

NORGE



**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

Utlegningskrift nr. 119985

Int. Cl. D 06 p 1/12 Kl. 8m-12
D 06 p 3/68

Patentsøknad nr. 155.058 Inngitt 7.X 1964

Løpedag -

Søknaden alment tilgjengelig fra 1.VII 1968

Søknaden utlagt og utlegningskrift utgitt 10.VIII 1970

Prioritet begjært fra: 19.X-63 Tyskland,
nr. F 41.036

Farbwerke Hoechst Aktiengesellschaft vormals Meister
Lucius & Brüning,
Postfach 80 03 20, 6230 Frankfurt (Main), 80, Tyskland.

Oppfinnere: Hasso Hertel, Friedhofstr. 60, Offenbach/Main og
Werner Kirst, Mühlheimer Str. 200, Offenbach/
Main, Tyskland.

Fullmektig: Mag. scient. Knud-Henry Lund.

Fremgangsmåte til fremstilling av vannuoppløselige azofarve-
stoffer på cellulose- eller eggehvitefiberholdig tekstil-
materiale.

Ifølge britisk patent nr. 730.653 omtales fremstillingen
av nye triaziner. Disse forbindelser kan anvendes til frembringelse
av azofarvestoffer ved kopling med aromatiske hydroksyforbindelser
eller pyrazoloner på fibre, idet det til koplingen sluttes en
metallisering. I henhold til dette patent skal det overveiende farves
nylon, altså en polyamidfiber og utviklingen av fargestoffet finner
sted ved 85°C resp. ved 95°C.

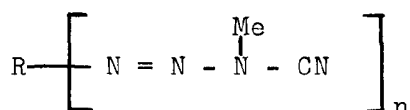
Den farvefremgangsmåte som omtales i dette patent er
imidlertid flertrinnet og nødvendigvis anvendelsen av høyere tem-
peraturer.

Fra US-patent nr. 2.054.397 er det kjent at triaziner
kan anvendes til frembringelse av vannuoppløselige azofarvestoffer

119985

på tekstilfibre, idet på grunn av den generelle formel i dette patent også de fremgangsmåtemessige diazoaminoforbindelser kommer i betraktning. Herved påtrykkes bomullsvevna først med en blanding av triazinene på en koplingskomponent og deretter tørkes det og dampes surt. Det dreier seg også i dette tilfelle om en flere trinns fremgangsmåte ifølge hvilken farvestoffets utvikling igjen foretas ved vesentlig høyere temperaturer.

Oppfinnelsen vedrører nå en fremgangsmåte til fremstilling av vannoppløselige azofargestoffer på cellulose- eller eggehvit fiberholdige tekstilmaterialer i nærvær av et fukte- eller dispergeringsmiddel og eventuelt et uorganisk salt, idet fremgangsmåten er karakterisert ved at man behandler tekstilmaterialet med et alkalisk bad som inneholder en azokomponent og en vannoppløselig diazoamino- eller tetraazaminoforbindelse med formel



hvor R betyr resten av et aromatisk eller heterocyklisk amin, Me betyr et alkali- eller jordalkalimetall, og n betyr 1 eller 2, og at man deretter tilveiebringer farvestoffdannelsen ved en behandling med sure midler i samme bad under 40°C uten forutgående mellomtørking.

Fremgangsmåten gjennomføres således at man behandler tekstilmaterialet i form av strenggarn, viklelegemer, tops eller løst materiale i et alkalisk bad, som inneholder en azokomponent med høy substantivitet og en diazoamino- eller tetraazaminoforbindelse av den angitte sammensetning, såvel som et fukte- eller dispergeringsmiddel og eventuelt et uorganisk salt, eksempelvis natriumklorid, et natriumfosfat eller natriumsulfat. Behandlingen gjennomføres i minst 10 minutter, for å gi azokomponenten muligheten til tilstrekkelig og jevn fiksering på tekstilmaterialet. Vanligvis arbeider man ved værelsetemperatur eller ved svakt forhøyet temperatur, hensiktsmessig under 35°C. Etterat azokomponenten er sterkt opptrukket og har egalisert seg, tilsetter man en organisk syre, eksempelvis maursyre, eddiksyre, vinsyre, sitronsyre, melkesyre eller glykolsyre eller en blanding av disse syrer eller også en blanding av en uorganisk syre, eksempelvis saltsyre eller svovelsyre, og en organisk syre til badet i en slik mengde at den samlede alkalimengde i badet og på tekstilmaterialet nøytraliseres og det oppnås en pH-verdi mellom ca. 4 og 7. Temperaturen skal ligge under 40°C. Derved inntreffer dannelsen av

farvestoffet på tekstilmaterialet. Derpå vaskes det i et nøytralt eller surt bad, eventuelt i nærvær av dispergeringsmidler og farvingen ferdiggjøres på vanlig måte. Man får således meget friksjonsekte farver.

Stykkvarer kan man farve således at man impregnerer varen på en to- eller flervalsefoulard med en blanding av azokomponentene og overskytende diazoamino- eller tetraazoaminoforbindelse, oppruller varen og etter en oppholdstid, eksempelvis på en halv time, ved en passering gjennom en organisk syre, en blanding av organiske syrer eller en blanding av organiske og uorganiske syrer, tilveiebringer koplingen under 40°C. Denne fremkalling kan foregå ved en passering i en avdeling av en galette-kufe eller ved flere passeringer på jiggeren eller på en haspelkufe, idet tilsetninger av uorganiske salter eller av dispergeringsmidler ved impregneringen og ved fremkallingen ofte har en meget gunstig virkning. Ved denne arbeidsmåte må, tilsvarende azokomponentenes ekstra strekkevne, azokomponentenes konsentrasjon i satsbadet senkes i forhold til konsentrasjonen i ettersatsbadet, mens konsentrasjonen av diazoamino- resp. tetraazoaminoforbindelsen i satsbadet ikke senkes i forhold til ettersatsbadet. Denne arbeidsmåte er meget energisparende, og en mellomtørkning før fremkallingen av farvestoffet er ikke nødvendig.

