

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

RAZRED 22 (1)

IZDAN 1 DECEMBRA 1940

PATENTNI SPIS ŠT. 16335

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt a. M., Nemčija.

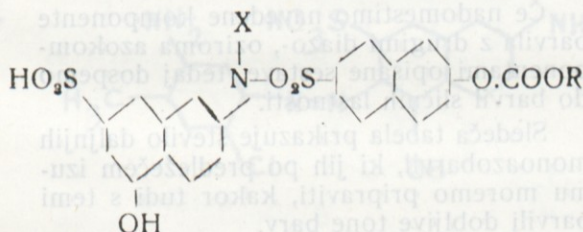
Postopek priprave monoazo-barvil.

Prijava z dne 6. septembra 1939.

Velja od 1. maja 1940.

Naznačena prvenstvena pravica z dne 8. septembra 1938. (Nemčija).

Našli so, da dospemo do tehnično dragocenil monoazobarvil, če diazo-spojine nitro-skupino vsebujočih armotačnih aminov ali monoacyliranih aromatičnih diaminov v ocatokislem mediumu združimo s spojinami splošne formule:



kjer znači X vodik, alkyl ali aryl in R alkyl, in kjer carbonkislone-ester-skupino vsebujoče naphthalin-jedro nosi lahko še nadaljnje substituentne, ter če v nastalih monoazo-barvilih, ki ne vsebujejo amino-skupine, ki se more diazotirati, odcepimo carbon-kislone-ester-skupino in nitro-skupino reduciramo, oziroma monoacylaminoskupino razmilimo.

Tako dobljena nova barvila so prikladna za barvanje volne in bombaža, zlasti za barvanje mešanih tkanin in volne in celulozne volne iz nevtralne ali slabo kisle kopeli.

Z barvili, v katerih amino-skupina, ki se more diazotirati, ne stoji na o-mestu k azo-skupini, lahko izdelamo zlasti pristna barvanja, če barvilo diazotiramo na vlaknu in če izzovemo z dodatkom kislino o-miljujočih ali alkalno učinkujočih sredstev samoskopčanje.

Ona barvila, ki v amino-skupino nosečem delu na o-mestu k azo-skupini vsebujejo preostanek, ki je sposoben tvorbe kovinskih kompleksov, na primer oxy-, alkoxy- ali carboxy-skupino, lahko glede njih lastnosti pristnosti z naknadno obdelavo na vlaknu s solmi bakra ali kroma še izboljšamo.

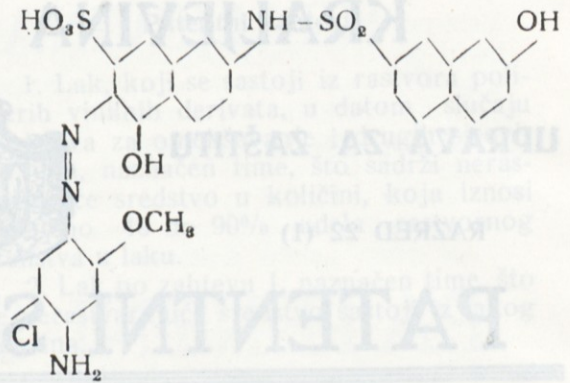
Pri postopku uporabljene azokomponente lahko dobimo na primer s kondenziranjem ustrežajočih carboalkoxynaphtholsulfochloridov z 2-amino-5-oxynaphthalin-7-sulfon-kislino, kakor tudi z derivati, ki so substituirani v amino-skupini z alkylom ali arylom, na primer z 2-methylamino-, 2-phenylamino-, 2-(4'-methoxyphenyl)-amino- ali 2-(4'-oxy-3'-carboxyphenyl)-amino-5-oxynaphthalin-7-sulfon-kislino.

