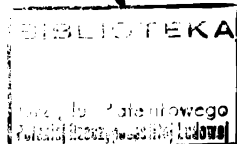


Warszawa, 19 grudnia 1936 r.

URZĄD PATENTOWY



D06p 1/12



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 24030.

Kl. 8 m, 12.

Imperial Chemical Industries Limited
(Londyn, Wielka Brytania).

Sposób wytwarzania trwałych wybarwień.

Zgłoszono 17 maja 1934 r.

Udzielono 21 października 1936 r.

Pierwszeństwo: 18 maja 1933 r. (Wielka Brytania).

W patencie angielskim Nr 377 740 opisano sposób wytwarzania trwałych barwników na materiałach włókienniczych przez wprowadzenie na włókno kwasu o-amino-antrachinonylotioglikolowego oraz przeprowadzenie go w laktam zapomocą rozcieńczonego kwasu mineralnego w podwyższonej temperaturze.

Wynalazek niniejszy dotyczy wytwarzania trwałych barwników na materiałach włókienniczych, zwłaszcza na włóknach zwierzęcych, przez wytworzenie na włóknach laktamów kwasów o - aminofenylotio-

glikolowych zawierających podstawioną grupę antrachinonylową.

Kwasy o - aminofenylotioglikolowe można stosować w kąpeli zakwaszonej octanem amonowym, antranilanem amonowym, fosforanem amonowym, mieszaniną siarczuanu amonowego i amonjaku albo kwasu antranilowego. Zastosowanie tych kwasów w kąpielach farbiarskich pozwala na dodanie już na początku procesu farbowania całego kwasu, przeznaczonego do użycia podczas farbowania (w odróżnieniu od kwasu, niezbędnego do wytworzenia lakta-

mu), i naogół daje wybarwienia bardziej odporne na ścieranie.

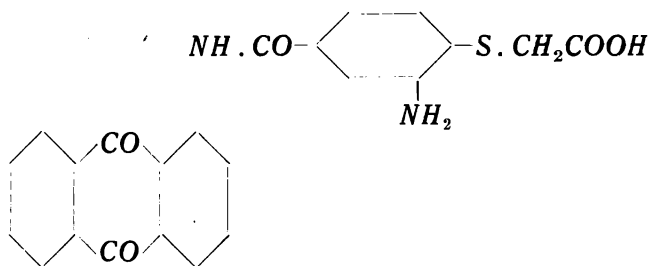
Kwasy orto - aminofenylotioliglikolowe zawierające grupę antrachinonylową odpowiadają wzorowi



w którym C_6H_3 jest resztą rdzenia fenylowego i zawiera, jako podstawniki, grupę aminową i grupę kwasu tioglikolowego w położeniu orto względem siebie oraz rodnik antrachinonylowy AQ związany z resztą fenylową zapomocą grupy X, R ozna-

cza H , CH_3 , C_2H_5 , X zaś oznacza grupę $-NH-$, $-S-$, $-NHCO-$, $-CONH-$, albo $-NH \cdot SO_2-$, przyczem AQ może być podstawione atomami chloru albo bromu, grupą wodorotlenową, alkoksylową, alkyloaminową, acyloaminową lub aryloaminową, a reszta fenyłowa może być ponadto podstawiona atomami bromu lub chloru lub grupami metylowymi. Rodnik antrachinonylowy może być połączony z dwoma rodnikami kwasu o - aminofenylotioliglikolowego.

Przykład I. 2 części wagowe soli sodowej kwasu o budowie



rozpuszcza się w 2 000 części wody ogrzanej do temperatury $80^\circ C$. Dodaje się 50 części wilgotnej wełny, następnie 2 części octanu amonowego uprzednio rozpuszczonego w wodzie. Kąpiel farbiarską utrzymuje się w temperaturze $85^\circ - 90^\circ C$ mieszając łagodnie w ciągu 1 do 1,5 godziny. Następnie wełnę płóczy się w zimnej wodzie i wprowadza zimną lub letnią do roztworu 3 części kwasu siarkowego w 2 000 części wody. Temperaturę podnosi się do $80^\circ C$ i utrzymuje na tym poziomie w ciągu godziny. Wełnę usuwa się, płóczy w wodzie i traktuje roztworem łagodnego środka bielącego, np. 4 części soli sodowej siarczanu cetylowego w 2 000 częściach wody w temperaturze $45^\circ C$ w ciągu około $\frac{1}{4}$ godziny, aby usunąć wszelkie ślady luźno związanego barwnika. Wreszcie wełnę się suszy. Otrzymuje się jasnożółte zabarwienie bardzo odporne na pranie i folowanie. Odporność na folowanie jest równa odporności o-

siąganej zapomocą barwników chromowych i znacznie przewyższa odporność osiąganą zapomocą barwników kwaśnych.