Som azokomponenter kommer det ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen i betraktning forbindelser som utmerker seg ved en høy substantivitet til tekstilmaterialet som anvendes, dvs. azokomponenter som ved et badforhold på 1:20, 30 minutters farvetid ved 30°C, og en konsentrasjon av 1 g pr. liter vann uten salttilsetning og et overskudd av 4,5 g natriumhydroksyd pr. liter bad har en så høy substantivitet at minst 9 g trekker opp på 1 kg bomull. Egnede forbindelser er eksempelvis 2,3-oksynaftoyl-aminobenzoler, som 1-(2',3'-oksynaftoylamino)-2,5-dimetoksy-4-klorbenzol eller 1-(2',3'-oksynaftoylamino)-2-metoksy-4-klor-5-metylbenzol, 6-brom- eller 6-metoksy-2,3-oksynafto-syrearylamider, som 1-(6'-brom-2',3'-oksynaftoylamino)-2-metoksybenzol, kondensasjonsprodukter av 2,3-oksynaftosyre og flerkjernede isocykliske eller heterocykliske aminer, som 2-(2',3'-oksynaftoylamino)-naftalin, 2-(2',3'-oksynaftoylamino)-karbazol, 2-(2',3'-oksynaftoylamino)-3-metoksydifenylenoksyd, 6-(2',3'-oksynaftoylamino)-benzimidazol, 6-(2',3'-oksynaftoylamino)-indazol, 5-(2',3'-oksynaftoylamino)-2-metylbenzotiazol eller 4-(2',3'-oksynaftoylamino)-difenyl og dets substitusjonsprodukter, 4,4'-bis-(2'',3''-oksynaftoylamino)-difenyl og dets substitusjonsprodukter, som 4,4'-bis-(2'',3''-oksy-

119985

naftoylamino)-3,3"-dimetoksydifenyl, 1,4-bis-(2",3"-oksynaftoyl-amino)-benzol og dens substitusjonsprodukter, 4,4'-bis-(2",3"-oksynaftoylamino)-stilben, 4,4'-bis-(2",3"-oksynaftoylamino)-azobenzol og dets substitusjonsprodukter, 4,4'-bis-(2",3"-oksynaftoylamino)-difenylurinstoff, 2-oksy-antrasen-3-karbonylarearylaminer, som 1-(2'-oksy-antrasen-3'-karboylamino)-2-metylbenzol, 2-oksykarbazol-3-karbonylarearylaminer, som 1-(2-oksykarbazol-3'-karboylamino)-4-klorbenzol, 5-oksy-1,2,1',2'-benzokarbazol-4-karbonylarearylaminer, som 1-(5'-oksy-1',2',1",2"-benzokarbazol-4'-karboylamino)-4-metoksybenzol eller 1-(5'-oksy-1',2',1",2"-benzokarbazol-4'-karboylamino)-2-metyl-4-metoksybenzol, videre tereftaloyl-bis-eddiksyrearylaminer, som tereftaloyl-bis-(1-acetylamino-2,4-dimetoksy-5-klorbenzol) eller tereftaloyl-bis-(1-acetylamino-2-metoksy-4-klor-5-metylbenzol).

Som diazoamino- resp. tetraazoaminoforbindelser anvendes spesielt slike fra aromatiske mono- eller diaminer, eksempelvis av mono- eller dikloraniliner, toluidiner, klortoluidiner, kloranisidiner, xylidiner, fenetidiner, nitraniliner, nitrotoluidiner, nitroanisidiner, nitrooksyldidiner, nitrofenetidiner, cyantoluidiner, cyananisidiner, aminobenzolsulfonsyreaminer, aminofenylalkylsulfoner, aminobenzolkarbonylareaminer, aminodifenyleter, mono-acylerte fenylendiaminer, aminoazobenzoler, benzidin, dianisidin eller toolidin, såvel som av heterocykliske aminer, f.eks. aminokarbazoler. Deres fremstilling kan eksempelvis foregå ifølge den fremgangsmåte som er angitt i tysk patent nr. 614.198.

Som fukte- eller dispergeringsmidler kommer det i betraktning de i isfarveteknikken vanlige forbindelser, eksempelvis kondensasjonsprodukter av høyermolekylære fettsyrer og eggehvite-nedbrytningsprodukter, kondensasjonsprodukter av høyermolekylære fettsyrer og aminoalkylsulfonsyrer, kondensasjonsprodukter av formaldehyd med naftalensulfonsyrer, eller rønsset sulfitcellulose-avlut.

Fremgangsmåten lar seg gjennomføre på tekstilmaterialer av naturlig eller regenerert cellulose, cyanetylert cellulose, ull, natursilke, regenererte eggehvitefibre eller på blandinger av naturlige eller regenerert cellulose med blandingspolymerisater av akrylnitril, vinylidenklorid og N-vinylpyrrolidon.

Fremgangsmåten er i forhold til den vanlige farvefremgangsmåte med isfarver en vesentlig forenkling. Ved den kjente farvefremgangsmåte blir etter impregneringen med azokomponenter vanligvis farvebadet tappet, varen slynget, avsuget og mellomspylt og farvestoffet fremkalt i et annet bad med en diazoniumforbindelse.

119985

I forhold til dette forener foreliggende fremgangsmåte grunningen og fremkallingen i ett bad og etter den til azokomponentenes fiksering nødvendige tid foregår koplingen uten noen mellomkoplet operasjon, således at det oppnås en vesentlig arbeidstid-forkortning.

