

URZĄD PATENTOWY

D 06 p 3/62



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 25322.

Kl. 8 m, 1/04.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Sposób farbowania bawełny i innych [materiałów celulozowych.

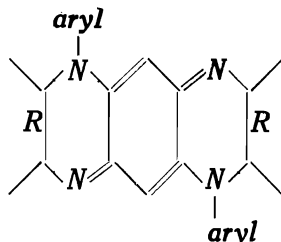
Zgłoszono 5 lutego 1935 r.

Udzielono 13 sierpnia 1937 r.

Pierwszeństwo: 10 lutego 1934 r. dla zastrz. 2 (Niemcy).

Stwierdzono, że sole potasowcowe kwasów sulfonowych fluoryndyn mają charakter barwników substatywnych. Do tych barwników należy z jednej strony zaliczyć kwasy sulfonowe fluoryndyn, znane już z literatury (porównaj np. patent niemiecki

nr 78 601), jak również i te, które można wytwarzać sposobem według patentu nr 23 089, na przykład sole potasowcowe kwasów sulfonowych dwuarylofluoryndyn o ogólnym, prawdopodobnym wzorze:



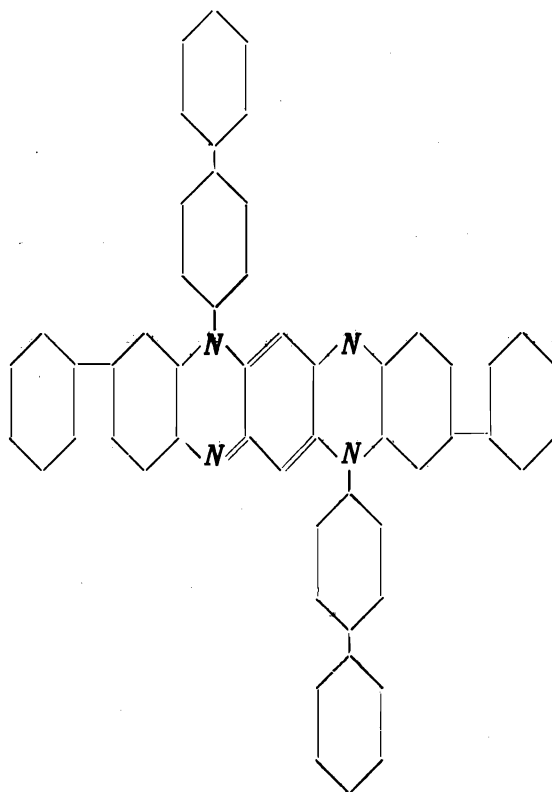
które zawierają grupy negatywne, np. grupę nitrową, CO - alkylową, CO - aryłową, karboksylową lub grupę chinonową, lub wielordzeniowe układy pierścieniowe, np.

naftalenu, dwufenylu, stylobenu, pyrenu, antracenu, ewentualnie chlorowcowane, przy czym *R* oznacza dowolne reszty aryłowe.

Przykład I. 10 części wagowych stopionego *p* - aminodwufenyłu miesza się w temperaturze 90°C, z jedną częścią wagową chlorowodoru *p* - aminodwufenyłu, a otrzymaną mieszaninę zadaje się jedną częścią wagową *p* - nitrozofenolu drobnymi dawkami utrzymując temperaturę możliwie stałą. Po jednogodzinnym działaniu studzi się mieszaninę reakcyjną do mniej więcej 70°C, a następnie dodaje 10 części wagowych alkoholu. Kryształy wydzielone odsąca się pod ciśnieniem i przemywa dokładnie wodą w celu usunięcia soli chlorowodorowej. Produkt reakcji tworzy czerwono-brunatne kryształy, które rozpuszcza-

ją się w stężonym kwasie siarkowym zabarwiając go na kolor niebieski.

