kwasu 1-amino-4-bromoantrachinono-2-sulfonowego z sześciometylenodwuaminą i następnie jego sulfonylowanie 4-metylofenylosulfochlorkiem, 30 części wagowych 1,3,5-trójakrylilosześciocydro-s-trójazyny, 100 części wagowych mocznika, 10 części wagowych soli sodowej kwasu 3-nitrobenzenosulfonowego, rozpuszczono w 270 częściach objętościowych ciepłej wody, dodano 540 części wagowych 4%-owego zagęszczenia alginowego a po rozpuszczeniu i dokładnym wymieszaniu dodano 20 części wagowych wodorowęglanu potasowego. Tak przygotowaną pastą drukarską zadrukowano metodą druku filmowego tkaninę z włókien celulozowych po czym poddano ją suszeniu w temperaturze 60°C i obojętnemu parowaniu w temperaturze 105°C w czasie 15 minut. Tak utrwalone wydruki poddano płukaniu w zimnej wodzie a następnie praniu w zasadowej kąpieli piorącej, ponownie płukaniu w gorącej i zimnej wodzie oraz suszeniu.

Przykład VIII. W celu przygotowania pasty drukarskiej zmieszano 30 części wagowych barw-

nika otrzymanego przez kondensację soli sodowej kwasu 1-amino-4-bromoantrachinono-2-sulfonowego z ośmiometylenodwuaminą i następnie jego sulfonylowanie 4-etylofenylosulfochlorkiem, 30 części wagowych 1,3,5-trójakrylilosześciocydro-s-trójazyny, 100 części wagowych mocznika, 10 części wagowych soli sodowej kwasu 3-nitrobenzenosulfonowego, rozpuszczono w 270 częściach objętościowych ciepłej wody, dodano 540 części wagowych 4%-owego zagęszczenia alginowego a po rozpuszczeniu i dokładnym wymieszaniu dodano 20 części wagowych wodorowęglanu potasowego. Dalsze czynności wykonano jak w przykładzie VII.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób barwienia lub drukowania wyrobów z włókien celulozowych naturalnych i regenerowanych barwnikami obojętnymi wobec włókna znajdującymi się w kąpieli barwiącej lub paście drukarskiej obok 1,3,5-trójakrylilosześciocydro-s-trójazyny z zastosowaniem termicznej obróbki wybarwień lub wydruków, **znamienny tym**, że stosuje się barwnik antrachinonowy kwasowy o wzorze ogólnym przedstawionym na rysunku, w którym A oznacza alkilenową resztę prostą lub rozgałęzioną posiadającą w łańcuchu węglowodorowym 2—10 atomów węgla, X oznacza H, Cl, Br, NO₂, resztę alkilenową o łańcuchu 1—3 atomów węgla, NHAc gdzie Ac oznacza resztę alifatycznych kwasów jednokarboksylowych zawierających 2—4 atomów węgla, SO₂NHR gdzie R oznacza atom wodoru lub resztę alkilową o łańcuchu 1—3 atomów węgla w położeniu 3 lub 4 reszty benzenosulfonylowej, przy czym stosuje się 1,3,5-trójakrylilosześciocydro-s-trójazynę w ilości 50—100 części wagowych w stosunku do ilości barwnika, a barwienie prowadzi się w środowisku zasadowym od wodorowęglanów lub węglanów alkalicznych, zaś otrzymane wybarwienia lub wydruki poddaje się w znany sposób procesowi obojętnego parowania lub dogrzewania.



ERRATA

Łam 3, wiersz 35 i łam 4, wiersz 15
jest: 150°C
powinno być: 105°C