

---

Octrooiraad



⑩ A **Terinzagelegging** ⑪ **8100793**

Nederland

⑲ NL

---

- ⑤④ **Monoazokleurstoffen voor het verven en bedrukken van synthetische vezels.**
- ⑤① Int.CI<sup>3</sup>: C09B 29/045, D06P 1/18.
- ⑦① Aanvrager: Aziende Colori Nazionali Affini Acna S.p.A. te Milaan, Italië.
- ⑦④ Gem.: Ir. C.M.R. Davidson c.s.  
Octrooibureau Vriesendorp & Gaade  
Dr. Kuyperstraat 6  
2514 BB 's-Gravenhage.

- 
- ②① Aanvraag Nr. 8100793.
- ②② Ingediend 18 februari 1981.
- ③② Voorrang vanaf 21 februari 1980.
- ③③ Land van voorrang: Italië (IT).
- ③① Nummer van de voorrangsaanvraag: 2006980 .
- ⑥② - -

- 
- ④③ Ter inzage gelegd 16 september 1981.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

---

Monoazokleurstoffen voor het verven en bedrukken van synthetische vezels.

De uitvinding heeft betrekking op speciale disperse benzothiazool-azo-kleurstoffen met de op het formuleblad aangegeven algemene formule 1, waarin  $R_1$ ,  $R_2$  en  $R_3$ , die gelijk of verschillend zijn, voorstellen  $-CH_3$  of  $-C_2H_5$ , welke kleurstoffen  
5 bijzonder geschikt zijn voor het verven en bedrukken van polyester-, polyamide-, acryl-, celluloseacetaat- en triacetaatvezels en mengsels daarvan, waarbij zij daaraan heldere roodachtig violette tinten verlenen.

Een van de meest gewaardeerde en voordelige eigenschappen van de kleurstoffen met de algemene formule 1 is de  
10 geschiktheid daarvan om te kunnen worden aangebracht door ontladingsdrukken, zowel op ontlaadbare ondergronden - met pasta's, bevattende gestabiliseerde hydrosulfieten (bijvoorbeeld oplosbaar Rodite Z <sup>(R)</sup> of stannochloride) - als onder toepassing van de  
15 reducerende reserve-drukmethode.

De kleurstoffen met de bovengenoemde formule vertonen bijzonder glanzende tinten, die zeer geschikt zijn voor uniforme vervingen, met ruime aanbrengringsmogelijkheden op de verschillende natuurlijke en synthetische vezels; op dergelijke  
20 vezels is het mogelijk hoge uitputtingen te verkrijgen, een goede gelijkmatigheid, een constante opbrengst en zeer analoge tinten, gekarakteriseerd door een hoog wit ontladingsvermogen met reductiemiddelen, zoals oplosbaar Rodite Z <sup>(S)</sup> en stannochloride; daarom is het mogelijk deze kleurstoffen eveneens te gebruiken voor het  
25 verven en bedrukken van mengsels.

Daarentegen wordt de eigenschap van de witte ontlading niet vertoond door andere kleurstoffen met een zeer analoge tint (bijvoorbeeld het bekende C.I. Disperse Violet 35) of eveneens een minder analoge tint (zoals bijvoorbeeld het bekende C.I.  
30 Disperse Rood 60 en C.I. Disperse Blauw 70:1).

De kleurstoffen volgens de uitvinding vertonen verder hoge algemene stabiliteiten, in het bijzonder tegen sublimatie,

hetgeen deze kleurstoffen bijzonder geschikt maakt voor de verving bij 130°C en voor de harding door verhitting, zowel als voor de directe bedrukking in HT-verdampers.

5 De kleurstoffen volgens de uitvinding zijn in een mengsel met andere kleurstoffen geschikt voor de bereiding van preparaten voor het verven en bedrukken in combinatie-tinten van polyester, polyamide, polyacrylonitril, celluloseacetaat en triacetaat en mengsels daarvan, waarbij deze wit ontladbaar zijn met pasta's, bevattende oplosbaar Rodite Z <sup>(R)</sup> of stannochloride.

