



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

254718

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴

G 03 C 7/26

(22) Přihlášeno 13 02 85

(21) PV 1001-85

(40) zveřejněno 11 06 87

(45) Vydáno 15 11 88

(75)

Autor vynálezu

DOSTÁL JOSEF ing., HRADEC KRÁLOVÉ, VÍT VÁCLAV ing., SENDRAŽICE,
ARIENT JOSEF dr. ing. DrSc., PARDUBICE

(54) Způsob emulgace vodонераzpustných barvotvorných složek

Způsob emulgace vodонераzpustných barvotvorných složek a jiných ve vodě nerozpustných látek, který je vyznačen tím, že se vodонераzpustná složka rozpustí ve směsi nízkovroucího a vysokovroucího rozpouštědla a nízkovroucí rozpouštědlo se z roztoku odpaří ještě před emulgací.

Vynález se týká způsobu emulgace vodonerozpustných barvotvorných složek a jiných, ve vodě nerozpustných látek, používaných pro výrobu světlocitlivých, halogenstříbrných i černobílých materiálů.

Emulgace vodonerozpustných barvotvorných složek i jiných ve vodě nerozpustných látek, používaných pro výrobu barevných nebo chromogenně vyvolávaných černobílých materiálů jako jsou sensibilizátory, absorbéry ultrafialového záření, stabilizátory apod., se provádí jejich emulgací v organických rozpouštědlech o teplotě varu 170 °C event. vyšší, které se nemísí s vodou. Tato vysokovroucí rozpouštědla se používají k emulgaci většinou v kombinaci s nízkovroucími rozpouštědly, zřídka samotná. Nízkovroucí rozpouštědla umožňují, případně urychlují, rozpouštěcí efekt.

Jako vysokovroucí rozpouštědla, která se nemísí s vodou, se používají di-n-butylftalát, benzylsulfát, tri-o-kresylfosfát, monofenyl-di-o-chlorfenylfosfát, dioktylftalát a další (US 2 322 027, DE 2 536 191).

Výběr nízkovroucích rozpouštědel, jimiž se napomáhá převádění vodonerozpustných materiálů od roztoku vysokovroucích rozpouštědel je velmi náročný, protože rozpouštědla musí splňovat celou řadu technologických, bezpečnostních, hygienických a ekonomických podmínek (DE 2 528 845, 2 532 225, 2 536 191), GB 1 142 553, US 2 801 171 a další).

Vlastní technologický postup v přípravě emulgátoru spočívá v tom, že vodonerozpustná složka se rozpustí ve směsi nízkovroucího a vysokovroucího rozpouštědla nebo rozpouštědel a roztok se rozmíchá s vodným roztokem želatiny pomocí kavitačního míchadla při teplotě 30 až 90 °C. Nízkovroucí rozpouštědlo se potom z želatinové emulze oddestiluje.

Vzhledem k tomu, že se k emulgaci používá značného nadbytku nízkovroucího rozpouštědla (1 až 10násobku hmotnosti složky), je oddělování nízkovroucího rozpouštědla obtížné a energeticky náročné. Emulgát při destilaci silně pění, některá rozpouštědla se z vodné emulze špatně oddestilovávají a téměř nikdy se za těchto podmínek nepodaří odstranit nízkovroucí rozpouštědlo úplně, takže určité zbytkové množství nízkovroucího rozpouštědla zůstává v emulzi a může při následujícím polevu a sušení způsobovat různé potíže hygienického nebo bezpečnostního charakteru.

Nyní byl nalezen nový způsob přípravy emulgátu za pomoci nízkovroucího rozpouštědla. Jeho princip spočívá v tom, že barvotvorná složka nebo jiný vodonerozpustný materiál se rozpustí ve směsi nízkovroucího a vysokovroucího rozpouštědla, ale nízkovroucí rozpouštědlo se oddestiluje z roztoku ještě před emulgací. Vodonerozpustná látka, která se rozpustila ve vysokovroucím rozpouštědle za pomoci nízkovroucího rozpouštědla se po jeho úplném nebo částečném odstranění již nevylučuje z roztoku. Roztok se rozmíchá pomocí kavitačního míchadla při teplotě 30 až 90 °C s vodným roztokem želatiny. V samotném vysokovroucím rozpouštědle se složky ve výše uvedeném poměru složka - vysokovroucí rozpouštědlo při teplotě pod bodem tání složky nerozpouští.