Carboalkoxynaphtholsulfochloride lahko dobimo po podatkih Zinke-ja (Berichte der Deutschen Chem. Ges. Bd. 51, S. 354 = poročila nemškega kemičnega društva) iz ustrežajočih naphtholsulfon kislin.

Primer:

257 utežnih delov 94% -ne 2-amino-5-oxynaphthalin-7-sulfon-kislone raztopimo pri 70 do 80° C v 2500 volumskih delih vode in v oni množini natriumcarbonata, ki je potrebna za nevtralizacijo, in jih zdamo v kotlu, ki je opremljen z dobrim mešalom, v obrokah s 340 do 350 utežnih delov 2-carboethoxynaphthol-7-sulfochlorida tako, da dodamo pri nastopanju kongokisle reakcije tekočine vselej toliko, približno 20% -ne vodne raztopine natriumace-

tata, da kongokisla reakcija zopet izgine. Nato mešamo pri 70 do 80° dalje, dokler ne izgine popolnoma reakcija na aminonaphtholsulfon-kislino. V to raztopino pustimo nato teči med mešanjem pri 0 do 3° C na običajen način iz 203 utežnih delov 4-chlor-5-nitro-2-amino-1-methoxybenzola pripravljeno diazo-raztopino in skrbimo z istočasnim dodajanjem natriumacetata za to, da reagira reakcijska zmes stalno očetokislo. Po končanem skupčanju tvorjeno azo-barvilo z natrium-chloridom popolnoma izsolimo, filtriramo, ga operemo s približno 5%-no raztopino natriumchlorida in ga pomešamo v obliki paste s približno 7500 volumskimi deli vode. Nato napravimo z dodatkom 150 volumskih delov 37,5%-nega natronovega luga dobro alkalno, mešamo 1 uro pri 45 do 50° C, dodamo raztopino 390 utežnih delov kristaliziranega natriumsulfida v 600 volumskih delih vode in mešamo še 1 uro pri 50 do 55° C. Dobljeno raztopino po filtriranju pevidno nakisamo s solno kislino in izpadlo barvilo po ohlajenju odsesamo in z nekaj vode operemo. Za čiščenje reducirano pasto ponovno raztopimo v 5000 volumskih delih vode in potrebni množini natronovega luga pri 50 do 60° C in filtriramo. Iz filtrata izoborimo sedaj očiščeno aminomonoazo-barvilo s solno kislino, ga odtisnemo in osušimo. V suhem stanju predstavlja modro-črn prašek naslednje sestave:



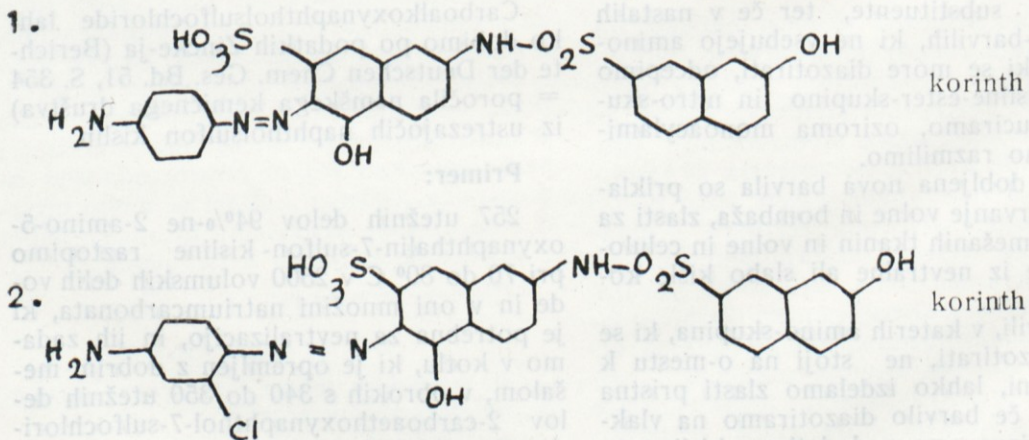
Barvilo barva volno, celulozno volno in mešane tkanine iz volne in celulozne volne v vijoličnih, tonih, kiso pri vseh vlaknih enaki. Pri diazotiranju na vlaknu in nato sledeči slabo alkalni obdelavi dobimo temne mornarsko-modre tone, s priključeno obdelavo s solmi bakra ali kroma zlasti pristnost proti svetlobi in pri pranju tako dobljenih mornarsko-modrih barv lahko še nadalje izboljšamo.