10 Voor deze mengsels bieden de genoemde kleurstoffen voordelen in vergelijking met andere rood-violette azokleurstoffen, die tot nu toe werden gebruikt (bijvoorbeeld het bekende (C.I. Disperse Rood 50 en C.I. Disperse Rood 73), vanwege hun hogere ontladbaarheid.

15 De uitvinding wordt verder toegelicht maar niet beperkt door de volgende voorbeelden, waarin, tenzij anders is aangegeven, de delen en percentages gewichtsdelen en gewichtspercentages zijn.

Voorbeeld I (bereiding van de kleurstof)

20 22,8 dln 2-amino-6-methyl-sulfonylbenzothiazool werden gesuspenderd in 276 dln 50 %'s zwavelzuur met water en gedurende ongeveer 16 uren geroerd totdat een volledige homogenisering was bereikt.

25 Ongeveer 100 dln 14 %'s nitrosylzwavelzuur (bereid uit 7,6 dln natriumnitriet, opgelost bij 70°C in ongeveer 92,3 dln geconcentreerd zwavelzuur, en daarna volgende afkoeling tot 15-20°C) werden druppelsgewijze in ongeveer 24 uren bij -3 tot -5°C aan de suspensie toegevoegd.

30 Het reactiemengsel werd gedurende nog een uur bij -3 tot -5°C geroerd totdat een volledige oplossing was verkregen.

Het aldus verkregen diazoniumzout werd druppelsgewijze onder heftig roeren bij -3 tot 0°C toegevoegd aan een oplossing van 20,6 dln N,N-diethyl-m-aminoacetanilide in ongeveer 200 dln zwavelzuur verdund tot ongeveer 10 % in water, en afgekoeld met ijs tot -5 tot -3°C.

35

Het reactiemengsel werd geroerd totdat een volledige

koppeling was verkregen en vervolgens geneutraliseerd tot een pH van ongeveer 3 door druppelsgewijze toevoeging van sterke natronloog, waarbij de temperatuur met behulp van ijs beneden 20°C werd gehouden. De verkregen kleurstof werd door filtratie in vacuo afge-  
5 scheiden en met water gewassen totdat de aciditeit en de anorganische zouten waren verwijderd.

Een pasta, overeenkomende met ongeveer 35 dln droog produkt, werd verkregen.

De kleurstof werd afgewerkt volgens bekende processen onder gebruikmaking van bekende dispergeermiddelen ter verkrijging van poeders en vloeistoffen, die opslagbestendig zijn.  
10

Analoge resultaten werden verkregen wanneer in plaats van N.N-diethyl-m-aminoacetanilide gebruik werd gemaakt van N.N-dimethyl-m-aminoacetanilide of N-ethyl-N-methyl-m-amino-  
15 acetanilide.

Analoge resultaten werden eveneens verkregen indien in de genoemde kleurstoffen de groep -NH-CO-CH<sub>3</sub> werd vervangen door de groep -NH-CO-CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>.

Voor het verven en drukken werd gebruik gemaakt van normale technieken, zoals geïllustreerd in voorbeelden III-  
20 XIII.

#### Voorbeeld II

Door menging in geschikte verhoudingen van de kleurstof van voorbeeld I, afgewerkt tot een vloeistof met een  
25 tintingssterkte van 50 % met C.I. Dispers Blauw 106 en C.I. Dispers Geel 7 (of met andere analoge kleurstoffen, bijvoorbeeld C.I. Dispers Blauw 106:1 - C.I. Dispers Geel 56) werden mengsel-kleurstoffen  
30 verkregen, die polyester, polyamide, celluloseacetaat en triacetaat en polyacrylonitril verfdien, waarbij daaraan combinatie-tinten werden verleend (omvattende nagenoeg het gehele chromatische traject) met nuances, die afhankelijk waren van de verhoudingen tussen de afzonderlijke kleurstoffen, waarbij deze wit ont-  
35 laadbaar waren met pasta's, bevattende oplosbaar Rodite Z<sup>(R)</sup> of stannochloride.