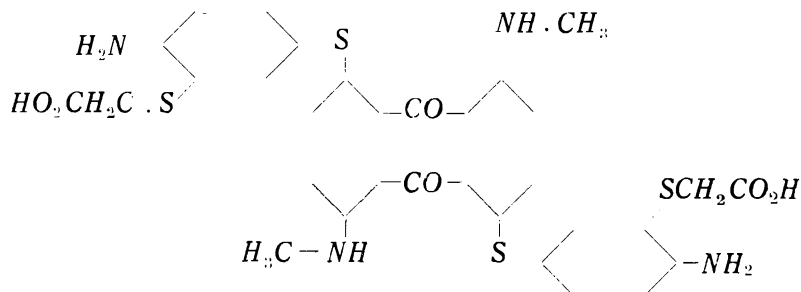
Przykład II. W powyższym przykładzie zamiast 2 części octanu amonowego można użyć roztworu, zawierającego 2,5 części kwasu antranilowego i zobojętnionego amonjakiem.

Przykład III. Produkt użyty w przykładzie I można również wprowadzać na wełnę w inny sposób. 2 części tego produktu rozpuszcza się w 2 000 części wody w temperaturze $80^\circ C$. Dodaje się 50 części wilgotnej wełny, a następnie 2 części octanu amonowego uprzednio rozpuszczonego w wodzie. Kąpiel farbiarską utrzymuje się w temperaturze $85^\circ - 90^\circ C$ mieszając łagodnie w ciągu 1 — $1\frac{1}{2}$ godz. Następnie wełnę płóczy się w zimnej wodzie i zimną albo letnią wprowadza do roztworu 3 części kwasu siarkowego i 2 części bromku cetylopirydynowego w 2 000 części wody.

Temperaturę podnosi się do 80°C i utrzymuje na tym poziomie w ciągu 1½ godz. Wełnę usuwa się, płócze w wodzie i traktuje wodą w celu usunięcia wszelkich śladów przylegającego barwnika niezwiąza-

nego. Wreszcie suszy się ją. Wełna została zabarwiona na jasny żółty odcień.

Przykład IV. 2 części soli sodowej kwasu o budowie

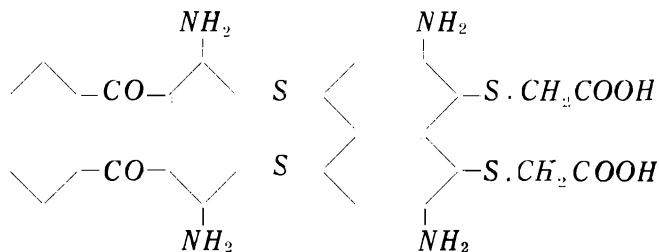


rozpuszcza się w 2 000 części wody w temperaturze 80°C i dodaje roztwór 2½ części soli sodowej produktu kondensacji kwasu naftalenosulfonowego z aldehydem mrówkowym. Dodaje się 50 części wilgotnej wełny, następnie roztwór 2 części octanu amonowego. Kąpiel farbiarską utrzymuje się w temperaturze 85° — 90°C w ciągu 1 — 1½ godz. Wełnę płócze się w zimnej wodzie i ciepłą lub letnią wprowadza do roztworu 3 części kwasu siarkowego w 2 000 części wody. Temperaturę podnosi się do 80°C i utrzymuje na tym poziomie w ciągu około godziny. Wełnę płócze się w ciepłej wodzie i traktuje łagodnym środkiem bielącym, np. 4 częściami soli sodowej siarczanu cetylowego w 2 000 części wody, w temperaturze 45°C w ciągu 1½ godz w celu usunięcia wszelkiego śladu luźno przylegającego barwnika. Jasnobłękitne wybarwienie jest bardzo trwałe na pranie i folowanie.

