



Patent dodatkowy
do patentu nr 97 474

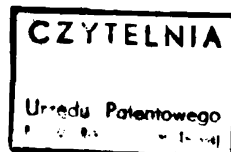
Zgłoszono: 16. 01. 78 (P. 204 032)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 10. 09. 79

Opis patentowy opublikowano: 15. 01. 1982

Int. Cl.² C08J 3/20



Twórcy wynalazku: Zbigniew Olszewski, Mariola Kaźmierska, Marian Nalewajko, Zbigniew Zaremba

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

Sposób wytwarzania zabarwionej krajanki poliamidowej

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania zabarwionej krajanki poliamidowej przeznaczonej do zabarwiania polimerów włóknotwórczych, szczególnie wyrobów poliamidowych.

Dotychczas jako środki do barwienia polimerów włóknotwórczych szczególnie przeznaczonych do włókien i innych wyrobów poliamidowych barwionych w masie w procesie ich wytwarzania, stosowano zabarwioną krajankę poliamidową, tzw. koncentraty barwne według patentu nr 97 474. Metoda ta polega na barwieniu krajanki poliamidowej w wodnej kąpieli farbiarskiej barwnikami kwasowymi i metalokompleksowymi typu 1:2, przy czym barwienie prowadzi się w kąpieli o wartości pH 1—4 w temperaturze powyżej 100°C pod ciśnieniem 2—3 atmosfer.

Sposobem według patentu nr 97 474 otrzymuje się zabarwioną krajankę poliamidową w kolorach tak zwanych podstawowych, przy użyciu jednego ewentualnie z domieszką drugiego barwnika. W celu uzyskania kolorów wypadkowych miesza się mechanicznie gotowe barwne koncentraty w kolorach podstawowych. Okazało się, że takie postępowanie nie pozwala na otrzymywanie kolorów powtarzalnych zgodnych odcieniem od założeń receptury kolorystycznej oraz powoduje nierównomierność (pasiastość) wybarwień gotowego wyrobu szczególnie przedzdy. Powodem tego jest różny ciężar właściwy poszczególnych koncentratów zabarwionych na kolory podstawowe i różny ich stopień elektryzacji.

2

W wyniku przeprowadzonych badań i prób nieoczekiwanie okazało się, że stosując do barwienia krajanki poliamidowej sposobem według patentu nr 97 474 odpowiednio dobrane ilościowo i jakościowo barwniki z grupy kwasowych i metalokompleksowych typu 1:2, otrzymuje się barwne koncentraty poliamidowe w kolorach wypadkowych, które zastosowane do barwienia w masie włókna poliamidowego zapewniają powtarzalność odcienia poszczególnych szarż produkcyjnych jak również eliminuje nierównomierność (pasiastość) gotowego wyrobu.

Sposobem według wynalazku barwienie prowadzi się w kąpieli o wartości pH 1—4, w temperaturze powyżej 100°C korzystnie w temperaturze 130 do 140°C, pod ciśnieniem 2—3 atmosfer, przy czym na 100 części krajanki poliamidowej dla uzyskania koncentratu w kolorze żółtym dodaje się 5,2—19 części wagowych barwnika o wzorze 1, 0,4—1,7 części wagowych barwnika o wzorze 4, w którym R₁ i R₃ oznaczają grupę metylową, lub atom wodoru, R₂ oznacza grupę metylową, grupę butylową, grupę metylokarboamidową lub atom wodoru, 14,0 do 50,0 części wagowych barwnika o wzorze 5, w którym symbol R oznacza grupę sulfonamidową lub atom wodoru. Dla uzyskania koncentratu w kolorze ciemno brunatnym dodaje się: 10,5—38 części wagowych barwnika o wzorze 1, 6,5—24 części wagowych barwnika o wzorze 4, którego symbole zostały omówione wyżej, 2,3—9 części wagowych bar-