Fra det tyske patent nr. 624.765 er det kjent at diazoaminoforbindelser av diazoterte aromatiske aminer og cyanamid kan anvendes til fremstilling av azofarvestoffer på fibre, idet man blander slike diazoaminoforbindelser med azokomponenter, påtrykker de dannede blandinger og fremkaller farvestoffer ved hjelp av en syrebehandling. Av dette patent lar det seg imidlertid ikke utlede at slike blandinger også kan anvendes til farving av fibre i alle forbehandlingstilstander også i viklelegemer uten mellomtørkning av varen.

Fra det tyske patent nr. 1.057.061 er det videre kjent at man kan frembringe vannoppløselige azofarvestoffer på plante-fibre, idet man behandler disse fibre i lange badforhold i et bad som inneholder en azokomponent og en diazo- eller tetraazoamino-forbindelse uten oppløseliggjørende grupper og deretter fremkaller azofarvestoffene ved behandling i et surt bad.

I forhold til denne fremgangsmåte utmerker fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen seg som gjennomføres under anvendelse av substantive azokomponenter og diazoamino- eller tetraazoamino-forbindelser av diazoterte aromatiske mono- eller diaminer og cyanamid ved at farvestoffets fremkalling kan foretas ved lavere temperaturer og en økning av temperaturen etter syretilsetningen er ikke nødvendig. En ytterligere fordel ved foreliggende fremgangsmåte består i at diazoamino- resp. tetraazoamino-forbindelsene med cyanamid som stabilisator foreligger i alkalisk bad som oppløste alkalialter og derved foregår en fullstendig gjennomtrengning av farvegodset, som fører til en fullstendig kopling, mens ved anvendelsen av vannoppløselige diazoamino-forbindelser avleires disse på overflaten av farvegodset, idet det kan komme til en manglende gjennomfarvning. En tilbakekopling av diazoamino-forbindelsene med cyanamid kan ikke foregå da det ved spaltningen ved siden av diazoniumforbindelsen dannes nøytralsalter og urinstoffer. På denne måte oppnås en fullstendig utnyttelse av de anvendte farvestoffkomponenter.

Eksempel 1.

En krysspole med 500 g bomullsgarn behandles på et farveapparat med ca. 6 liters innhold i 30 minutter med en 20°C varm oppløsning (sirkulasjon innenifra og utad), som inneholder 8,1 g

119985

av diazoniumforbindelsen av diazotert 1-amino-2,5-diklorbenzol og cyanamidnatrium såvel som 3 g av natriumsaltet av etylendiamintetraeddisyre i ca. 5,8 l vann, idet det inntrer utluftning fra spolens indre. Deretter tilsetter man etter hverandre 24 g av et dispergeringsmiddel som inneholder 16% av et kondensasjonsprodukt av partielt avbygget kasein og palmekjernefettsyrer såvel som 8% av et kondensasjonsprodukt av α -etylheksylklorkullsyreester og α -etylheksyltaurin-natrium, samt tilsetter 42 cm³ natronlut av 38°Be, idet de siste luftinneslutninger i spolen forsvinner. Ved en farvebad-sirkulasjon utenifra og innad innsluses nå en oppløsning av 7,5 g 1-(5'-oksy-1',2',1",2"-benzokarbazol-4'-karboylamino)-4-metoksybenzol i en blanding av 30 cm³ denaturert etylalkohol, 4,25 cm natronlut av 38°Be, 15 cm³ vann av 70°C og 7,5 cm³ 30%-ig formaldehydoppløsning og viderebehandles etter veksling av farvebadretningen ca. 30 minutter under omkopling av farvebadretningen i en rytme på 2 minutter/4 minutter ved 20°C. Deretter tilsetter man 120 g natriumklorid og viderebehandler i 20 minutter. I tilknytning innsluser man 6 cm³ av et innvirkningsprodukt av ca. 20 mol etylenoksyd på kresylkamfan, 51,3 cm³ saltsyre av 20°Be og 48 cm³ 50%-ig eddisyre, idet det innstiller seg en pH-verdi på 4,4 - 4,6 og koplingen starter.

Etter ca. 30 minutter tapper man badet, spyler omhyggelig og såper i 15 minutter ved 60°C med 16,5 g av en blanding av 63% perkloretylen, 17% av et innvirkningsprodukt av ca. 10 mol etylenoksyd på 1 mol nonylfenol og 20% isopropylalkohol og 13 g av en 25%-ig oppløsning av nitrilotrieddiksurt natrium i 6 liter vann, tapper, spyler, såper 15 minutter ved koketemperatur med 13 g av et innvirkningsprodukt av ca. 10 mol etylenoksyd på 1 mol nonylfenol og 13 g av en 25%-ig oppløsning av nitrilotrieddiksurt natrium i 6 liter vann, spyler og tørker. Man får en meget god friksjonsekte, mørkefiolett farve.

Anvender man i stedet for 8,1 g av diazoaminoforbindelsen av diazotert 1-amino-2,5-diklorbenzol og cyanamidnatrium, 8,7 g av diazoaminoforbindelsen av diazotert 1-amino-2,5-diklorbenzol og cyanamidkalium, så får man likeledes en friksjonsekte mørkefiolett farving.

I forhold til en normal farving under grunning med azo-komponentene, mellomspyling og fremkalling med et diazotert amin oppnås en vesentlig tidsbesparelse.

119985Eksempel 2.

