

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Nr 29440.

Kl. 29 b, 3/02.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt n. M.

Sposób dodawania pigmentów lub barwników do wodnych roztworów przędzalniczych.

Zgłoszono 7 listopada 1938 r.

Udzielono 9 grudnia 1940 r.

Pierwszeństwo: 25 listopada 1937 r. (Niemcy).

201 f, 1/02

Znane jest wprowadzanie barwnych lub białych pigmentów nieorganicznych lub organicznych do roztworów przędzalniczych, z których wytwarza się włókna sztuczne lub błony. Pigmenty takie stosuje się zwłaszcza przy wytwarzaniu włókien ciętych.

Według znanych sposobów pigment rozprowadza się w roztworze przędzalniczym lub w części roztworu przędzalniczego albo w części rozpuszczalnika, stosowanego do wytwarzania roztworów przędzalniczych, przy użyciu młynów lub innych urządzeń do wytwarzania zawiesiny. To wytwarzanie zawiesiny pigmentów i barw-

ników w fabryce sztucznego jedwabiu jest kłopotliwe i zabiera dużo czasu, a często powoduje niepożądane zbyt długie dojrzewanie roztworu przędzalniczego. Z tego powodu proponowano dodawanie pigmentów do papki celulozowej w holendrze lub w maszynie papierniczej przed wytworzeniem z papki pochodnej celulozy.

Stwierdzono, że można osiągnąć dobre wyniki, jeżeli do roztworu przędzalniczego wcieli się specjalnie obrobiony pigment w postaci dających się ugniatać i walcować mas plastycznych, wytwarzanych z pigmentu i rozpuszczalnego w wodzie materiału wypełniającego za pomocą silnej

obróbki mechanicznej. Przez dłuższe ugniatanie lub walcowanie pigmentów przy użyciu małej ilości cieczy uzyskuje się bardzo subtelne rozprowadzenie pigmentu w materiale wypełniającym. Masa taka zawiera cząstki pigmentu w stanie znacznego rozdrobnienia. Po dodaniu tej masy do roztworu przedzalniczego cząstki pigmentu nie osiadają ani nie skupiają się. Jako materiał wypełniający stosuje się ciała, posiadające dobre właściwości emulgujące lub zwilżające, można jednak stosować również i inne materiały, nie posiadające tych właściwości. Dobre wyniki otrzymuje się stosując następujące materiały: ługi odpadkowe, powstające przy wytwarzaniu celulozy siarczynowej, i produkty kondensacji aromatycznych kwasów sulfonowych z aldehydami alifatycznymi o małej cząsteczce lub też zwykłe sole, np. siarczan sodu, które z odpowiednimi ilościami wody tworzą masy plastyczne bądź same, bądź w mieszaninie z innymi materiałami wypełniającymi. Materiały te najbardziej się nadają dzięki swej taniości, można jednak używać wszystkich materiałów, które w mieszaninie z pigmentem i ewentualnie z małymi ilościami rozpuszczalników dzięki obróbce przechodzą w masy plastyczne. Rozdrobnienie poszczególnych cząstek pigmentu i subtelne rozprowadzenie w masie plastycznej zależą od wielkości tarcia wewnątrz masy przy walcowaniu lub ugniataniu.

Wielkość cząstek pigmentu, uzyskiwana za pomocą mechanicznej obróbki masy plastycznej, zawierającej pigment, jest mniejsza i od wielkości, uzyskiwanej za pomocą jakiegokolwiek innego sposobu rozdrabniania. Siła krycia i wydajność pigmentu wzrasta znacznie dzięki stosowaniu pigmentu sposobem według wynalazku niniejszego. Włókna, wytworzone z roztworu przedzalniczego, są w tym przypadku przy jednakowej zawartości pi-

gmentu znacznie mocniejsze. Masy plastycznej, zawierającej pigment, można dodawać do roztworu przedzalniczego, do rozpuszczalnika lub do pochodnej celulozy bezpośrednio lub w postaci proszku lub ziarn.

Masy, zawierające pigment, można również dodawać do filtrowanego już i przygotowanego do przedzenia roztworu przedzalniczego, przy czym zdolność tego roztworu do przedzenia i pewność przedzenia nie zostają przez to zmniejszone. Jest to szczególnie ważne przy wytwarzaniu sztucznych włókien matowych lub zabarwionych, ponieważ unika się przez to zanieczyszczenia filtrów pigmentami lub barwnikami. Dzięki łatwej rozpuszczalności masy plastycznej, zawierającej pigment, w roztworach przedzalniczych masy te można stosować szczególnie korzystnie przy przeprowadzaniu sposobów według których pigmentu lub barwnika dodaje się do gotowego roztworu przedzalniczego przed lub po usunięciu powietrza, np. w zbiorniku przedzalniczym przed usunięciem powietrza, w maszynie przedzalniczej lub w przewodzie do maszyny przedzalniczej. Do całkowicie jednородnego rozprowadzenia pigmentu w gotowym roztworze przedzalniczym wystarcza np. krótkotrwałe mieszanie tego roztworu po wprowadzeniu do niego masy plastycznej, zawierającej pigment.