wnika o wzorze 5, którego symbole omówiono wyżej, dla uzyskania koncentratu w kolorze złotym dodaje się: 1,3—4,8 części wagowych barwnika o wzorze 2, 1,7—6,0 części wagowych barwnika o wzorze 4, którego symbole podano wyżej, 16—60 części wagowych barwnika o wzorze 5, którego symbole podano powyżej, dla uzyskania koncentratu w kolorze terrakota dodaje się: 13—17 części wagowych barwnika o wzorze 1, którego symbole omówiono wyżej, 0,9—3,2 części wagowych barwnika o wzorze 4, którego symbole omówiono wyżej, 5,5—20,5 części wagowych barwnika o wzorze 5, którego symbole omówiono wyżej, dla uzyskania koncentratu w kolorze jasno brązowym dodaje się: 10—36 części wagowych barwnika o wzorze 2 i 3,5 do 13 części wagowych barwnika o wzorze 4, oraz 6—22 części wagowych barwnika o wzorze 5, dla uzyskania koncentratu w kolorze zielonym dodaje się: 1—4,5 części wagowe barwnika o wzorze 2 i 8—28,0 części wagowych barwnika o wzorze 4, oraz 10,5—38 części barwnika o wzorze 5, dla uzyskania koncentratu w kolorze pomarańczowym dodaje się: 11,5—41 części wagowych barwnika o wzorze 1 oraz 8,3—30 części wagowych barwnika o wzorze 5, dla uzyskania koncentratu barwiącego w kolorze czerwonym dodaje się: 17—60 części wagowych barwnika o wzorze 2 oraz 3—11 części wagowych barwnika o wzorze 5, dla uzyskania koncentratu w kolorze bordo dodaje się: 19—67 części wagowych barwnika o wzorze 2 i 0,8—3,2 części wagowych barwnika o wzorze 3, dla uzyskania koncentratu w kolorze ciemny beż dodaje się: 5—18 części wagowych barwnika o wzorze 1 i 7,5—27 części wagowych barwnika o wzorze 3 oraz 7,1—25,5 części wagowych barwnika o wzorze 5, dla uzyskania koncentratu w kolorze jasny beż dodaje się: 5,7—21 części wagowych barwnika o wzorze 1, 3,3—14 części wagowych barwnika o wzorze 2 i 2,2—8,3 części wagowych barwnika o wzorze 4 oraz 7,7—28 części wagowych barwnika o wzorze 5; dla uzyskania koncentratu w kolorze zielonym dodaje się: 1—4,5 części wagowe barwnika o wzorze 2, 8—28 części wagowe barwnika o wzorze 4 oraz 10,5—38 części wagowe barwnika o wzorze 5; dla uzyskania koncentratu w kolorze niebieskim dodaje się: 1,5—5,5 części wagowe barwnika o wzorze 2 i 18—65 części wagowe barwnika o wzorze 4; dla uzyskania koncentratu w kolorze chabrowym dodaje się: 0,9—3,5 części wagowe barwnika o wzorze 2 i 19—67 części wagowe barwnika o wzorze 4; dla uzyskania koncentratu w kolorze granatowym dodaje się: 5—18,5 części wagowe barwnika o wzorze 2 i 0,2—0,8 części wagowe barwnika o wzorze 3 oraz 14—51 części wagowe barwnika o wzorze 5; dla uzyskania koncentratu w kolorze czarnym dodaje się: 6—21 części wagowe barwnika o wzorze 2, 11,5—41 części wagowe barwnika o wzorze 4 i 2—8,5 części barwnika o wzorze 5.

Postępowanie sposobem według wynalazku umożliwiło otrzymywanie powtarzalnych kolorów wypadkowych barwnych koncentratów zgodnie z założoną recepturą kolorystyczną, tzn. o odpowiednim odcieniu i intensywności barwy. Ponadto nieoczekiwanie okazało się, że odporności użytkowe barwionych włókien w przypadku stosowania koncentra-

tów otrzymanych według wynalazku, w porównaniu do włókien otrzymanych przez barwienie koncentratami zabarwionymi na kolory indywidualne i późniejsze ich mieszanie, niespodziewanie uległy podwyższeniu szczególnie na tarcie 2—3° i czynniki mokre 1—2°. Poniżej podane przykłady ilustrują wynalazek.

Przykład I. Do aparatu ciśnieniowego wprowadza się 1000 części wagowych wody, 5 części wagowych 80% kwasu ortofosforowego i przy mieszanii dodaje się 28,23 części wagowe barwnika metalokomplexowego 1 : 2 C. I. Acid Yellow 129, 10,82 części wagowe barwnika C. I. Acid Orange 88 i 0,95 części wagowych barwnika C. I. Acid Blue 40. Po rozpuszczeniu barwnika do aparatu wprowadza się 100 części wagowych krajanki poliamidowej, temperaturę podnosi się do 130°C i barwi w tej temperaturze przez 4 godziny. Następnie zabarwioną krajankę płucze się i suszy. Otrzymuje się zabarwioną krajankę na kolor żółty.

Przykład II. Postępując jak w przykładzie I, stosuje się na 100 części wagowych krajanki 33,9 części wagowych barwnika C. I. Acid Yellow 129, 2,71 części wagowych barwnika C. I. Acid Red 211, oraz 3,29 części wagowych barwnika C. I. Acid Blue 30. Otrzymuje się zabarwioną krajankę na kolor stare złoto.