På samme måte som i eksempel 1 utluftes en krysspole med 500 g bomullsgarn i et farveapparat av 6 liters opptagsevne med oppløsningen av 9,6 g av diazoniumforbindelsen av diazotert 1-amino-2-metoksy-5-klorbenzol og cyanamidnatrium og 6 g etylendiamintetraeddiksurt natrium i 6 liter vann ved 20°C. Deretter innsluses 24 g av et dispergeringsmiddel, som inneholder 16% av et kondensasjonsprodukt av partielt avbygget kasein og palmekjernefettsyre såvel som 8% av et kondensasjonsprodukt av α -etylheksylklorkullsyreester og α -etylheksyltaurin-natrium, samt 42 cm³ natronlut av 38°Be og deretter tilsettes en oppløsning av 9 g 2-(2',3'-oksynaftoylamino)-3-metoksy-difenylenoksyd i en blanding av 20 cm³ denaturert etylalkohol, 45 cm³ natronlut av 38°Be og 9 cm³ varmt vann. Deretter farves det i 30 minutter under veksling av farvebadretningen, 120 g natriumklorid tilsettes og viderebehandles i 20 minutter ved 20°C. Deretter tilsetter man 6 cm³ av et innvirkningsprodukt av ca. 20 mol etylenoksyd på kresylkamfan, 51,3 cm³ saltsyre av 20°Be og 36 cm³ eddiksyre 50%-ig, idet pH-verdien senkes til ca. 4,5 og kopling inntreffer. Etter ytterligere 20 minutter etterbehandles det som beskrevet i eksempel 1, spyles og tørkes. Man får en slitasjefast mørkere farving.

Anvender man i ovennevnte eksempel i stedet for 9,6 g av diazoaminoforbindelsene av diazoterte 1-amino-2-metoksy-5-klorbenzol og cyanamidnatrium 9,6 g av diazoaminoforbindelsen av diazotert 1-amino-2-metyl-4-klorbenzol og cyanamid-natrium, så får man en friksjonsekte gulaktig rødfarving.

Eksempel 3.

Bomullsgarn behandles i et farvebadforhold 1:20 ved 20°C i en vandig oppløsning, som pr. liter inneholder 1,1 g 2-(2',3'-oksynaftoylamino)-3-metoksy-difenylenoksyd, 3 g av et dispergeringsmiddel, som inneholder 16% av et kondensasjonsprodukt av partielt avbygget kasein og palmekjernefettsyre, såvel som 8% av et kondensasjonsprodukt av α -etylheksylklorkullsyreester og α -etylheksyltaurin-natrium, videre 5 cm³ natronlut av 38°Be, 20 g natriumklorid og 1,62 g av diazoaminoforbindelsen av diazotert 1-amino-2-metoksybenzol-5-sulfonsyre-n-butylamid og cyanamidnatrium. Etter 30 minutter tilsetter man pr. liter 5,5 cm³ saltsyre av 20°Be og 3 cm eddiksyre 50%-ig og behandler videre ved 30 minutter ved en pH-verdi på ca. 5,5. Deretter spyles det, såpes som vanlig ved 60°C og ved koketemperatur med 2 g av et innvirkningsprodukt og ca. 10 mol etylenoksyd på 1 mol nonylfenol og 0,4 g nitrilo-trieddiksurt natrium pr. liter vann,

119985

spyles og tørkes. Man får en kraftig rødfarve.

Anvender man i ovennevnte eksempel i stedet for 1,62 g av diazoaminoforbindelsen av diazotert 1-amino-2-metoksybenzol-5-sulfonsyre-n-butylamid og cyanamidnatrium, 1,4 g av diazoamino-forbindelsen av diazotert 1-amino-2-metoksy-5-etylsulfonylbenzol og cyanamidnatrium og fremkaller ved en pH-verdi på ca. 5, så får man likeledes en kraftig rødfarving.

Ved anvendelse av 1,7 g av diazoaminoforbindelsen av diazotert 1-amino-2-metoksybenzol-5-sulfonsyre-n-butylamid og cyanamidkalium i stedet for 1,62 g av diazoaminoforbindelsen av diazotert 1-amino-2-metoksybenzol-5-sulfonsyre-n-butylamid og cyanamidnatrium, får man likeledes en kraftig rødfarve.

Eksempel 4.

Bomullsgarn behandles i badforhold 1:20 ved 20°C i en vandig oppløsning som pr. liter inneholder 1,1 g 2-(2',3'-oksy-naftoylamino)-3-metoksy-difenylenoksyd, 3 g av et dispergeringsmiddel, som inneholder 16% av et kondensasjonsprodukt av partielt avbygget kasein og palmekjernefettsyre, såvel som 8% av et kondensasjonsprodukt av α -etylheksyl-klorkullsreester og α -etylheksyltaurinnatrium, videre 5 cm³ natronlut av 38°Be, 20 g natriumklorid og 1,16 g av diazoaminoforbindelsene av diazoterte 1-amino-2-metyl-5-klorbenzol og cyanamidnatrium. Etter ca. 30 minutter tilsetter man pr. liter 5,5 cm³ saltsyre av 20°Be og 5 cm³ eddiksyre 50%-ig og behandler videre ved en pH-verdi på 4 - 4,5 i 30 minutter. Deretter spyles det, såpes ved 60°C og koketemperatur hver gang 15 minutter med 2 g av et innvirkningsprodukt av ca. 10 mol etylenoksyd på 1 mol nonylfenol og 0,4 g nitrilotrieddiksurat natrium pr. liter vann, spyles og tørkes. Man får en kraftig rødfarge.

Anvender man i ovennevnte eksempel istedenfor diazoaminoforbindelsen av diazoterte 1-amino-2-metyl-5-klorbenzol og cyanamidnatrium 1,04 g av diazoaminoforbindelsen av diazotert 1-amino-2-metyl-3-klorbenzol og cyanamidnatrium, så får man en brunrød farving.

Eksempel 5.