Isto barvilo lahko tudi dobimo, če namesto 2-carboethoxynaphthol-7-sulfonchlorida uporabljamo 2-carbomethoxynaphthol-7-sulfochlorid ali namesto 4-chlor-5-nitro-2-amino-1-methoxybenzola 4-chlor-5-acetamino-2-amino-1-methoxybenzol.

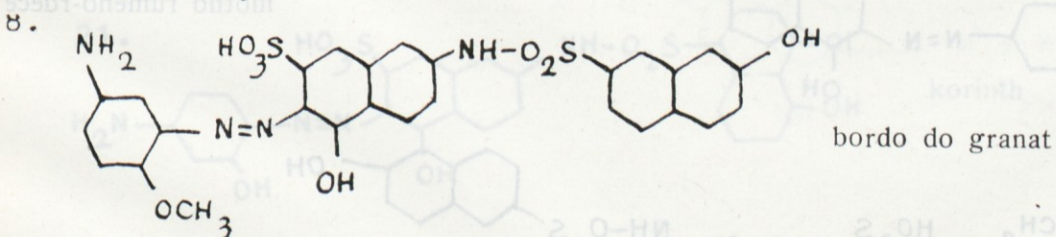
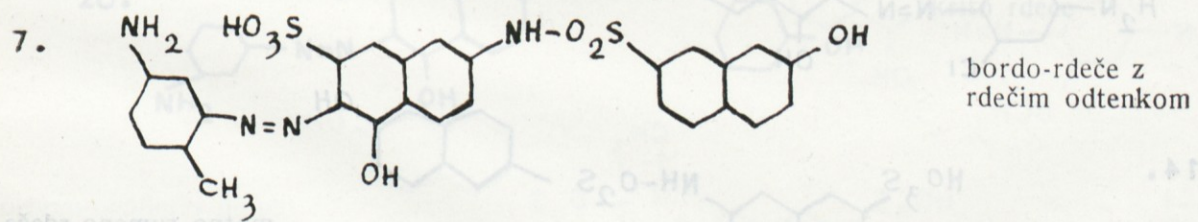
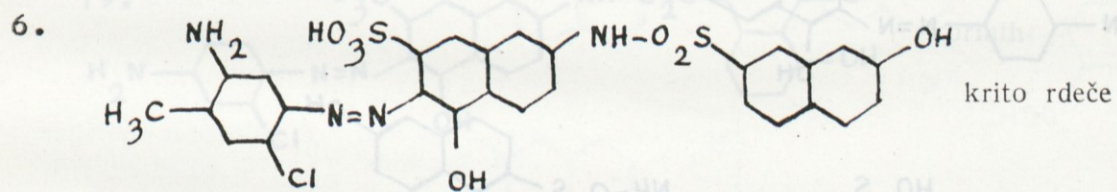
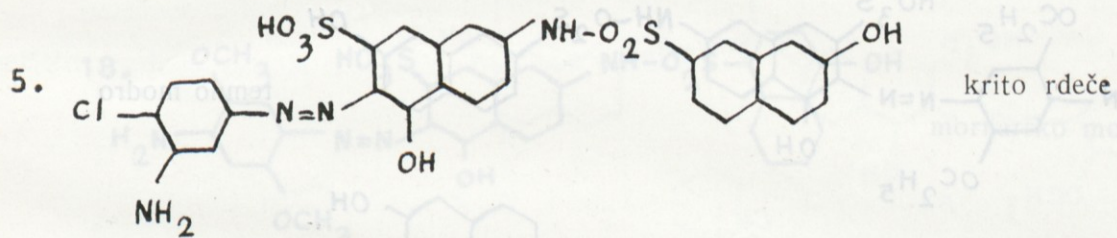
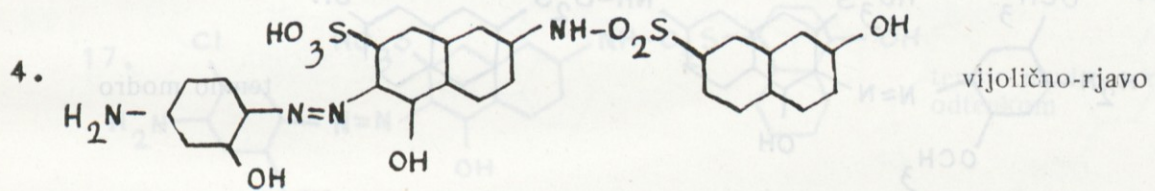
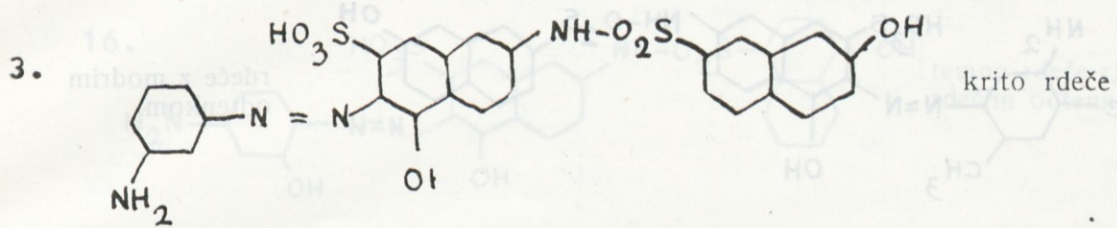
Če nadomestimo navedene komponente barvila z drugimi diazo-, oziroma azokomponentami opisane sestave, tedaj dospemo do barvil sličnih lastnosti.