Przykład III. Postępując jak w przykładzie I, stosuje się na 100 części wagowych krajanki poliamidowej 16,66 części wagowych barwnika C. I. Acid Yellow 129 i 23,34 części wagowych barwnika C. I. Acid Orange 88. Otrzymuje się zabarwioną krajankę na kolor oranżowy.

Przykład IV. Postępując jak w przykładzie I, stosuje się na 100 części wagowych krajanki poliamidowej 34,0 części wagowych barwnika C. I. Acid Red 211 o wzorze 2 i 6,0 części wagowych barwnika C. I. Acid Yellow 129 o wzorze 5. Otrzymuje się zabarwioną krajankę na kolor czerwony.

Przykład V. Postępując jak w przykładzie I, stosuje się na 100 części wagowych krajanki poliamidowej 38,21 części wagowych barwnika C. I. Acid Red 211 o wzorze 2 i 1,79 części wagowych barwnika C. I. Acid Violet 87 o wzorze 3. Otrzymuje się zabarwioną krajankę na kolor bordo.

Przykład VI. Postępując jak w przykładzie I stosuje się na 100 części wagowych krajanki poliamidowej 14,47 części wagowych barwnika C. I. Acid Yellow 129 o wzorze 5, 10,01 części wagowych barwnika C. I. Acid Orange 88 o wzorze 1 i 15,32 części wagowych barwnika C. I. Acid Violet 87 o wzorze 3. Otrzymuje się zabarwioną krajankę w kolorze ciemno beżowym.

Przykład VII. Postępując jak w przykładzie I, stosuje się na 100 części wagowych krajanki poliamidowej 15,7 części wagowych barwnika C. I. Acid Yellow 129 o wzorze 5, 11,76 części wagowych barwnika C. I. Acid Orange 88 o wzorze 1, 7,84 części wagowych barwnika C. I. Acid Red 211 o wzorze 2 i 4,70 części wagowych barwnika C. I. Acid Blue 106 o wzorze 4. Otrzymuje się zabarwioną krajankę na kolor jasno beżowy.

Przykład VIII. Postępując jak w przykładzie I, stosuje się na 100 części wagowych krajanki poliamidowej 11,43 części wagowych barwnika C. I.

Acid Yellow 129 o wzorze 5 i 26,66 części wagowych barwnika C. I. Acid Orange 88 o wzorze 1 i 1,91 części wagowych barwnika C. I. Acid Blue 40 o wzorze 4. Otrzymuje się zabarwioną krajankę na kolor terrakota.

Przykład IX. Postępując jak w przykładzie I, stosuje się na 100 części wagowych krajanki poliamidowej 5,0 części wagowych barwnika C. I. Acid Yellow 129 o wzorze 5, 21,66 części wagowych barwnika C. I. Acid Orange 88 o wzorze 1 i 13,34 części wagowych barwnika C. I. Acid Blue 40 o wzorze 4. Otrzymuje się zabarwioną krajankę na kolor ciemny brąz.

Przykład X. Postępując jak w przykładzie I, stosuje się na 100 części wagowych krajanki poliamidowej 12,24 części wagowych barwnika C. I. Acid Yellow 129 o wzorze 5, 20,40 części wagowych barwnika C. I. Acid Red 211 o wzorze 2 oraz 7,36 części wagowych barwnika C. I. Acid Blue 40 o wzorze 4. Otrzymuje się zabarwioną krajankę na kolor jasny brąz.

Przykład XI. Postępując jak w przykładzie I, stosuje się na 100 części wagowych krajanki poliamidowej 21,54 części wagowych barwnika C. I. Acid Yellow 129 o wzorze 5, 2,46 części wagowych barwnika C. I. Acid Red 211 o wzorze 2, oraz 16,0 części wagowych barwnika C. I. Acid Blue 42 o wzorze 4. Otrzymuje się zabarwioną krajankę na kolor zielony.

Przykład XII. Postępując jak w przykładzie I, stosuje się na 100 części wagowych krajanki poliamidowej 3,0 części wagowych barwnika C. I. Acid Red 211 o wzorze 2 i 37,0 części wagowych barwnika C. I. Acid Blue 40 o wzorze 4. Otrzymuje się zabarwioną krajankę na kolor niebieski.

Przykład XIII. Postępując jak w przykładzie I, stosuje się na 100 części wagowych krajanki poliamidowej 38,08 części wagowych barwnika C. I. Acid Blue 129 o wzorze 4 i 1,93 części wagowych barwnika C. I. Acid Red 211 o wzorze 2. Otrzymuje się zabarwioną krajankę na kolor chabrowy.