Przykład V. 1,5 części produktu uży-

tego w przykładzie IV rozpuszcza się w 2 000 części wody w temperaturze 80°C. Dodaje się 50 części wilgotnego jedwabiu, a następnie 2 części octanu amonowego. Kąpiel farbiarską utrzymuje się w temperaturze 85° — 90°C w ciągu 1 — 1½ godz. Włókna płócze się w zimnej wodzie, a następnie zimne lub letnie wprowadza do roztworu 3 części kwasu siarkowego w 2 000 części wody. Temperaturę podnosi się do 80°C i utrzymuje na tym poziomie w ciągu około godziny. Włókna płócze się w cieplej wodzie i traktuje łagodnym środkiem bielącym, np. 4 częściami soli sodowej siarczanu cetylowego w 2 000 części wody, w temperaturze 45°C w ciągu 1½ godz w celu usunięcia wszelkiego śladu luźno związanego barwnika. Jedwab został zabarwiony na jasny błękit o dobrej trwałości na pranie.

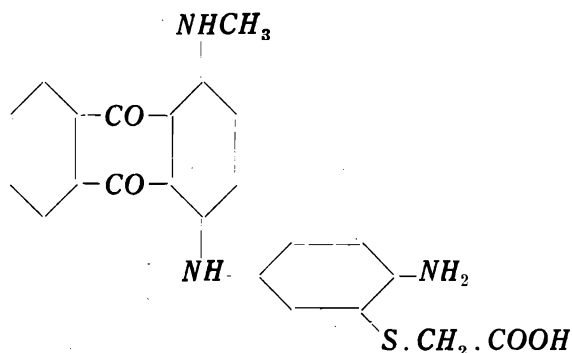
Przykład VI. Sól sodową kwasu o następującej budowie



wprowadza się na wełnę w sposób następujący. 2 części barwnika rozpuszcza się w 2 000 części wody w temperaturze 80°C i dodaje 50 części wilgotnej wełny. Dodaje się 50 części 10%-owego roztworu siarczanu sodowego i w ciągu 1½ — 2 godzin utrzymuje kąpiel farbiarską w temperaturze 90° — 95°C. Wełnę się usuwa, płócze w zimnej wodzie lub, w razie potrzeby, w zimnym albo letnim roztworze 4 części soli sodowej siarczanu cetylowego w 2 000

części wody i zanurza w roztworze 3 części kwasu siarkowego w 2 000 części wody. Temperaturę podnosi się do 80° — 85°C i utrzymuje na tym poziomie w ciągu około godziny. Wełnę płócze się roztworem soli sodowej siarczanu cetylowego, jak poprzednio, i suszy. Została ona zabarwiona na jasny błękit o doskonałej trwałości na światło, pranie i folowanie.

Przykład VII. Sól sodową kwasu o budowie



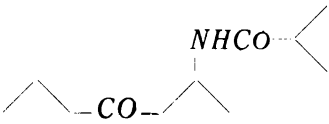
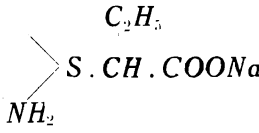
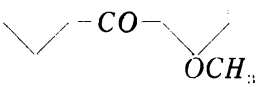
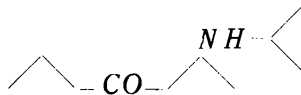
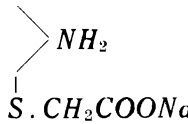
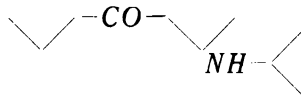
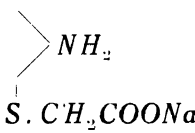
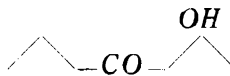
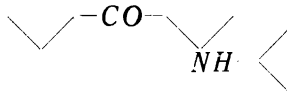
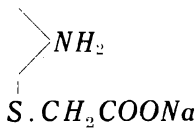
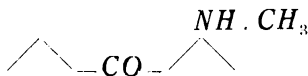
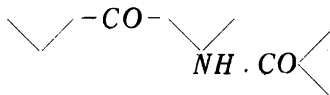
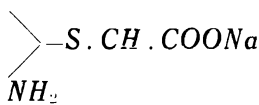
wprowadza się na wełnę w sposób następujący. 2 części wagowe barwnika rozpuszcza się w 2 000 części wody w temperaturze 80°C, dodaje się 50 części wełny, a następnie podnosi się temperaturę do 90°C. W ciągu godziny dodaje się powoli 30 części 1%-owego kwasu octowego. Wełnę łagodnie porusza się w kąpieli utrzymując temperaturę 90° — 95°C. Wełnę się usuwa, płócze w zimnej wodzie i wkłada do kąpie-