En krysspole med 500 g bomullsgarn blir for utluftning behandlet i badforhold 1:12 ved 20°C med den vandige oppløsning av 5 g av diazoaminoforbindelsen av diazotert 1-amino-2-metoksybenzol-5-karbonsyreamid og cyanamidnatrium, 3 g etylendiamineddiksurat natrium, 24 g av et dispergeringsmiddel, som inneholder 16% av et kondensasjonsprodukt av partielt avbygget kasein og palmekjernefettsyre

såvel som 8% av et kondensasjonsprodukt av α -etylheksyl-klorkullsyreester og α -etylheksyltaurin-natrium, samt 120 g natriumklorid under sirkulasjon innenifra og utad. Deretter tilsetter man 42 cm³ natronlut av 38°Be og etter omkopling av badsirkulasjonen 13,5 g 1-(2',3'-oksynaftoylamino)-2,5-dimetoksy-4-klorbenzol, oppløst i 27 cm³ denaturert etylalkohol, 5,4 cm natronlut av 38°Be, 13,5 cm³ varmt vann og 13,5 cm³ 30%-ig formaldehydoppløsning. Etter ca. 20 minutter tilsetter man litt etter litt 120 g natriumklorid og deretter 6 cm³ av et innvirkningsprodukt av ca. 20 mol etylenoksyd og kresylkamfan. Etter ytterligere 15 minutter surgjør man badet ved tilsetning av 52,8 cm³ saltsyre av 20°Be og 24 cm³ eddiksyre 50%-ig og behandler i 30 minutter ved 20°C og en pH-verdi på ca. 5,4. Deretter spyles det, såpes ved 60°C i 15 minutter med 16,5 g av en blanding av 63% perkloretylen, 17% av et innvirkningsprodukt av ca. 10 mol etylenoksyd på 1 mol nonylfenol og 20% isopropylalkohol og 3 g nitrilotrieddiksurat natrium i 6 liter vann, spyles, såpes, kokende med 12 g av et innvirkningsprodukt av ca. 10 mol etylenoksyd og 1 mol nonylfenol, 1,5 g nitrilotrieddiksyre natrium og 6 g soda i 6 liter vann i 15 minutter, spyles og tørkes. Man får en lysende rødfarve med god friksjonsekthet.

Eksempel 6.

En krysspole med 500 g bomullsgarn behandles i badforhold 1:12 ved 20°C med den vandige oppløsning av 13,6 g av diazaminoforbindelsen av diazotert 1-amino-2-metyl-3-klorbenzol og cyanamidnatrium, 3 g av natriumsaltet av etylendiamintetraeddiksyre, 60 g natriumklorid og 24 g av et dispergeringsmiddel, som inneholder 16% av et kondensasjonsprodukt av partielt avbygget kasein og palme-kjernefettsyre såvel som 8% av et kondensasjonsprodukt av α -etylheksyl-klorkullsyreester og α -etylheksyltaurin-natrium. Etter ca. 30 minutters sirkulasjon innenifra og utad tilsetter man 42 cm³ natronlut av 38°Be. Etter noen minutter innsluser man en oppløsning av 12 g 2-(2',3'-oksynaftoylamino)-naftalin i 24 cm³ denaturert etylalkohol, 4,8 cm natronlut av 38°Be, 12 cm³ varmt vann og 12 cm³ 30%-ig formaldehydoppløsning. Deretter lar man under veksling av sirkulasjonsretningen videreleper i 20 minutter ved 20°C tilsettes 60 g natriumklorid og behandler videre i 15 minutter. Deretter lar man det tilrenne 6 cm³ av et innvirkningsprodukt av 20 mol etylenoksyd på kresylkamfan, 51 cm³ saltsyre av 20°Be og 36 cm³ eddiksyre 50%-ig. Ved en pH som innstiller seg ved ca. 5 behandler man ved ca. 20°C videre i 30 minutter, spyle, såper i 15 minutter ved 60°C

119985

med 16,5 g av en blanding av 63% perkloretylen, 17% av innvirkningsproduktet av ca. 10 mol etylenoksyd på 1 mol nonylfenol og 20% isopropylalkohol og 3 g nitrilo-trieddiksyre natrium i 6 liter vann og deretter 20 minutter ved koketemperatur med 12 g av et innvirkningsprodukt av ca. 10 mol etylenoksyd på 1 mol nonylfenol og 1,5 g nitrilotrieddiksurt natrium i 6 liter vann, spyler og tørker.

Man får en skarlagensrød farving med meget god friksjonsekthet.

Anvender man i stedet for 13,6 g av diazoaminoforbindelsen av diazotert 1-amino-2-metyl-3-klorbenzol og cyanamidnatrium 14,7 g av diazoaminoforbindelsen av diazotert 1-amino-2-metyl-3-klorbenzol og cyanamidkalium, så får man likeledes en friksjonsekte gulfarving.

Eksempel 7.

En krysspole med 500 g bomullsgarn behandles på et farveapparat med 6 liters innhold i 15 minutter under sirkulasjon innenifra og utad med en 20°C varm oppløsning som inneholder 9,8 g av diazoaminoforbindelsen av diazotert 1-amino-2,5-diklorbenzol og cyanamidnatrium og 6 g etylendiamintetraeddiksurt natrium. Deretter tilsetter man etter hverandre 24 g av et dispergeringsmiddel, som inneholder 16% av et kondensasjonsprodukt av partielt avbygget kasein og palmekjerneolje, såvel som 8% av et kondensasjonsprodukt av α -etylheksylklorkullsyreester og α -etylheksyltaurinnatrium, og 42 cm³ natronlut av 38°Be. Etter fullstendig utlufting av spolen lar man sirkulasjonen løpe med vekslende badretning, tilsetter 9,6 g tereftaloyl-bis-(1-acetylamino-2,4-dimetoksy-5-klorbenzol), oppløst i 48 cm³ denaturert etylalkohol, 10,8 cm³ natronlut av 38°Be og 96 cm³ vann porsjonsvis til og blander blandingen etter noen tid med 60 g natriumklorid. Deretter tilsetter man 6 cm³ av et innvirkningsprodukt av ca. 20 mol etylenoksyd på kresylkamfan og en blanding av 56 cm³ saltsyre av 20°Be og 48 cm³ eddiksyre 50%-ig. Etter ca. 20 minutters kopling ved pH 4,2 tapper man badet, spyler omhyggelig, såper i 15 minutter ved 60°C med en oppløsning av 16,5 g av en blanding av 63% perkloretylen, 17% av et innvirkningsprodukt av ca. 10 mol etylenoksyd på 1 mol nonylfenol og 20% isopropylalkohol og 12 g av en 25%-ig oppløsning av nitrilotrieddiksurt natrium i 6 liter vann, spyler og såper med 12 g av et innvirkningsprodukt av ca. 10 mol etylenoksyd på 1 mol nonylfenol, 12 g kalsinert soda og 4 g hydro-sulfit i 6 liter vann, idet man går inn ved 50 - 60°C, oppvarmer til koketemperatur og overholder denne i ca. 10 minutter. Deretter spyles varmt og kaldt og tørkes. Man får en friksjonsekte gulfarving.