Voorbeeld III

0,5 dln van een kleurstof met de structuur van voorbeeld I, van te voren gemicroniseerd, werden toegevoegd aan een verfbad, dat met azijnzuur op een pH van 4,5 was gebracht  
5 en dat 100 dln polyesterergaren bevatte.

Onder toepassing van een verhouding van vezel : bad van 1:15 werd de verving gestart bij 50°C, waarna in 40 minuten werd verhit tot 130°C en deze temperatuur gedurende 60 minuten werd gehandhaafd.

10 Vervolgens werd afgekoeld tot 80°C, het bad werd ontladen en het geverfde materiaal werd blootgesteld aan de gebruikelijke reducerende alkalische reinigingsbehandeling bij 80°C gedurende 15 minuten in een bad, bevattende 4 g/l 36° Bé natronloog en 2 g/l natriumhydrogeensulfiet.

15 Een goed uitgeputte roodachtig violette verving, die gekarakteriseerd werd door goede algemene stabiliteiten en door een hoge bestandheid tegen sublimatie, werd verkregen.

Voorbeeld IV

100 dln polyesterweefsel, opgewikkeld op een boom,  
20 werden in een bad-circulatie-apparaat geverfd met 0,4 dln van de kleurstof van voorbeeld I, die van te voren was gemicroniseerd, volgens de procedure van voorbeeld III.

Een uitgeputte en goed geëgaliseerde roodachtig violette kleuring werd verkregen, die gekarakteriseerd was door  
25 goede algemene stabiliteiten en een witte ontladbaarheid volgens de gebruikelijke ontladingsmethodes op polyester, zowel met pasta's, bevattende oplosbaar Rodite Z<sup>(R)</sup> als met die welke stannochloride bevatten. Analoge resultaten werden verkregen wanneer de verving werd uitgevoerd in een straalapparaat.

30 Voorbeeld V

100 dln van een acetaat-weefsel werden geverfd in een Jigger-apparaat bij 80°C gedurende 60 minuten met 0,4 dln van de kleurstof van voorbeeld I, die van te voren was gemicroniseerd, in een bad, dat op een pH van 5,5 was gebracht met azijnzuur.

35 Na de voltooiing van de verving werd het geverfde materiaal grondig gewassen met water bij 20-25°C.

De bad-uitputting was goed. Het was mogelijk een roodachtig violette verving te verkrijgen met goede algemene stabiliteiten en met een witte ontlaadbaarheid volgens gebruikelijke ontladingsprocessen op acetaat, zowel met pasta's, bevattende oplosbaar Rodite Z <sup>(R)</sup> als met die welke stannochloride bevatten.

Voorbeeld VI

100 dln van een 6,6-polyamide-weefsel werden geverfd in een Jigger-apparaat bij 100°C gedurende 60-80 minuten met 0,2 dln van de kleurstof van voorbeeld I, die van te voren was gemicroniseerd, in een bad, dat met azijnzuur op een pH van 5,5 was gebracht.

Na afloop van de verving, die werd uitgevoerd bij een badverhouding van 1:5, werd het bad ontladen en werd een wasing met water bij 40-50°C uitgevoerd.

15 Het was mogelijk een goed uitgeputte verving te verkrijgen met een roodachtig violette tint van gemiddelde sterkte, die gekarakteriseerd werd door goede algemene stabiliteiten en die wit ontlaadbaar was, zowel met pasta's, bevattende oplosbaar Rodite Z <sup>(R)</sup>, als met die welke stannochloride bevatten.

20 Analoge resultaten werden verkregen bij het verven van een triacetaat-weefsel en door te werk te gaan onder dezelfde omstandigheden.

Voorbeeld VII

100 dln van een gemengd acetaat-polyamide-weefsel werden geverfd volgens de in voorbeeld V beschreven procedure.