Przykład XIV. Postępując jak w przykładzie I, stosuje się na 100 części wagowych krajanki poliamidowej 10,48 części wagowych barwnika C. I. Acid Red 211 o wzorze 2, 0,42 części wagowych barwnika C. I. Acid Violet 87 o wzorze 3 i 29,10 części wagowych barwnika C. I. Acid Blue 106 o wzorze 5. Otrzymuje się zabarwioną krajankę na kolor granatowy.

Przykład XV. Postępując jak w przykładzie I, stosuje się na 100 części wagowych krajanki poliamidowej 4,68 części wagowych barwnika C. I. Acid Yellow 129 o wzorze 5, 12,0 części wagowych barwnika C. I. Acid Red 211 o wzorze 2 oraz 23,32 części wagowych barwnika C. I. Acid Blue 106 o wzorze 4. Otrzymuje się zabarwioną krajankę na kolor czarny.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania zabarwionej krajanki poliamidowej na drodze barwienia krajanki poliamidowej w wodnej kąpieli farbiarskiej barwnikami kwasowymi i metalokompleksowymi typu 1 : 2, przy czym barwienie prowadzi się w kąpieli o wartości

pH 1—4, w temperaturze powyżej 100°C, korzystnie w temperaturze 130—140°C, pod ciśnieniem 2—3 atmosfer według patentu nr 97 474, **znamienny tym**, że na 100 części wagowych krajanki poliamidowej dodaje się: 5,2—38,0 części wagowych barwnika o wzorze 1, 0,4—23,5 części wagowych barwnika o wzorze 4, w którym symbole R_1 i R_2 oznaczają grupę metylową lub atom wodoru, R_2 oznacza grupę metylową, grupę butylową, grupę metylokarboamidową lub atom wodoru i 2,3—50,0 części wagowych barwnika o wzorze 5, w którym symbol R oznacza grupę sulfonamidową lub atom wodoru.

2. Sposób wytwarzania zabarwionej krajanki poliamidowej na drodze barwienia krajanki poliamidowej w wodnej kąpieli farbiarskiej barwnikami kwasowymi i metalokompleksowymi typu 1 : 2, przy czym barwienie prowadzi się w kąpieli o wartości pH 1—4, w temperaturze powyżej 100°C, korzystnie w temperaturze 130—140°C, pod ciśnieniem 2—3 atmosfer według patentu nr 97 474, **znamienny tym**, że na 100 części wagowych krajanki poliamidowej dodaje się: 1,3—36,0 części wagowych barwnika o wzorze 2, 0,9—41,0 części wagowych barwnika o wzorze 4, w którym symbole R_1 i R_2 oznaczają grupę metylową lub atom wodoru, a R_2 oznacza grupę metylową, grupę butylową, grupę metylokarboamidową lub atom wodoru, 2,0—60 części wagowych barwnika o wzorze 5, w którym symbol R oznacza grupę sulfonamidową lub atom wodoru.

3. Sposób wytwarzania zabarwionej krajanki poliamidowej na drodze barwienia krajanki poliamidowej w wodnej kąpieli farbiarskiej barwnikami kwasowymi i metalokompleksowymi typu 1 : 2, przy czym barwienie prowadzi się w kąpieli o wartości pH 1—4, w temperaturze powyżej 100°C, korzystnie w temperaturze 130—140°C, pod ciśnieniem 2—3 atmosfer według patentu nr 97 474, **znamienny tym**, że na 100 części wagowych krajanki poliamidowej dodaje się: 11,8—41,0 części wagowych barwnika o wzorze 1, 8,3—30 części wagowych barwnika o wzorze 5, w którym symbol R oznacza grupę sulfonamidową lub atom wodoru.

4. Sposób wytwarzania zabarwionej krajanki poliamidowej na drodze barwienia krajanki poliamidowej w wodnej kąpieli farbiarskiej barwnikami kwasowymi i metalokompleksowymi typu 1 : 2, przy czym barwienie prowadzi się w kąpieli o wartości pH 1—4, w temperaturze powyżej 100°C, korzystnie w temperaturze 130—140°C, pod ciśnieniem 2—3 atmosfer według patentu nr 97 474, **znamienny tym**, że na 100 części wagowych krajanki poliamidowej dodaje się: 17—67 części wagowych barwnika o wzorze 2 i 0,8—3,5 części wagowych barwnika o wzorze 5, w którym symbol R oznacza grupę sulfonamidową lub atom wodoru.

