



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 07.12.74 (P. 176269)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 03.07.76

Opis patentowy opublikowano: 31.08.1978

MKP C08g 53/04

Int. Cl.² C08J 3/20

CZYTELNICIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Zbigniew Olszewski; Eugeniusz Białkowski; Mariola Jagusiak; Zdzisław Bielawski; Marian Nalewajko; Bronisław Fryc

Uprawniony z patentu: Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników, Zgierz (Polska)

Sposób wytwarzania zabarwionej krajanki poliamidowej

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania intensywnie zabarwionej krajanki poliamidowej w postaci barwnych koncentratów przeznaczonych do barwienia włókien lub innych wyrobów poliamidowych w masie to jest w procesie ich wytwarzania.

Nowoczesna metoda barwienia poliamidu w masie tak zwana metoda ekstruderowa polega na zastosowaniu zespołu ekstruderów, z których w jednym podstawowym ulega stapianiu w sposób ciągle bezbarwna krajanka poliamidowa i przed wyłoczeniem jej przez dyszę przedziałniczą, w połowie długości ekstrudera głównego, wtryskiwany jest z ekstrudera bocznego stopiony barwny koncentrat.

Stosowane w powyższej metodzie barwne koncentraty są to substancje barwiące: pigmenty lub barwniki zawieszone w nośniku ulegającym stapianiu w takich warunkach jak poliamid i mieszającym się w każdym stosunku z poliamidem. Niezbędnym warunkiem stawianym barwnym koncentratom stosowanym do barwienia poliamidu metodą ekstruderową jest wysoka zawartość substancji barwiącej w nośniku, która stanowi 30—50% barwnika lub pigmentu w stosunku do masy nośnika.

Znane metody otrzymywania barwnych koncentratów polegają np. według patentu brytyjskiego nr 979305 na pudrowaniu barwnikami i pigmentami krajanki poliamidowej, uzyskuje się wów-

2

czas koncentraty o zawartości 15—20% substancji barwnej lub na drodze rozpuszczenia poliamidu w rozpuszczalniku, wymieszaniu z pigmentem i współwytrąceniu nierozpuszczalnikami co opisano w patentach: niemieckim nr 1.169.120, szwajcarskim nr 368897, amerykańskim nr 3.361.705, czechosłowackich nr 145877 i 146105. Metoda otrzymywania barwnych koncentratów o zawartości 25—75% substancji barwnej opisana jest w patentach: niemieckim nr 2312153 i amerykańskim nr 3.617323 polega na zastosowaniu jako substancji nośnikowej soli nasyconych lub nienasyconych kwasów karboksylowych, posiadających zdolność mieszania się ze stopionym poliamidem np. sole kwasu behenowego, kwasu sterynowego lub nośnikowych związków polimerycznych np. żywice terpenowe, a jako substancji barwnych barwników zawieszinowych lub barwników metalokompleksowych.

Otrzymywanie barwnych koncentratów na bazie poliamidu zabarwionego w metodzie kąpielowej barwnikami kwasowymi lub metalokompleksowymi 1:2 według ogólnie znanych metod to jest w kąpeli wodnej o wartości pH 6—9, w temperaturze wrzenia co opisano: w patencie szwajcarskim nr 139726, pracy zbiorowej „Barwniki i barwienie włókien syntetycznych” WNT W-wa 1968 r., str. 82, 137—139, 248—250, nie spełnia stawianych wymóg gdyż maksymalna ilość substancji barwiącej wprowadzonej do poliamidu wynosi 10% w stosunku do masy nośnika.

Sposobem według wynalazku barwne koncentraty otrzymuje się na drodze barwienia krajanki poliamidowej w wodnej kąpeli farbiarskiej o wartości pH 1—4 w temperaturze powyżej 100°C pod ciśnieniem 2—3 atmosfer korzystnie w temperaturze 130—140°C, przy użyciu jako substancji barwiących barwników kwasowych i/lub metalokompleksowych typu 1:2.

Nieoczekiwanie okazało się, że zmiana środowiska barwienia do pH poniżej 4, przy jednoczesnym prowadzeniu procesu barwienia w temperaturze powyżej 100°C umożliwia wprowadzenie ponad 100% barwnika typowego w stosunku do masy nośnika — poliamidu przy jednoczesnym bardzo dobrym wyczerpywaniu kąpeli barwiącej i znikomym efekcie blokowania wzajemnego barwników. Postępując sposobem według wynalazku otrzymuje się pełnowartościowe barwne koncentraty na bazie nośnika poliamidowego i barwników kwasowych i/lub metalokompleksowych typu 1:2, przeznaczone do barwienia poliamidu w masie metodą ekstruderową jak również mające zastosowanie do barwienia wyrobów wtryskowych przez mechaniczne wstępne wymieszanie koncentratu z granulatem niebarwionym.