Een roodachtig violette, goed uitgeputte verving werd verkregen, die gekarakteriseerd werd door goede algemene stabiliteiten, een goede tint-aanpassing tussen de twee vezels, die het mengsel vormden, en een witte ontlaadbaarheid, zowel met pasta's, bevattende oplosbaar Rodite Z <sup>(R)</sup>, als met die welke stannochloride bevatten.

Voorbeeld VIII

Een polyesterweefsel werd geklotst in een bad, bevattende 9 g/l van de kleurstof van voorbeeld I, van te voren gemicroniseerd, in vloeibare vorm, 100 g/l Lamitex L10 <sup>(R)</sup> bij 4 % (verdikkingsmiddel, gebaseerd op natriumalginaat), 2 g/l ci-

troenzuur en 2 g/l natriumchloraat, onder handhaving van een wringverhouding van 100 %.

Het weefsel, gedroogd bij 90°C, werd plaatselijk bedrukt met een ontladingspasta met de volgende samenstelling:

5	water	300 gew.dln
	kristallijn stannochloride	80 gew.dln
	Indalca SRC <sup>(R)</sup> bij 13 % (ver- etherd johannesbroodmeel)	600 gew.dln
10	Tanaprint ASD <sup>(R)</sup> (thermodiffun- derend produkt voor het drukken, gebaseerd op een amide van een gemodificeerd zuur)	<u>20 gew.dln</u>
		1000 gew.dln

Het weefsel werd vervolgens gedroogd, afgedampt in afwezigheid van druk in een geschikte verdamer bij 165-175°C gedurende 8-10 minuten, gewassen en blootgesteld aan een reducerende alkalische reiniging. Perfect witte ontladingseffecten op een intens violet-rode ondergrond, gekarakteriseerd door goede algemene stabiliteiten, werden verkregen.

20 Voorbeeld IX

100 dln van een polyacrylonitril-weefsel werden geleverd met 0,2 dln van de kleurstof van voorbeeld I, van tevoren gemicroniseerd, waarna de procedure van voorbeeld VI werd uitgevoerd. Het was mogelijk een uitgeputte en uniforme roodachtig violette verving te verkrijgen, die gekarakteriseerd werd door goede algemene stabiliteiten en die wit ontladbaar was met pasta's, bevattende oplosbaar Rodite Z<sup>(R)</sup> of stannochloride.

Voorbeeld X

Door verven van een polyesterweefsel volgens de procedure van voorbeeld IV, maar onder gebruikmaking van een mengsel van kleurstoffen volgens voorbeeld II, werd een verving verkregen met een tint, die afhankelijk was van de mengverhouding van de kleurstoffen en die gekarakteriseerd werd door goede algemene stabiliteiten en die wit ontladbaar was volgens gebruikelijke ontladingsprocessen op polyester, zowel met pasta's, bevattende oplosbaar Rodite Z<sup>(R)</sup> als met die welke stannochloride bevatten.

Voorbeeld XI

Door verven van een acetaat-weefsel volgens de procedure van voorbeeld V, maar onder gebruikmaking van een kleurstof-mengsel volgens voorbeeld II, werd een verving verkregen met  
5 een tint, die afhankelijk was van de mengverhouding van de kleurstoffen, welke verving werd gekarakteriseerd door goede algemene stabiliteiten en die wit ontladbaar was volgens de gebruikelijke ontladingsprocessen op acetaat, zowel met pasta's, bevattende oplosbaar Rodite Z<sup>(R)</sup>, als met die welke stannochloride bevatten.