Eksempel 8.

En krysspole med 500 g bomullsgarn behandles på et farveapparat med 6 liters innhold under sirkulasjon innenifra og utad med en 20°C varm oppløsning som inneholder 8,4 g av diazoaminoforbindelsen av diazotert 1-amino-2-metoksy-5-nitrobenzol og cyanamidnatrium og 6 g etylendiamintetraeddiksurt natrium. Etter ca. 15 minutter tilsetter man 24 g av et dispergeringsmiddel, som inneholder 16% av et kondensasjonsprodukt av partielt avbygget kasein og palme-kjernefettsyre såvel som 8% av et kondensasjonsprodukt av α -etylheksylklorkullsyreester og α -etylheksyltaurin-natrium, og etter fullstendig utluftning av spolen tilsettes 42 cm³ natronlut av 38°Be. Deretter farver man med vekslende retning av badsirkulasjonen, tilsetter en oppløsning av 7,5 g 4,4'-bis-(2"-oksykarbazol-3"-karboylamino)-3,3'-dimetoksy-difenyl i en blanding av 45 cm³ etylenglykol, 4 cm³ natronlut av 38°Be og 14 cm³ vann, tilsetter etter ca. 15 minutter 60 g natriumklorid og lar det videre sirkulere i 15 minutter. Deretter tilsetter man 6 g av et innvirkningsprodukt av ca. 20 mol etylenoksyd på kresylkamfan og deretter en blanding av 50 cm³ saltsyre av 20°Be og 48 cm³ eddiksyre 50%-ig og kopler i ca. 20 minutter ved pH 4,2. Deretter spyler man, behandler med 16,5 g av en blanding av 63% perkloretylen, 17% av et innvirkningsprodukt av ca. 10 mol etylenoksyd på 1 mol nonylfenol og 20% isopropylalkohol og 12 g av en 25%-ig oppløsning av nitrilotrieddiksurt natrium ved 6 liter vann i 15 minutter ved 60°C, spyler varmt og behandler 15 minutter kokende med 12 g av et innvirkningsprodukt av ca. 10 mol etylenoksyd på 1 mol nonylfenol og 12 g av en 25%-ig oppløsning av nitrilotrieddiksurt natrium i 6 liter vann, spyler og tørker. Man får en gulbrun farving av meget god friksjonsekthet.

Eksempel 9.

En krysspole med 500 g bomull behandles på et farveapparat med 6 liters innhold ved sirkulasjon innenifra og utad ved 20°C i et bad som inneholder 10,8 g av diazoaminoforbindelsen av diazotert 1-amino-2-metoksy-5-nitrobenzol og cyanamidnatrium, 60 g natriumklorid og 6 g etylendiamintetraeddiksurt natrium. Etter 15 minutter tilsetter man til videre utluftning av spolen 24 g av et dispergeringsmiddel som inneholder 16% av et kondensasjonsprodukt av partielt avbygget kasein og palmekjernefettsyre, såvel som 8% av et kondensasjonsprodukt av α -etylheksyl-klorkullsyreester og α -etylheksyltaurin-natrium, og lar det videre sirkulere uten oppvarming i 15 minutter. Etter tilsetning av 42 cm³ natronlut av 38°Be innsluser

119985

man ved retningsveksel av sirkulasjonen en oppløsning av 9,6 g 2-(2',3'-oksynaftoylamino)-naftalin i 19,2 cm³ denaturert etylalkohol, 4 cm³ natronlut av 38°Be, 9,6 cm³ 50°C varmt vann og 9,6 cm³ formaldehyd 30%-ig og behandler videre under rytmisk veksling av badets strømrøtning i 15 minutter, tilsetter 60 g natriumklorid og etter ca. 15 minutter en oppløsning av 6 g av et kondensasjonsprodukt av oljesyre og metyltaurin og kopler ved tilsetning av en blanding av 50 cm³ saltsyre av 20°Be og 48 cm³ eddiksyre 50%-ig ved en pH-verdi på 4,2 - 4,4. I løpet av ca. 30 minutter øker temperaturen til ca. 30°C. Man tapper, spyler og behandler i ca. 15 minutter ved 60°C med 16,5 g av en blanding av 63% perkloretylen, 17% av et innvirkningsprodukt av ca. 10 mol etylenoksyd på 1 mol nonylfenol og 20% isopropylalkohol, og 12 g av en 25%-ig oppløsning av nitrilotrieddiksurt natrium i 6 liter vann, spyler varmt og behandler i ca. 15 minutter ved koke-temperatur med 12 g av et innvirkningsprodukt av ca. 10 mol etylenoksyd på 1 mol nonylfenol, 6 g kalsinert soda og 12 g av en 25%-ig oppløsning av nitrilotrieddiksurt natrium i 6 liter vann, spyler grundig varmt og kaldt og tørker. Man får en rødfarving med god friksjonsekthet.

Eksempel 10.