Sposób według wynalazku nadaje się bardzo dobrze do wprowadzania nierozpuszczalnych barwników nieorganicznych lub organicznych albo białych pigmentów do roztworu przedzalniczego w celu trwałego zabarwienia lub trwałego zmatowania włókien.

W zasadzie wszystkie pigmenty można wprowadzać do roztworów przedzalniczych w opisany sposób bez uprzedniego ucierania ich z cieczami.

Poniżej podane są przykłady przepro-

wadzania sposobu według wynalazku niniejszego, w których jako roztwór przedzalniczy stosuje się wiskozę. W zasadzie sposób według wynalazku niniejszego można stosować przy używaniu wszelkich innych wodnych roztworów przedzalniczych.

Przykład I. 15 — 30 g masy plastycznej, zawierającej 70% dwutlenku tytanu i 30% soli sodowej produktu kondensacji kwasu β -naftalenosulfonowego i formaldehydu i wytworzonej przez wspólne ugniatanie tych ciał w gniotowniku, np. w gniotowniku Wernera-Pfleiderera, miesza się przez krótki czas z 10 litrami wiskozy o zawartości 7,8% celulozy i 6,5% ługu sodowego otrzymując jednorodną mieszaninę, z której po usunięciu powietrza przedzie się nici w zwykły sposób. Otrzymane włókna są o 20 — 25% mocniejsze od włókien wytworzonych z wiskozy, do której bezpośrednio dodano taką samą ilość dwutlenku tytanu.

Przykład II. 10 litrów wiskozy miesza się tak, jak podano w przykładzie I, przed lub po przesączeniu z 45 g masy plastycznej, zawierającej 40% dwutlenku tytanu i 60% dającej się ugniać mieszaniny soli sodowej produktu kondensacji, otrzymanego z kwasu β -naftalenosulfonowego i formaldehydu, i soli glauberskiej.

Przykład III. 10 litrów wiskozy, zawierającej 7,2% celulozy i 6,5% ługu sodowego, miesza się z 60 g masy plastycznej, zawierającej 40% sadzy (np. gazowej, naftalenoowej lub antracenoowej) i 60% soli sodowej produktu kondensacji, otrzymanego z kwasu naftalenosulfonowego i formaldehydu. Jeżeli stosuje się roztwór przedzalniczy przesączony, to wystarczy krótkotrwałe mieszanie i usunięcie następnie powietrza z roztworu przedzalniczego, który jest wtedy gotowy do przedzenia.

Przykład IV. Do 10 litrów wiskozy,

zawierającej 7,2% celulozy i 6% ługu sodowego, dodaje się taką ilość masy plastycznej, zawierającej pigment barwny, aby gotowe włókna zawierały 1 — 3% barwnika w przeliczeniu na celulozę. Masy plastycznej dodaje się bądź na sucho, bądź w postaci bardzo drobnej zawiesiny, wytworzonej w części roztworu przedzalniczego lub w cieczy, mieszającej się z cieczą przedzalniczą, np. w wodzie. Masa plastyczna oprócz barwnika zawiera 40 — 60% niebarwników. Rozprowadzenie cząstek barwnika w masie plastycznej jest znacznie subtelniejsze od rozprowadzenia cząstek barwników w zwykłych suchych pigmentach handlowych. Masa plastyczna może zawierać wszystkie nierozpuszczalne barwniki i pigmenty, tak iż można wytwarzać zarówno matowe, jak i zabarwione włókna we wszelkich odcieniach. Jako barwniki stosuje się np.: „Lichtehtorange“, barwnik „Pergamentrot“, indygo, barwniki indantrenowe, barwnik „Helioenblau“ itd.

Przykład V. 70 części dwutlenku tytanu, 30 części produktu kondensacji, otrzymanego z kwasu naftalenosulfonowego i formaldehydu, zadaje się taką ilością wody, aby dzięki intensywnej obróbce mechanicznej, przeprowadzanej najlepiej w gniotowniku Werner - Pfeleiderera, powstała masa plastyczna. Zamiast gniotowinka można stosować podobne urządzenie, np. młyn walcowy lub prasę taśmową itd., to jest wszystkie takie urządzenia, które same nie działają rozdrabniająco, lecz które przez działanie mechaniczne powodują zmianę kształtu masy plastycznej, a przez to rozcierają osadzone w materiale nośnikowym cząstki pigmentu. W ten sposób już w krótkim czasie osiąga się znaczny stopień rozdrobnienia. Rozwalczona na błonę masa plastyczna daje się lepiej suszyć. W razie potrzeby masę po wysuszeniu można zemleć.