Otrzymane barwne koncentraty są odporne na działanie temperatury i środowiska stopionego poliamidu, co umożliwia uzyskiwanie powtarzalnych kolorów, eliminuje zmianę barwy i intensywności barwionych partii poliamidu.

Poniżej podano przykłady wytwarzania zabarwionej intensywnie krajanki poliamidowej sposobem według wynalazku.

Przykład I. Do aparatu ciśnieniowego zawierającego 200 części wagowych wody wprowadza się 10 części wagowych kwasu ortofosforowego 85%-owego i dodaje się porcjami przy mieszaniu 16 części wagowych barwnika metalokompleksowego typu 1:2 C.I. Acid Red 211. Po rozpuszczeniu barwnika do kąpeli farbiarskiej wprowadza się 40 części wagowych krajanki poliamidowej uprzednio wylugowanej wodą z monomeru. Temperaturę kąpeli przy stałym wolnym mieszaniu podnosi się do 130°C i utrzymuje ją w ciągu 2,5 godziny. Następnie całość ochładza się, płucze zabarwioną krajankę wodą bieżącą i suszy w atmosferze azotu. Otrzymuje się zabarwioną na kolor czerwony krajankę poliamidową o zawartości 36% barwnika (typu) w stosunku do wagi krajanki.

Przykład II. Do aparatu ciśnieniowego wprowadza się 1000 części wagowych wody, dodaje się 5 części wagowych 80%-owego kwasu mrówkowego i przy mieszaniu dodaje się porcjami 15 części wagowych barwnika metalokompleksowego typu 1:2 C.I. Acid Red 211 i 0,6 części wagowych barwnika C.I. Acid Violet 87. Po rozpuszczeniu barwnika do aparatu wprowadza się 50 części wagowych krajanki poliamidowej uprzednio wylugowanej wodą, temperaturę podnosi się do 150°C i barwi w tej temperaturze przez 1 godzinę. Następnie po ostudzeniu zabarwioną krajankę płucze się i suszy.

Otrzymuje się zabarwioną krajankę na kolor bordo, zawierającą 27% barwnika (typu) w odniesieniu do masy krajanki.

Przykład III. Do aparatu ciśnieniowego zawierającego 1000 części wagowych wody dodaje się 8 części wagowych kwasu octowego i 15 części wagowych barwnika kwasowego C.I. Acid Yellow 36, całość miesza się, a następnie dodaje się 50 części wagowych krajanki poliamidowej. Temperaturę kąpeli podnosi się do 130°C i utrzymuje się przez 4 godziny. Po ostudzeniu kąpeli barwiącej, krajankę płucze się bieżącą wodą i suszy. Uzyskuje się zabarwioną na kolor żółty krajankę poliamidową o zawartości 26% barwnika (typu) w stosunku do masy krajanki.

Przykład IV. Do aparatu ciśnieniowego zawierającego 1000 części wagowych wody dodaje się 5 części wagowych 85%-owego kwasu ortofosforowego i 17 części wagowych barwnika metalokompleksowego typu 1:2 C.I. Acid Red 211 (uprzednio pozbawionego substancji wypełniających i nastawiających), całość miesza się, a następnie dodaje się 50 części wagowych krajanki poliamidowej. Temperaturę kąpeli podnosi się do 130°C i utrzymuje ją przez 4 godziny. Po ostudzeniu kąpeli krajankę płucze się bieżącą wodą i suszy. Otrzymuje się zabarwioną na kolor czerwony krajankę poliamidową o zawartości 80% typu barwnika w stosunku do masy krajanki.

Wytwarzane według wynalazku barwne koncentraty poliamidowe stapia się i wprowadza do stopionego polimeru poliamidu w stosunku 1:3 do 1:15 w zależności od żądanej mocy zabarwienia, metodą wtrysku lub mechanicznego mieszania. Następnie ze stopu tej mieszaniny formuje się na urządzeniach typowych włókno lub kształtki, które charakteryzują się równomiernym zabarwieniem na kolory o intensywnościach uzależnionych od zastosowanej krotności krajanki barwionej w stosunku do niebarwionej.

W celu uzyskania kolorów wypadkowych, indywidualne barwne koncentraty miesza się wstępnie przed dodaniem do stopionego polimeru.

Stosując do barwienia poliamidu w masie, barwne koncentraty otrzymane sposobem według wynalazku, uzyskuje się wybarwienia o wysokich wartościach użytkowych.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania zabarwionej krajanki poliamidowej przeznaczonej do barwienia włókien i innych wyrobów poliamidowych w masie w procesie ich wytwarzania, polegający na barwieniu krajanki poliamidowej w wodnej kąpeli farbiarskiej barwnikami kwasowymi i metalokompleksowymi typu 1:2, **znamienny tym**, że barwienie prowadzi się w kąpeli o wartości pH 1—4 w temperaturze powyżej 100°C pod ciśnieniem 2—3 atmosfer, korzystnie w temperaturze 130—140°C.