Sledeča tabela prikazuje število daljnjih monoazobarvil, ki jih po predležčem izumu moremo pripraviti, kakor tudi s temi barvili dobljive tone barv.

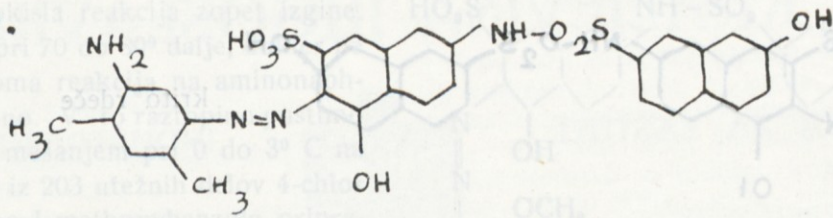
Sestava barvila



Barvni ton barvanj, ki jih lahko dobimo s samoskopčanjem na mešanih tkaninah iz volne in lesne volne.

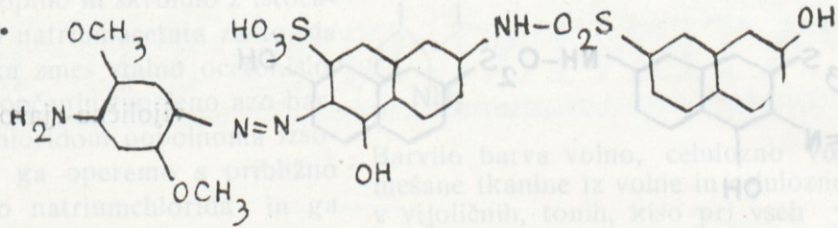


9.