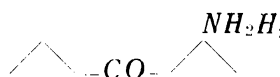
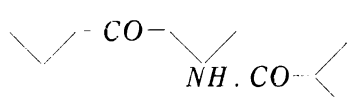
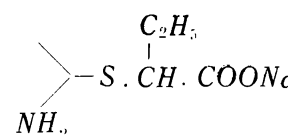
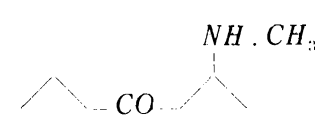
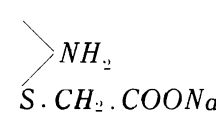
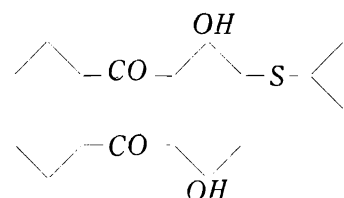
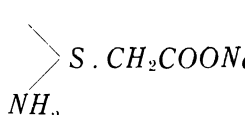
li złożonej z 3 części kwasu siarkowego i 2 000 części wody. Temperaturę podnosi się do 80°C i utrzymuje na tym poziomie w ciągu około godziny. Płócze się w zimnej wodzie i suszy. Odcień jest zielonkawobłękitny o doskonałej trwałości na światło.

Odcienie, jakie można otrzymać przy użyciu innych barwników, podano w następującej tablicy.

Barwnik	Odcień bezpośredni	Po wytworzeniu laktamu
	błękitnawo- zielony	zielony

Barwnik	Odcień bezpośredni	Po wytworzeniu laktamu
$ \begin{array}{c} \text{NH}_2 \\ \\ \text{CH}_3-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{CH}_2-\text{CONH}-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2-\text{S}-\text{CH}_2-\text{COONa} \\ \\ \text{NH}_2 \end{array} $	czerwonawo-fioletowy	fioletowy
$ \begin{array}{c} \text{NH} \cdot \text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{CH}_2-\text{NH} \cdot \text{SO}_2-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2-\text{S}-\text{CH}_2-\text{COONa} \\ \\ \text{NH}_2 \end{array} $	czerwonawo-fioletowy	fioletowy
$ \begin{array}{c} \text{NHCO}-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2-\text{S}-\text{CH}_2-\text{COONa} \\ \\ \text{NH}_2 \end{array} $	pomarańczowo-żółty	żółty
$ \begin{array}{c} \text{CH}_3-\text{CH}_2-\text{NH}_2 \\ \\ \text{CH}_3-\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CO}-\text{CH}_2-\text{S}-\text{CH}_2-\text{COONa} \\ \\ \text{NH} \end{array} $	błękitnawo-zielony	zielony

Barwnik		Odcień bezpośredni	Po wylworzeniu laktamu
		pomarańczowy	szkarłatny
			
			
		błękitnawo- zielony	zielony
			
		czerwonawo- błękitny	fioletowy
			
		czerwonawo- błękitny	błękitnawo- fioletowy

Barwnik	Ódcień bezpośredni	Po wytworzeniu laktamu
		
		czerwonawo-błękitny
		błękitnawo-fioletowy
		brunatno-czerwony

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania trwałych wybarwień na materiałach włókienniczych, zwłaszcza na włóknach zwierzęcych, znamienny tem, że na włókna wprowadza się kwas orto-aminofenylotioliglikolowy zawierający grupę antrachinonylową, poczem przeprowadza go w laktam przez traktowanie rozcieńczonym kwasem mineralnym w podwyższonej temperaturze.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że kąpiel zawierającą kwas orto-aminofenylotioliglikolowy zakwasza się octa-

nem amonowym, antranilanem amonowym, fosforanem amonowym lub mieszaniną siarczanu amonowego i amonjaku lub kwasu antranilowego.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tem, że zabarwione włókna przed przeprowadzeniem barwnika w laktam traktuje się łagodnym środkiem bielącym.

Imperial Chemical
Industries Limited.

Zastępca: K. Czempiński,
rzecznik patentowy.