Jedną część wagową otrzymanego produktu rozpuszcza się w 30 częściach wagowych nitrobenzenu, zadaje roztwór w temperaturze wrzenia 0,7 części wagowych dwutlenku ołowiu i gotuje w ciągu ½ godziny. Roztwór zabarwiony niebieskofioletowo przesącza się na gorąco, a z przesączu wydziela się przy oziębieniu fluorindyne w postaci ciemno zabarwionych kryształów, które rozpuszczają się w stężonym kwasie siarkowym zabarwiając go na niebiesko. Otrzymana fluorindyne posiada prawdopodobnie wzór następujący:



Produkt ten daje się łatwo sulfonować działaniem dymiącego kwasu siarkowego zawierającego 20% SO₃.

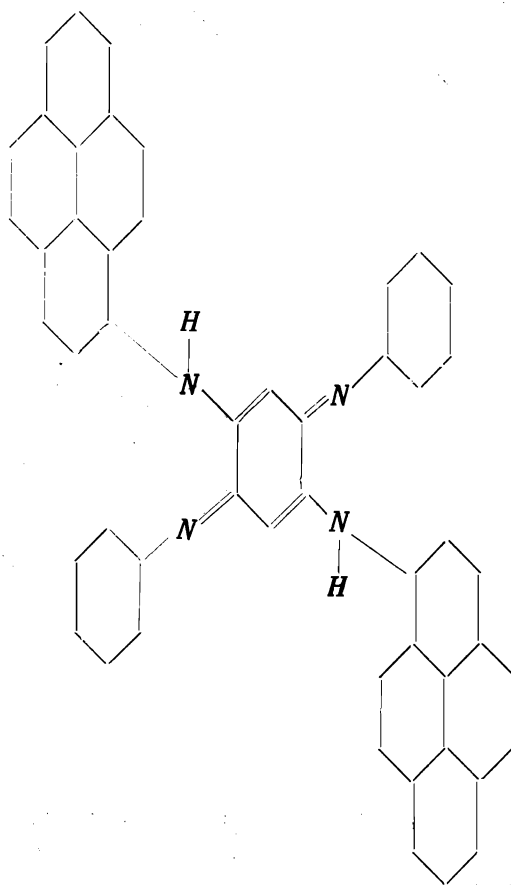
100 g materiału bawełnianego barwi się w ciągu jednej godziny w temperaturze 85° — 90°C w kąpieli 1 : 20 za pomocą

3,5 g barwnika, otrzymanego wyżej wymienionym sposobem, z dodatkiem 25% soli kuchennej i 0,2% środka zwilżającego. Otrzymuje się niebieskie zabarwienia o bardzo czystym odcieniu barwnym.

Przykład II. Zawiesinę zawierającą

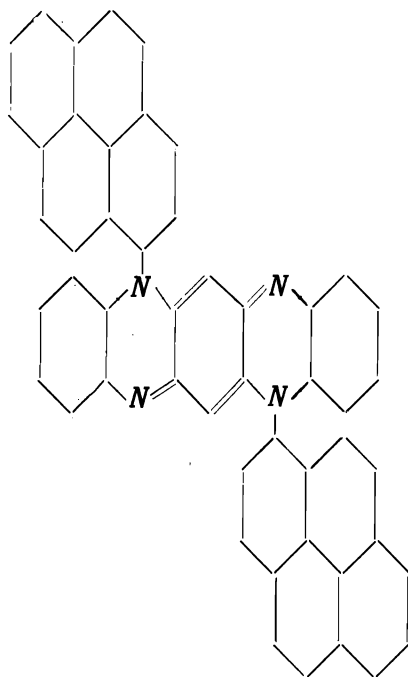
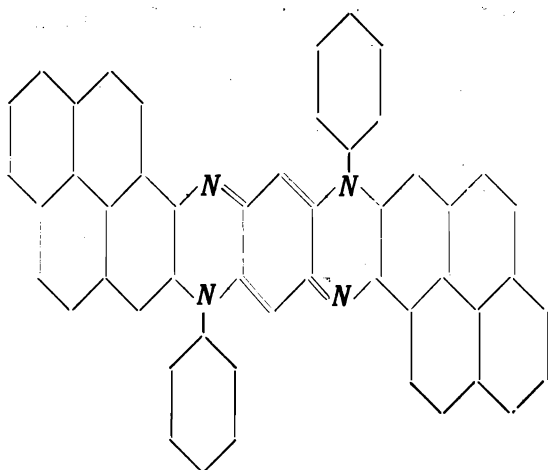
w 20 częściach wagowych lodowatego kwasu octowego 1,5 części wagowych 3-aminopyrenu o temperaturze topnienia 117°C zadaje się na zimno 3 częściami wagowymi *p*-chinonodwuaniłu i ogrzewa ciecz reakcyjną w ciągu jednej godziny do 110°C . Po ochłodzeniu do mniej więcej 70°C dodaje się 10 części wagowych alkoholu i odsącza powstały produkt reakcji. Przez wy-