Bomullsfrottevevna (ca. 100 kg) forfuktes grundig på en haspelkufe med ca. 1600 liters innhold med et fuktemiddel under sodatilsetning og spyles. Haspelkufen fylles da med en oppløsning, som i 100 liter vann inneholder 3,6 kg av diazoaminoforbindelsen av diazotert 1-amino-2-metoksy-4-nitrobenzol og cyanamidnatrium, 0,85 kg av et kondensasjonsprodukt av oljesyre og metyltaurin og 2,8 kg natriumsulfat. Videre tilsettes 6 liter 50%-ig natronlut, 15,8 kg natriumsulfat, 3,25 kg 1-(5'-oksy-1',2',1'',2''-benzokarbazol-4'-karboylamino)-4-metoksybenzol, oppløst i 13 liter denaturert etylalkohol, 1,63 liter 50%-ig natronlut, 6,5 liter denaturert etylalkohol, 1,63 liter 50%-ig natronlut, 6,5 liter vann og 60°C og 3,24 liter 30%-ig formaldehydoppløsning. Man behandler i ca. 1 time ved 30°C, tilsetter i løpet av 5 minutter 17,8 liter 60%-ig eddiksyre og viderebehandler ved en pH-verdi på 5,7 i 40 minutter. Deretter tapper man, spyler grundig og såper hver gang 20 minutter ved 60°C og ved koketemperaturer med 4,8 kg marseiller-såpe, 0,8 kg nitrilotrieddiksurt natrium og 0,8 kg av et kondensasjonsprodukt av oljesyre og metyltaurin i 1600 liter vann, spyler og tørker. Man får en egal, friksjonsekte sortfarving.

119985Eksempel 11.

1 kg natursilke behandles i badforhold 1:20 ved 25°C i en vandig oppløsning, som pr. liter inneholder 1,5 g 2-(2',3'-oksy-naftoylamino)-naftalin, 2,1 g av diazoaminoforbindelsen av diazotert 1-amino-2-metyl-3-klorbenzol og cyanamidnatrium, 0,5 g av et kondensasjonsprodukt av oljesyre og 'N-metyltaurin, 2 g av et dispergeringsmiddel som inneholder 16% av et kondensasjonsprodukt av partielt avbygget kasein og palmekjernefettsyre såvel som 8% av et kondensasjonsprodukt av α -etylheksylklorkullsyreestere og α -etylheksyltaurinnatrium, 1,6 g natriumhydroksyd og 23 g natriumklorid. Etter ca. 1 time tilsetter man porsjonsvis 8,1 cm³ 50%-ig eddiksyre og behandler videre ved en pH-verdi på ca. 5 til 5,5 1/2 time. Deretter spyler man grundig i 15 minutter ved 60°C med 1 g av et kondensasjonsprodukt av oljesyre og metyltaurin pr. liter vann, seper kokende i ca. 15 minutter med 5 g såpe og 0,5 g nitrilotrieddiksurat natrium pr. liter vann, spyler og tørker. Man får en livlig skarlagensvarvning. På samme måte lar ull seg farve. I dette tilfelle foretas etterbehandlingen med 1 g av et kondensasjonsprodukt av oljesyre og metyltaurin og 0,5 g nitrilotrieddiksurat natrium pr. liter vann ved 60°C for å unngå en beskadigelse av ullfibrene.

Eksempel 12.

En krysspole med 500 g bomullsgarn forfuktes godt på et farveapparat og behandles ved ca. 30°C i et bad som ble tilberedt på følgende måte:

- a) 18g av diazoaminoforbindelsen av diazotert 1-amino-2-metoksy-4-nitrobenzol og cyanamidnatrium oppløses i ca. 500 cm³ vann av 50°C.
- b) 16,5 g 1-(5'-oksy-1',2',1'',2''-benzokarbazol-4'-karboylamino)-4-metoksybenzol oppløses i 66 cm³ denaturert etylalkohol, 8,25 cm³ natronlut av 38°Be, 16,5 cm³ 33%-ig formaldehydoppløsning og 13 cm³ vann.

Oppløsningene a og b innfører man etterhverandre i et ca. 27°C varmt bad, som inneholder 29,5 cm³ natronlut av 38°Be, 50,4 g trinatriumfosfat og 6,5 g av et kondensasjonsprodukt av oljesyre og metyltaurin i ca. 5400 cm³ vann. Etter ca. 3/4 time tilfører man i løpet av ca. 3 minutter 100 cm³ 50%-ig eddiksyre. Det innstiller seg en pH-verdi på ca. 5,8. Man viderebehandler 1/2 time, spyler grundig og såper 15 minutter ved 60°C og ved 95°C med 12 g av et kondensasjonsprodukt av oljesyre og metyltaurin og 3 g nitrilotrieddiksurat natrium pr. liter vann, spyler og tørker. Man får en dyp

119985

sortfarving med meget god friksjonsekthet.

Eksempel 13.

1 kg bomullstreng behandles ved 30°C i et bad som fremstilles på følgende måte:

a) 24 g 1-(6'-metoksy-2',3'-oksynaftoylamino)-2,5-dimetoksy-4-klorbenzol oppløses i 48 cm³ denaturert etylalkohol, 12 cm³ natronlut av 38°Be og 48 cm³ vann av 60°C - 70°C.

b) 36 g av diazoaminoforbindelsen av diazotert 1-amino-2-metyl-4-nitrobenzol og cyanamidnatrium oppløses i 900 cm³ vann av 70°C.

Oppløsningene a og b innføres i et bad som i 19 liter vann inneholder 20 g av et kondensasjonsprodukt av oljesyre og metyltaurin, 148 cm³ natronlut av 38°Be, 600 g natriumklorid og 10 g etylendiamintetraeddiksurat natrium. Etter 3/4 time tilsetter man i løpet av 3-5 minutter 97 cm³ 50%-ig eddiksyre og 138 cm³ saltsyre av 20°Be og viderebehandler i ca. 1/2 time ved en pH-verdi på ca. 4,8. Deretter spyler man grundig ved 30 - 40°C og deretter kaldt, behandler hver gang 15 minutter ved 60°C og ved koketemperatur i bad, som i 20 liter vann inneholder 40 g av et kondensasjonsprodukt av oljesyre og metyltaurin, 5 g nitrilotrieddiksurat natrium og 20 natriumkarbonat, spyler og tørker. Man får en rødfiolett farving av meget god ekthets-egenskaper.