5. Sposób wytwarzania zabarwionej krajanki poliamidowej na drodze barwienia krajanki poliamidowej w wodnej kąpieli farbiarskiej barwnikami kwasowymi i metalokompleksowymi typu 1 : 2, przy czym barwienie prowadzi się w kąpieli o wartości pH 1—4, w temperaturze powyżej 100°C, korzystnie w temperaturze 130—140°C, pod ciśnieniem 2—3 atmosfer według patentu nr 97 474, **znamienny tym**, że na 100 części wagowych krajanki poliamidowej

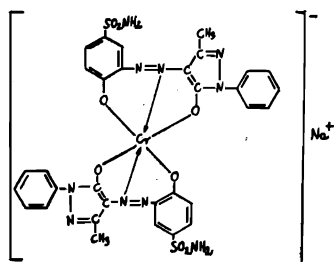
dodaje się: 5—18 części wagowych barwnika o wzorze 1, 7,5—27,0 części wagowych barwnika o wzorze 3 i 7,1—25,5 części wagowych barwnika o wzorze 5, w którym R oznacza grupę sulfonamidową lub atom wodoru.

6. Sposób wytwarzania zabarwionej krajanki poliamidowej na drodze barwienia krajanki poliamidowej w wodnej kąpieli farbiarskiej barwnikami kwasowymi i metalokompleksowymi typu 1:2, przy czym barwienie prowadzi się w kąpieli o wartości pH 1—4, w temperaturze powyżej 100°C, korzystnie w temperaturze 130—140°C, pod ciśnieniem 2—3 atmosfer według patentu nr 97 474, **znamienny tym**, że na 100 części wagowych krajanki poliamidowej dodaje się: 5,7—18,0 części wagowych barwnika o wzorze 1, 3,8—14,0 części wagowych barwnika o wzorze 2, 2,2—8,3 części wagowych barwnika o wzorze 4, w którym symbole R_1 i R_2 oznaczają grupę metylową lub atom wodoru, R_2 oznacza grupę metylową, grupę butylową, grupę metylokarboamidową lub atom wodoru, 7,7—28,0 części wagowych barwnika o wzorze 5, w którym symbol R oznacza grupę sulfonamidową lub atom wodoru.

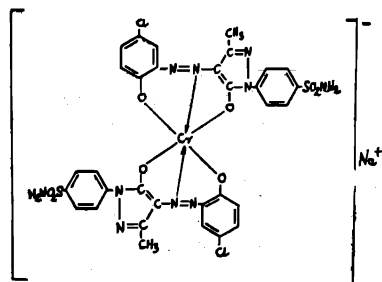
7. Sposób wytwarzania zabarwionej krajanki poliamidowej na drodze barwienia krajanki poliamidowej w wodnej kąpieli farbiarskiej barwnikami

kwasowymi i metalokompleksowymi typu 1:2, przy czym barwienie prowadzi się w kąpieli o wartości pH 1—4, w temperaturze powyżej 100°C, korzystnie w temperaturze 130—140°C, pod ciśnieniem 2—3 atmosfer według patentu nr 97 474, **znamienny tym**, że na 100 części wagowych krajanki poliamidowej dodaje się: 0,9—5,3 części wagowych barwnika o wzorze 2 i 18,0—67,0 części wagowych barwnika o wzorze 4, w którym symbole R_1 i R_2 oznaczają grupę metylową lub atom wodoru, R_2 oznacza grupę metylową, grupę butylową, grupę metylokarboamidową lub atom wodoru.

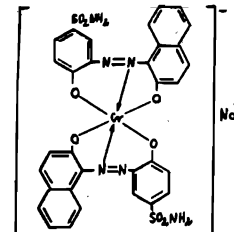
8. Sposób wytwarzania zabarwionej krajanki poliamidowej na drodze barwienia krajanki poliamidowej w wodnej kąpieli farbiarskiej barwnikami kwasowymi i metalokompleksowymi typu 1:2, przy czym barwienie prowadzi się w kąpieli o wartości pH 1—4, w temperaturze powyżej 100°C, korzystnie w temperaturze 130—140°C, pod ciśnieniem 2—3 atmosfer według patentu nr 97 474, **znamienny tym**, że na 100 części wagowych krajanki poliamidowej dodaje się: 5,0—19,0 części wagowych barwnika o wzorze 2, 0,2—0,8 części wagowych barwnika o wzorze 3 i 14,0—51,0 części wagowych barwnika o wzorze 5, w którym R oznacza grupę sulfonamidową lub atom wodoru.



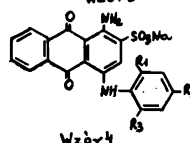
Wzór 1



Wzór 2



Wzór 3



Wzór 4