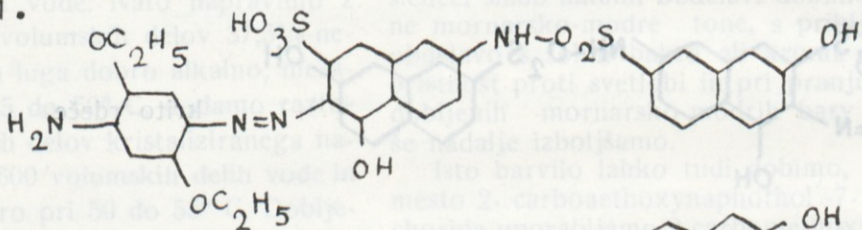
rdeče z modrim
odtenkom

10.



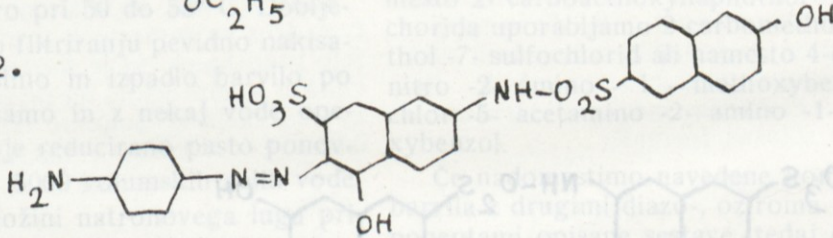
temno modro

11.



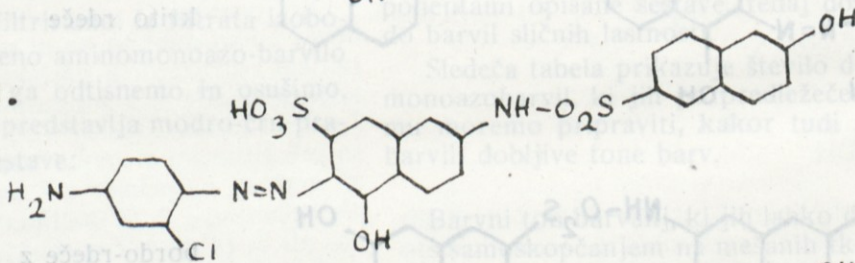
temno modro

12.



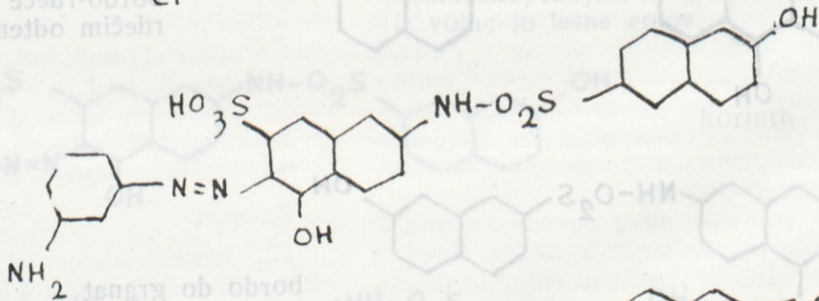
črno-vijolično

13.



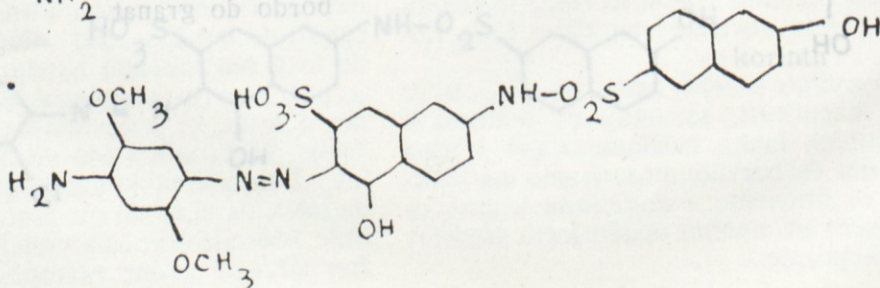
korinth

14.