Nový technologický postup má oproti dosud používanému postupu řadu výhod. Oddělování nízkovroucího rozpouštědla probíhá hladce, bez jakéhokoli pění a bez rozkladu složky, nízkovroucí rozpouštědlo lze tímto způsobem kvantitativně oddělit ze směsi a to v čisté formě, takže regenerované nízkovroucí rozpouštědlo je možno bez dalšího čištění použít k dalšímu rozpouštění. Destilace je energeticky méně náročná a připravené emulgáty vykazují minimálně tytéž hodnoty jako emulgáty připravované původním postupem.

P ř í k l a d 1

5 g 5-metyl-4,6-dichlor-2/2,4-di-terc.pentylfenoxy-1-etylacetamido/fenolu (azurová složka) se rozpustí ve směsi 10 ml dichlormetanu, 2ml dibutylftalátu, 2 ml p-nonylfenoxytetraetylenoxidu a 0,2 g p-nonylfenoxibutansulfonanu sodného za varu.

Po rozpuštění složky bylo nízkovroucí rozpouštědlo (dichlormetan) kvantitativně oddestilováno. Roztok byl pomocí kavitačního míchadla při teplotě 50 °C emulgován do 50 ml 5% roztoku inertní želatiny. Vznikl emulgát A1. Obdobným způsobem, ale bez odpaření metylenchloridu, byl připraven emulgát A2 a emulgát A3, z něhož byl metylenchlorid odpařen až po emulgaci.

Parametry emulgátů jsou uvedeny v následující tabulce.

	Emulgát A1	Emulgát A2	Emulgát A3
Polydisperzita			
v N-stupních	1	1,5	1,5
d-střední velikost			
částic v μm	0,29	0,32	0,28

P ř í k l a d 2

5 g 1-pivaloyl-1-(3-chlor-1,2,4-triazolyl-2)-2-chlor-5-(2,5-di-terc.pentylfenoxybutyl-amido)acetanilidu (žlutá složka) se rozpustí ve směsi 20 ml etylacetátu a 4 ml dibutylftalátu (Emulgát B) nebo v 20 ml dichlormetanu a 4 ml p-nonylfenoxytetraetylenoxidu (Emulgát C) za teploty 40 až 60 °C. Po rozpouštění složky byl z roztoku B odpařen etylacetát z 95 % (19 ml) a roztoku C byl odpařen dichlormetan z 90 % (18 ml) a získané roztoky byly zemulgovány s vodným roztokem inertní želatiny stejným způsobem jako v příkladu 1, Emulgát A, a upraveny na obdobné emulgáty B1, B2, B3 a C1, C2 a C3. Parametry emulgátů jsou uvedeny v následující tabulce.

Emulgát	B1	B2	B3	C1	C2	C3
Polydisperzita	0,5	1,2	1,0	0,5	1,5	1,5
v N-stupních						
d-střední velikost	0,27	0,34	0,30	0,20	0,30	0,27
částic v μm						

P ř í k l a d 3

5 g 1-(2,4,6-trichlorfenyl)-3/3(2,5-di-terc.pentylfenoxyacetamido)benzoylamido/pyrazolonu-5 se rozpustí ve směsi 15 ml dichlormetanu a 4 ml tris(2-ethylhexyl)fosfátu a připraví se emulze D1, D2 a D3 obdobným způsobem jako emulze A, v příkladu 1.

P ř í k l a d 4

5g 1(2,4,6-trichlorfenyl)-3-)2-chlor-5-oktadecylsukcinimido)fenylaminopyrazolonu-5 se rozpustí v 15 ml etylacetátu a 5 ml dibutylftalátu a roztok se zpracuje na emulgát E1, E2 a E3 stejným způsobem jako v příkladě 1, byl připraven Emulgát A1 až A3. Parametry emulgátů D a E jsou uvedeny v následující tabulce.

Emulgát	D1	D2	D3	E1	E2	E3
Polydisperzita	0,5	1,5	2,0	0,75	1,0	1,0
v N-stupních						
d-střední velikost	0,25	0,30	0,275	0,25	0,24	0,22
částic v μm						

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob emulgace vodonerozpustných barvotvorných složek a jiných ve vodě nerozpustných látek vyznačený tím, že se vodonerozpustná složka nebo ve vodě nerozpustná látka rozpustí ve směsi vysokovroucího a nízkovroucího rozpouštědla a nízkovroucí rozpouštědlo se z roztoku odpaří ještě před emulgací.