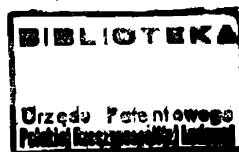


Warszawa, 25 maja 1936 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 22907.

Klemens Czempiński
(Warszawa, Polska)
i Mieczysław Skrzypkowski
(Warszawa, Polska).

Kl. 22 b, 3/17.

C 09 1/00

a 1/100

ff

Sposób wytwarzania trwałych dających się chromować barwników szeregu antrachinonowego do wełny.

Zgłoszono 14 maja 1934 r.

Udzielono 16 marca 1936 r.

Pierwszeństwo: 16 maja 1933 r. (Niemcy).

Wykryto, że można otrzymywać rozpuszczalne w wodzie, dające się chromować barwniki szeregu antrachinonowego, barwiące wełnę w odcieniach szarych od czerwonych do fioletowych i o wybitnej trwałości, poddając nitroantrachinony lub ich produkty podstawienia w wyższej temperaturze, np. w temperaturze mniej więcej 150°C lub wyższej, działaniu związków hydroksylowych szeregu benzenowego lub naftalenowego w roztworze dymiącego kwasu siarkowego.

Przez dodanie kwasu borowego ułatwia się przebieg reakcji tak, iż rozpoczyna się ona już w temperaturze znacznie niższej, np. w 70°C i kończy po upływie kilku godzin w 110°C. Na 1 mol użytego nitro-

chinonu zaleca się użyć 1 — 2 moli fenolu i 2 — 4 moli krystalicznego kwasu borowego.

Jako nitroantrachinony można stosować zarówno jedno- jak i dwunitroantrachinony lub produkty podstawienia tych substancji, jak: 1-nitro-4-oksyanttrachinony, kwas 1-nitro-2,4-dwuoksyanttrachinono-3-sulfonowy, 1-nitro-5,8-dwuaminoantrachinon, 1,5-dwunitroantrachinon, 1,8-dwunitroantrachinon, mieszaninę techniczną dwunitroantrachinonu, 1,5-dwunitro-4,8-dwuoksyanttrachinon, kwas 1,5-dwunitro - 4,8 - dwuoksyanttrachinono - 3,7 - dwusulfonowy, 4,4'-dwunitro-1,1'-dwantrachinonyloaminę.

Można również fenol zastąpić innemi

związkami hydroksylowymi szeregu benzenowego i naftalenowego, które, ewentualnie, mogą być ponadto podstawione. I tak np. z rezorcyną, α -naftolem lub kwasem salicylowym otrzymuje się barwniki o takiej samej jakości i podobnych odcieniach, jak z fenolem.

Wiadomo, że aminoantrachinony mogą reagować z fenolami również z wytwarzaniem luźnych związków addycyjnych, które w kąpeli kwaśnej rozszczepiają się już przy gotowaniu podczas procesu barwienia. Barwniki według wynalazku niniejszego stanowią, przeciwnie, ciała trwałe, które przy dłuższym nawet gotowaniu pozostają w stanie niezmienionym. W sposobie niniejszym zachodzi więc reakcja innego rodzaju z powstawaniem nieznanych dotychczas barwników.

Przykład. W 100 g oleum, zawierającego 60 — 65% wolnego SO_3 , rozpuszcza się w temperaturze 70°C 8,3 g krystalicznego kwasu borowego, ochładza i wprowadza w temperaturze poniżej 40°C powoli 10 g mieszaniny technicznej dwinitroantrachinonów i 7 g fenolu. W ciągu 3 — 4 godzin ogrzewa się mieszaninę reakcyjną do 110 — 115°C i temperaturę tę utrzymuje dopóty, aż wzięta próbka rozpuści się dobrze w wodzie zimnej i wytworzy ze stężonym kwasem siarkowym roztwór fioletowy. Po upływie 1 — 3 godzin reakcja kończy się, poczem masę reakcyjną ochładza się do 25°C i rozrabia w 400 g wody lodowatej, do której dodano uprzednio 1 cm^3 roztworu dwusiarczynu o mocy 40°Bé . Produkt reakcji wysala się 100 g soli kuchennej, odsącza go i przemywa kilkakrotnie 12%-owym roztworem soli. Odcisnięty kuchen o odczynie słabo kwaśnym zarabia się sodą do odczynu słabo zasadowego i suszy.

Otrzymany barwnik rozpuszcza się w stężonym kwasie siarkowym z zabarwieniem brunatno-żółtem, które, po dodaniu kwasu borowego i ogrzaniu na kąpeli wod-

nej, przechodzi w czerwień fioletową o brunatnawej fluorescencji. Barwi on wełnę z kąpeli kwaśnej po chromowaniu na odcień czerwono-szary o wybitnej trwałości, przede wszystkim zaś o wybitnej odporności na działanie światła.

Przykład barwienia. W 500 cm^3 wody rozpuszcza się w temperaturze 50°C (temperatura kąpeli) 0,4 g barwnika, otrzymanego według przykładu poprzedniego, następnie dodaje 2 g soli glauberskiej i wprowadza 20 g wełny. Materiał ten przeprowadza się przez kąpiel w ciągu 10 minut w temperaturze 50°C , następnie dodaje się 3,6 g 10%-owego kwasu siarkowego i doprowadza ciecz w ciągu pół godziny do wrzenia. Kąpiel tę gotuje się w ciągu pół godziny, dokładnie przeciągając wełnę, następnie dodaje się 2,4 g 10%-owego kwasu siarkowego, doprowadza ciecz ponownie do wrzenia i gotuje w ciągu $\frac{3}{4}$ godziny, aż kąpiel farbiarska zostanie wyczerpana. Wówczas kąpiel ochładza się gwałtownie zimną wodą do temperatury 70°C , dodaje 0,2 g dwuchromianu potasowego, rozpuszczonego w niewielkiej ilości wody, doprowadza kąpiel tę w ciągu 10 minut jeszcze raz do wrzenia i gotuje znów w ciągu $\frac{1}{2}$ godziny. Gotową, zabarwioną wełnę płóce się i suszy.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania trwałych dających się chromować barwników szeregu antrachinonowego do wełny, znamieny tem, że nitroantrachinony lub ich produkty podstawienia traktuje się w wyższej temperaturze w dymiącym kwasie siarkowym, ewentualnie w obecności kwasu borowego, związkami hydroksylowymi szeregu benzenowego lub naftalenowego.

Klemens Czempiński.
Mieczysław Skrzypkowski.