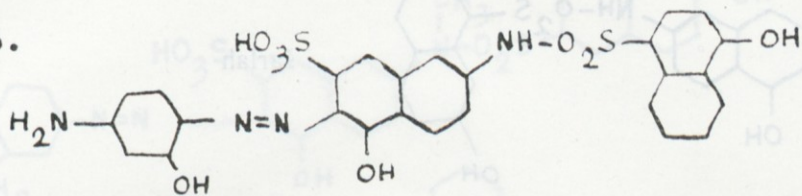
motno rumeno-rdeče

15.



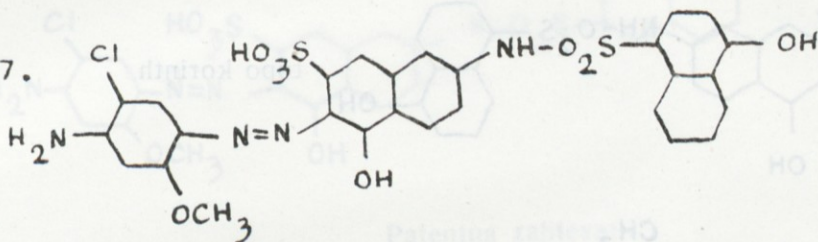
mornarsko modro z
rdečim odtenkom

16.



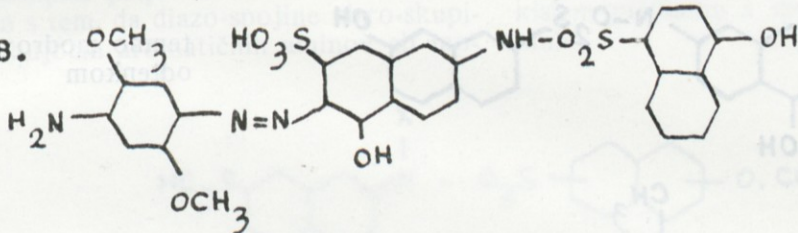
temno rdeče-rjavo z rdečim odtenkom

17.



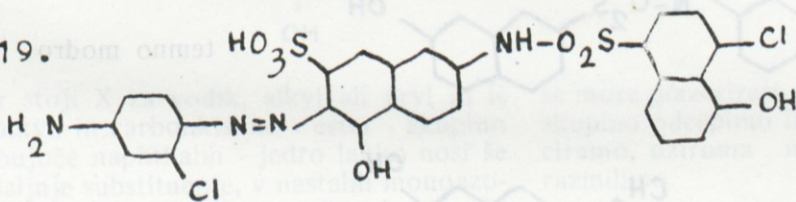
temno modro z rdečim odtenkom

18.



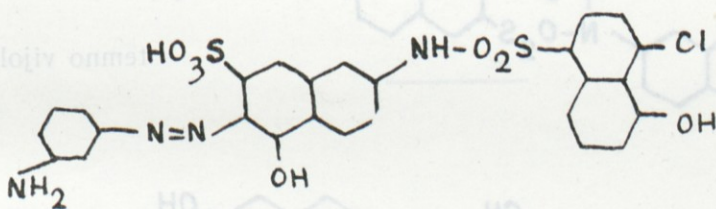
mornarsko modro

19.



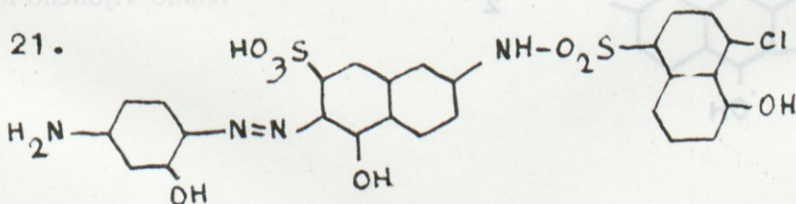
korinth

20.