Przykład VI. 40 części dwutlenku tytanu, 40 części odpadkowego ługu siarczynowego i 20 części siarczanu sodu obrabia się w sposób, opisany w przykładzie V, przy czym dodaje się odpowiednią ilość wody.

Przykład VII. 40 części sadzy, 60 części produktu kondensacji, otrzymanego z kwasu naftalenosulfonowego i formaldehydu, obrabia się w sposób opisany w przykładzie V.

Przykład VIII. 40 części barwnika, wytworzonego sposobem według patentu niemieckiego nr 608 442, i 60 części produktu kondensacji, otrzymanego z kwasu naftalenosulfonowego i formaldehydu, obrabia się w sposób opisany w przykładzie V.

Przykład IX. 60 części indyga i 40 części produktu kondensacji, otrzymanego z kwasu naftalenosulfonowego i formaldehydu, obrabia się w sposób opisany w przykładzie V.

Przykład X. 40 części barwnika „Heiligenblau B“ (porównaj Chem. Ztg. 60, str. 375) i 60 części produktu kondensacji, otrzymanego z kwasu naftalenosulfonowego i formaldehydu, obrabia się w sposób opisany w przykładzie V.

Przykład XI. 40 części barwnika, wymienionego w przykładzie X, i 40 części produktu kondensacji, otrzymanego z kwasu naftalenosulfonowego i formaldehydu, oraz 20 części siarczanu amonu obrabia się w sposób opisany w przykładzie V. Otrzymana w ten sposób masa plastyczna daje się dobrze wprowadzać do zwykłego miedziowo - amoniakalnego roztworu przedzalniczego, który daje się łatwo prząść. Otrzymuje się zabarwione na niebiesko włókna o bardzo dobrych właściwościach.

Przykład XII. 60 części barwnika „Permanentrot FRL“ (porównaj Schultz Farbstofftabellen, wydanie 7, tom 2, str.

174) i 40 części produktu kondensacji, otrzymanego z kwasu naftalenosulfonowego i formaldehydu, obrabia się w sposób opisany w przykładzie V.

Przykład XIII. 60 części barwnika „Permanentorange „G“ (porównaj Schultz Farbstofftabellen, wydanie 7, tom 2, str. 174) i 40 części produktu kondensacji, otrzymanego z kwasu naftalenosulfonowego i formaldehydu, obrabia się w sposób opisany w przykładzie V.

Przykład XIV. 20 części *p*-anizydyny kwasu 1.2 - benzokarbazolu - BZ - 3 - oksy - BZ - 2 - karbonowego, 40 części soli sodowej kwasu benzylosulfanilowego i 40 części produktu kondensacji, otrzymanego z kwasu naftalenosulfonowego i formaldehydu, obrabia się w sposób opisany w przykładzie V. Otrzymana w ten sposób masa plastyczna daje się z łatwością wprowadzać do zwykłego miedziowo - amoniakalnego roztworu przedzalniczego, który łatwo się przędzie. Na wyprzędzonych włóknach można przez wywoływanie składnikami dwuazowymi w zwykły sposób wytwarzać dowolne odcienie barw.

Przykład XV. 50 części barwnika „Indigoblau RS“ i 50 części etanoloamidu kwasu tłuszczowego ziarnistego oleju palmowego obrabia się w sposób opisany w przykładzie V. Masę dodaje się do roztworu trójacetylcelulozy i lodowego kwasu octowego. Po jednorodnym rozproszczeniu odlewa się z zabarwionego roztworu przedzalniczego błonę, którą się wzmacnia następnie w wodnym roztworze chlorku amonu. Błona zawiera barwnik w stanie największego rozdrobnienia.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób dodawania pigmentów lub barwinków do wodnych roztworów przedzalnicznych, znamienny tym, że dodaje się barwników tych lub pigmentów po zmie-

szaniu ich z rozpuszczalnym w wodzie materiałem nośnikowym, który ugniata się mechanicznie wraz z pigmentami lub barwnikami na jednorodną plastyczną masę ewentualnie z dodatkiem wody lub innej odpowiedniej cieczy.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że dodaje się masy plastycz-

nej do roztworu przędzalniczego po jego przesączeniu.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.