10 Voorbeeld XII

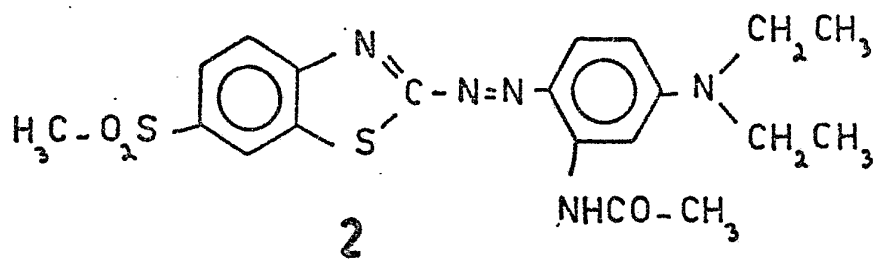
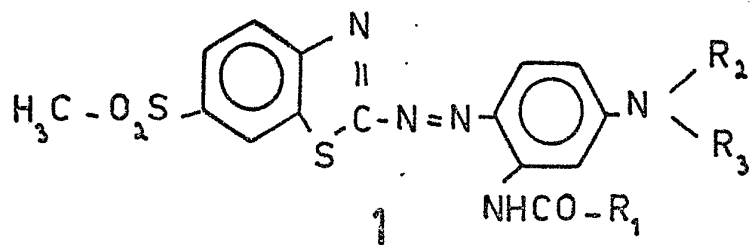
Door verven van een 6,6-polyamide-weefsel volgens de procedure van voorbeeld VI, maar onder gebruikmaking van een mengsel van kleurstoffen volgens voorbeeld II, werd een verving verkregen met een tint, die afhankelijk was van de mengverhouding van de kleurstoffen, welke verving werd gekarakteriseerd door  
15 goede algemene stabiliteiten en met een goede witte ontladbaarheid, zowel met pasta's, bevattende oplosbaar Rodite Z<sup>(R)</sup>, als met die welke stannochloride bevatten.

Voorbeeld XIII

20 Door bedrukken van een polyesterweefsel volgens de reducerende reserve-drukmethodede, beschreven in voorbeeld VIII, maar onder gebruikmaking van een mengsel van kleurstoffen volgens voorbeeld II, werden perfect witte ontladingseffecten verkregen op een ondergrond met een tint, die afhankelijk was van de mengverhoudingen, waarbij de verving werd gekarakteriseerd door  
25 goede algemene stabiliteiten.

C o n c l u s i e s

1. Azokleurstoffen, die in het bijzonder geschikt zijn voor het verven en bedrukken van chemische vezels en mengsels daarvan en voor het verkrijgen van ontladingseffecten, met het kenmerk, dat deze azokleurstoffen de algemene formule 1 bezitten, waarin  $R_1$ ,  $R_2$  en  $R_3$ , die gelijk of verschillend zijn,  $-CH_3$  of  $-C_2H_5$  voorstellen.  
5
2. Azokleurstof volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat deze de formule 2 bezit.  
10
3. Werkwijze voor het direct verven van garens en weefsels, vervaardigd uit polyester-, polyamide-, acryl-, celluloseacetaat- en triacetaat-vezels, met het kenmerk, dat men gebruik maakt van een waterige dispersie van de kleurstof volgens conclusie 2, ofwel alleen ofwel in een mengsel met andere kleurstoffen ter verkrijging van combinatie-tinten, en men de aldus verkregen weefsels eventueel blootstelt aan een ontladingsdrukproces.  
15
4. Werkwijze voor het bedrukken en ontladingsbedrukken van weefsels, vervaardigd uit polyester-, polyamide-, acryl-, celluloseacetaat- en triacetaat-vezels, met het kenmerk, dat men daarbij gebruik maakt van een waterige dispersie van de kleurstof volgens conclusie 2, ofwel alleen ofwel in een mengsel met andere kleurstoffen ter verkrijging van combinatie-tinten.  
20
5. Textielmateriaal, geveerd of bedrukt met de monoazokleurstoffen volgens conclusie 1.  
25
6. Textielmateriaal, geveerd of bedrukt met de monoazokleurstof volgens conclusie 2.
7. Azokleurstoffen, werkwijzen en geveerde of bedrukte textielmaterialen als beschreven in de beschrijving en/of de voorbeelden.  
30



AZIENDE COLORI NAZIONALI AFFINI ACNA S.p.A.

Milaa  
Italië

8100793