Anvender man i stedet for 36 g av diazoaminoforbindelsen av diazotert 1-amino-2-metyl-4-nitrobenzol og cyanamidnatrium 38,5 g av diazoaminoforbindelsen av 1-amino-2-metyl-4-nitrobenzol og cyanamidkalium, så får man likeledes en rødfiolett farve med meget gode ekthetsegenskaper.

Eksempel 14.

1 kg av et blandingsfibergarn av 50 deler bomull og 50 deler av et blandingspolymerisat av akrylnitril, vinylidendiklorid og N-vinyl-2-pyrrolidon behandles ved 30°C i badforhold 1:20 i en vandig oppløsning som pr. liter inneholder 1,6 g 2-(2',3'-oksynaftoylamino)-naftalin, 2,2 g av diazoamino-forbindelsen av diazotert 1-amino-2-metyl-5-klorbenzol og cyanamidnatrium, 0,5 g av et kondensasjonsprodukt av oljesyre og N-metyltaurin, 1,6 g natriumhydroksyd og 33 g natriumklorid. Man behandler i 1 time og tilsetter deretter i løpet av 3-5 minutter 7 cm³ 50%-ig eddiksyre. Man behandler en halvtime ved en pH-verdi på ca. 5,5, spyler grundig i varmt og kaldt, og såper kokende 1/2 time med 2 g av et kondensasjonsprodukt av oljesyre og metyltaurin og 0,5 g nitrilotrieddiksurat natrium pr. liter vann, spyler varmt og kaldt og tørker. Man får en rødfarve med meget god

119985

dekning av begge fibre.

Eksempel 15.

1 kg viskosecellull behandles i badforhold 1:20 ved 30°C i et bad som er fremstilt på følgende måte:

- a) 1,25 g 1-(5'-oksy-1',2',1",2"-benzokarbazol-4'-karboylamino)-4-metoksybenzol oppløses i 5 cm³ denaturert etylalkohol, 0,63 cm³ natronlut av 38°Be, 2,5 cm³ vann 60°C og 1,25 cm³ 30%-ig formaldehydoppløsning.
- b) 1,8 g av diazoaminoforbindelsen av diazotert 1-amino-2-metoksy-4-nitrobenzol og cyanamidnatrium oppløses i 80 cm³ vann av 50°C.

Oppløsningene a og b innrøres i en oppløsning av 1 g av et kondensasjonsprodukt av oljesyre og metyltaurin, 3 cm³ natronlut av 38°Be og 20 g natriumklorid i 920 cm³ vann av 30°C. Etter 1/2 times behandling tilsetter man langsomt 8 cm³ 50%-ig eddiksyre og behandler videre ved en pH-verdi på ca. 5,5 i 1/2 time. Deretter spyler man lunkent og kaldt og såper hver gang 15 minutter ved 60°C og ved koke-temperatur med 1 g av et kondensasjonsprodukt av oljesyre og metyltaurin og 0,5 g nitrilotrieddiksurt natrium pr. liter vann, spyler og tørker. Man får en ekte sortfarving.

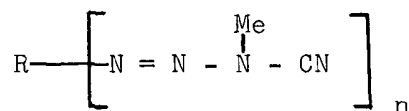
Den følgende tabell inneholder et antall ytterligere ifølge oppfinnelsen anvendbare diazoaminoforbindelser såvel som farvetonen av de under anvendelse av 1,1 g/l 2-(2',3'-oksynaftoylamino)-3-metoksy-difenylenoksyd som azokomponent på cellulosefibre dannede azofarvestoffer.

119985

Diazoaminoforbindelse av cyanamidnatrium og diazotert	g/l	Bad- for- hold	pH-verdi under kop- ling	Farvetone
1-amino-2-fenoksy-5- klorbenzol	1,49	1:20	4,5	Rød
1-amino-2-klorbenzol	1,02	1:20	4,5	Brunlig rød
1-amino-2-trifluor- metyl-4-klorbenzol	1,35	1:20	3,5	Brunlig rød
1-amino-2-nitrobenzol	1,08	1:20	4	Rødbrun
1-amino-2-metoksy- benzol-5-sulfonsyre- dietylamid	1,68	1:20	5	Rød
1-amino-2-metylbenzol- 5-sulfonsyre-dimetylamid	1,65	1:20	5-6	Rød
1-amino-2-(4'-klor)- fenoksy-5-klorbenzol	1,70	1:20	4,5	Rød
1-amino-2-metyl-5- nitrobenzol	1,15	1:20	4-5	Blåaktig rød
1-amino-3-nitrobenzol	1,08	1:20	4	Brunlig rød
1-amino-2-metoksy-5- nitrobenzol	1,23	1:20	4-5	Bordo

P a t e n t k r a v .

Fremgangsmåte til fremstilling av vannoppløselige azo-farvestoffer på cellulose- eller eggehvitefiberholdig tekstilmateriale i nærvær av et fukte- eller dispergeringsmiddel og eventuelt et uorganisk salt, k a r a k t e r i s e r t ved at man behandler tekstilmaterialet i et alkalisk bad som inneholder en azokomponent og en vannoppløselig diazoamino- eller tetraazoaminoforbindelse med formel



hvor R betyr resten av et aromatisk eller heterocyklisk amin, Me betyr et alkali- eller jordalkalimetall, og n betyr 1 eller 2, og at man deretter tilveiebringer farvestoffdannelsen ved behandling med sure midler i samme bad under 40°C uten forutgående mellomtørking.

Anførte publikasjoner:

Britisk patent nr. 730.653
Tysk utl. skrift nr. 1.057.061
U.S. patent nr. 2.054.397, 2.078.388