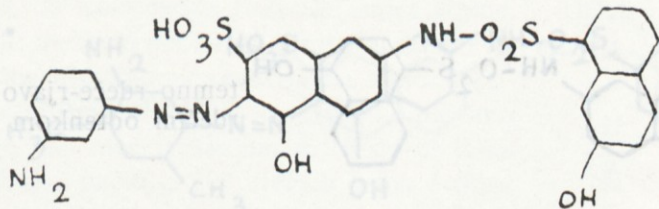
krito rdeče

21.



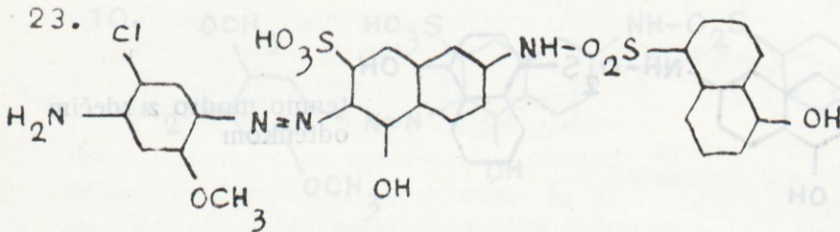
korinth

22.



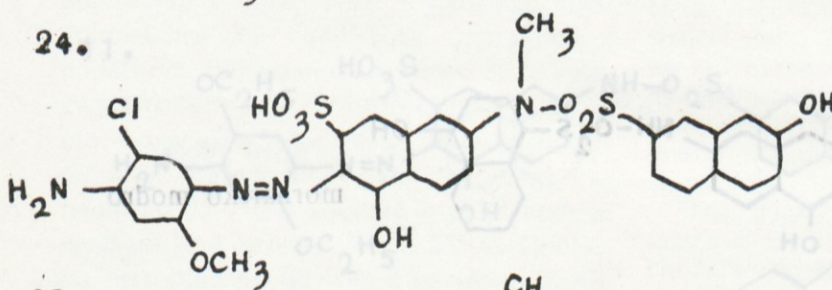
šarlah

23.

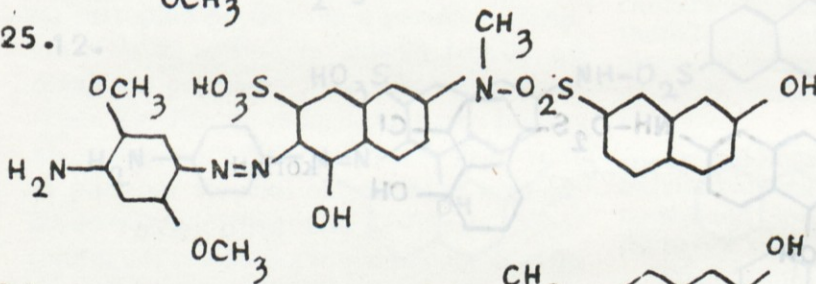


topo korinth

24.

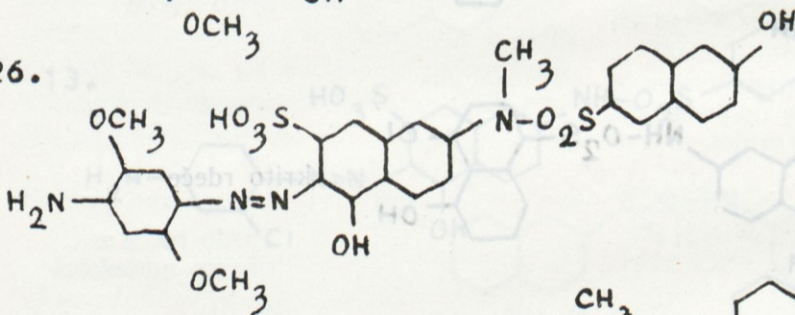
temno modro z rdečim
odtenkom

25.