gotowanie go w alkoholu wyciąga się z niego dwufenylo - *p* - fenylenodwuaminę powstającą jako produkt uboczny. Produkt reakcji tworzy czarne kryształy, które rozpuszczają się w stężonym kwasie siarkowym zabarwiając go fioletowo. Produkt ten posiada prawdopodobnie wzór następujący:



Jedną część wagową produktu otrzymanego tym sposobem rozpuszcza się w 15 częściach wagowych α -chloronaftalenu, a otrzymany roztwór zadaje się w temperaturze wrzenia 0,9 części wagowych dwutlenku ołowiu i gotuje w ciągu 30 minut. Po upływie tego czasu roztwór przybiera kolor niebieski; następnie odsącza się go od

tlenków ołowiu i wydziela z niego przez ochłodzenie fluoryndynę w postaci małych kryształów, które rozpuszczają się w stężonym kwasie siarkowym zabarwiając go na zielono. Otrzymany barwnik posiada jeden z następujących wzorów strukturalnych:



Rozpuszczając otrzymaną fluoryndynę w 100%-owym kwasie siarkowym i dodając tyle dymiącego kwasu siarkowego zawierającego 20% SO_3 , że zawartość SO_3 wyniesie 5%, łatwo przeprowadza się sulfonowanie fluoryndyny.

100 g przędzy bawełnianej barwi się w ciągu jednej godziny w temperaturze $90^\circ - 95^\circ\text{C}$ w kąpieli 1 : 20 za pomocą 4 g barwnika, otrzymanego powyższym sposobem przez sulfonowanie, z dodatkiem 15% soli kuchennej i 1,5% sody. W ten sposób

otrzymuje się zielone zabarwienia o doskonałej odporności na działanie światła.

Przykład III. 100 g przędzy wiskozowej barwi się w ciągu jednej godziny w temperaturze $85^\circ - 90^\circ\text{C}$ w kąpieli 1 : 40 za pomocą 3 g sulfonowego kwasu barwnika, stosowanego w przykładzie II, z dodatkiem 20% kalcynowanej soli glauberskiej i 2% mydła marsylskiego. Otrzymuje się również zielone zabarwienia o doskonałej odporności na działanie światła.

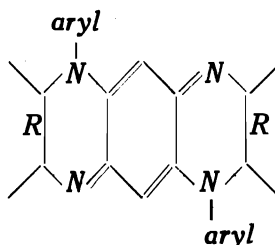
Przykład IV. 100 g merceryzowanego materiału bawełnianego barwi się w ciągu jednej godziny w temperaturze 85°—90°C w kąpeli 1 : 30 za pomocą 5 g barwnika, otrzymanego według przykładu II, jednak z zastosowaniem bardziej ostrych warunków sulfonowania, z dodatkiem 15% soli kuchennej i 1,5% sody. Otrzymuje się zabarwienia szare.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób farbowania bawełny i innych materiałów celulozowych, znamienny tym, że jako barwnik bezpośredni stosuje się sole potasowcowe sulfonowych kwasów fluoryndyn.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że jako kwasy sulfonowe fluoryndyn stosuje się sulfonowe kwasy dwuary-

lofluoryndyn o ogólnym wzorze:



które zawierają grupy negatywne lub wielordzeniowe układy pierścieniowe lub oba te rodzaje podstawników razem, ewentualnie chlorowcowane, przy czym *R* oznacza reszty aryłowe jednakowe z obecnymi resztami aryłowymi lub różniące się od nich.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.