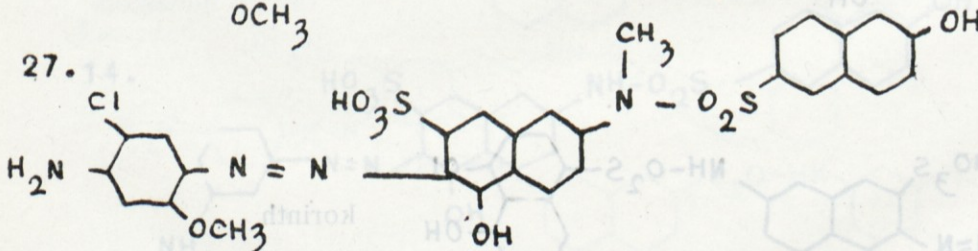
temno modro

26.

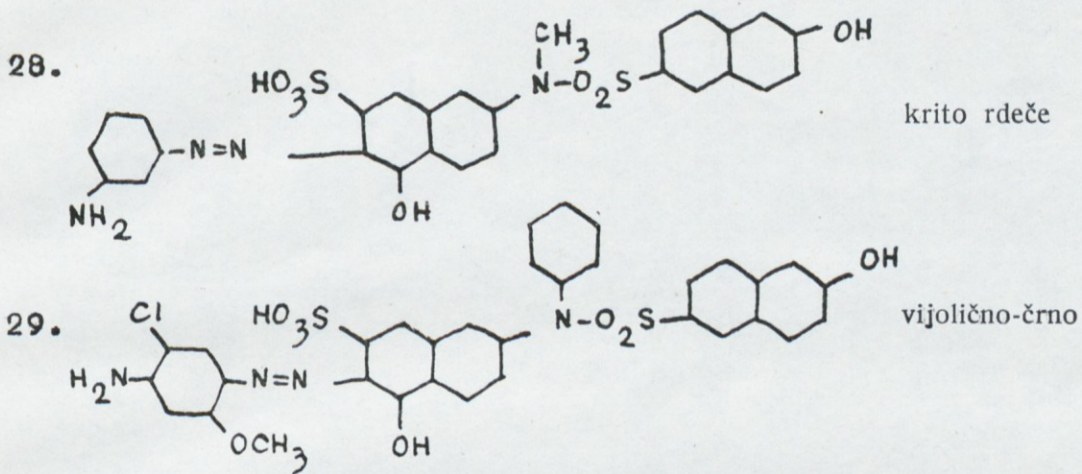


temno vijolično

27.



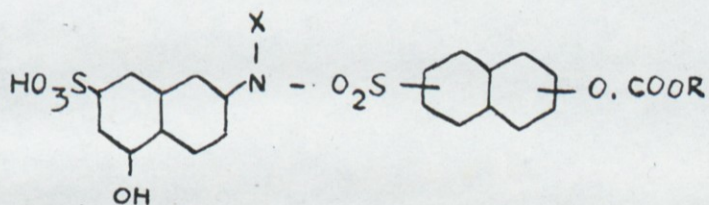
temno vijolično-modro



Patentna zahteva:

Postopek priprave monoazo-barvil, označen s tem, da diazo-spojine nitro-skupine vsebujočih aromatičnih aminov ali mo-

noacyliranih diaminov združimo v ocetokislem mediju s spojinami splošne formule



kjer stoji X za vodik, alkyl ali aryl in R za alkyl, in carbonkisline - ester - skupino vsebujoče naphthalin - jedro lahko nosi še nadaljnje substituentne, v nastalih monoazo-barvilih, ki ne vsebujejo amino-skupine, ki

se more diazotirati, carbon - kisline - ester-skupino odcepimo in nitro - skupino reduciramo, oziroma monoacylamino-skupino razmilimo.

