



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

208673

(11) (B2)

(22) Přihlášeno 30 07 79
(21) (PV 5284-79)
(32) (31)(33) Právo přednosti od 21 06 79
(5803/79) Švýcarsko

(51) Int. Cl.³
D 01 F 1/04
C 09 B 67/08

(40) Zveřejněno 31 12 80

(45) Vydáno 15 03 84

(72) Autor vynálezu LAELY ANDREAS dr., ALLSCHWIL, ZWAHLEN GÜNTHER, DORNACH (ŠVÝCARSKO) a
BUXBAUM LOTHAR dr., LINDENFELS/ODENWALD (NSR)
(73) Majitel patentu CIBA-GEIGY AG, BASILEJ (ŠVÝCARSKO)

(54) Způsob výroby pigmentových přípravků s obsahem 3 až 30 %
hmotnostních pigmentů pro barvení lineárních polyesterů ve hmotě

Je známo, že se lineární polyester barví ve hmotě za použití přípravku zvaného master-
bač. Při tomto způsobu se do zvláknovatelného polyesterového materiálu přidává termoplastic-
ká pryskyřice s přimíchaným pigmentem ve formě granulátu, prášku nebo řízků.

Při způsobu podle britského patentového spisu číslo 1 044 378 se pigmentový koncentrát
vyrábí plastifikací směsí pigmentu a nízkotajícího polyesteru a zpracovává se pak do barve-
né hmoty polyesteru s vyšší teplotou tání.

Pigmentový koncentrát získaný plastifikačním hnětením nemá ve většině případů pro bar-
vení ve hmotě potřebné rozptýlení a jemnost pigmentu, což je obzvláště nepříznivé při barve-
ní organickými pigmenty.

Projevuje se to například nepříjemným zvýšením tlaku v aparatuře pro zvláknování ta-
veniny, na zvýšených počtech přetrhů vláken, na špatné dloužitelnosti, nepříznivým ovlivně-
ním textilních charakteristik a ne nakonec špatným efektem vybarvení.

Při způsobu popsaném v americkém patentovém spisu 4 012 358 se navrhuje předcházet těm-
to obtížím tak, že se nejdříve připraví předkondenzát z 50 až 75 dílů pigmentu a 50 až 25
dílů polyethylenu, který se roztaví s jednonásobným až čtyřnásobným množstvím zvláknovat-
ného polyesteru a zpracuje se na granulát.

Nedostatek tohoto způsobu je založen na tom, že se polyethylen a polyester nesnášejí
a mají výrazný sklon k vytváření dvou fází, čímž se získá nehomogenní směs, která opět mů-
že nepříznivě ovlivňovat chování při zvláknování a dloužení a vlastnosti vyrobených poly-
esterových vláken.

208673

Přívodními kanály 42, 1, 1c může být také přiváděn normální, nekondicionovaný čerstvý
vzduch, který může sloužit k obnově vzduchu v tkací hale 21, jakož i k vyčištění prostoru
21 uvnitř stroje.

Nyní byl nalezen způsob pro výrobu pigmentových přípravků k barvení lineárních polyesterů ve hmotě, který nemá nedostatky obou ze stavu techniky známých způsobů a vede k produktu s mimořádně jemným rozptýlením pigmentu v pryskyřici slučitelné se zvláknovaným polyesterem.

Způsob podle vynálezu je vyznačen tím, že se vyrábí předkoncentrát z 20 až 80 dílů pigmentu a 80 až 20 dílů polyesteru o teplotě tání 60 až 160 °C hnětením a rozpouštědlem a solí nebo způsobem výměny fáze, který se roztaví se zvláknovatelným lineárním polyesterem a zpracuje se na granulát.

S výhodou se při výrobě předkoncentrátu vychází z 40 až 60 dílů pigmentu a 60 až 40 dílů polyesteru.

Účelně se taví a granuluje předkoncentrát z pigmentu a polyesteru v takovém množství se zvláknovatelným lineárním polyesterem, aby granulát obsahoval 3 až 30 % hmotnostních, s výhodou 5 až 25 % hmotnostních pigmentu.

Jakožto pigmenty přicházejí v úvahu jak anorganické tak také organické pigmenty, které jsou stále v polyesterové tavenině, přičemž se organickým pigmentům dává přednost. Jakožto anorganické pigmenty se jako příklady uvádějí: oxidy a sulfidy kovů, ultramarín, bílé pigmenty, jako je oxid titaničitý a další anorganické pigmenty.

K výhodným organickým pigmentům patří kromě sazí všechny známé pigmenty vhodné pro barvení polyesterů ve hmotě, jako například pigmenty ze třídy azopigmentů, azomethinových pigmentů, pigmentů antrachinonových, chinofthalonových, ftalocyaninových, perinonových, perylentetrakarboxylové kyseliny ve formě diimidu, pigmentů na bázi dianhydridu kyseliny perylentetrakarboxylové, pigmentů dioxazinových, thioindigových, iminoisocindolinonových nebo chinakridonových pigmentů.

Vhodné jsou také kovové komplexy, například azobarviv, azomethinových nebo methinových barviv s charakterem pigmentů.

Jakožto polyesterů se může použít lineárních termoplastických polyesterů na bázi aromatických nebo alifatických dikarboxylových kyselin nebo směsí aromatických a alifatických dikarboxylových kyselin s alifatickými dioly.

Aromatickými dikarboxylovými kyselinami jsou například kyselina tereftalová nebo iso-ftalová. Jakožto alifatické dikarboxylové kyseliny přicházejí v úvahu lineární nebo rozvětvené dikarboxylové kyseliny až s 20 atomy uhlíku, s výhodou se 4 až 12 atomy uhlíku.

Jakožto příklady se uvádějí kyselina azelainová, sebaková a adipová. Jakožto dioly přicházejí v úvahu například ethylenglykol, 1,4-butandiol, 1,4-di(hydroxymethyl)cyklohexan nebo neopentylglykol, které se kondenzují s dikarboxylovými kyselinami na polykondenzát, jehož molekulární hmotnost je s výhodou 18 000 až 30 000 a který má teplotu tání 60 až 160 °C, s výhodou 100 až 160 °C.

Pro způsob podle vynálezu jsou obzvláště výhodné polyester, které obsahují:

a) 25 až 30 % molových zbytků tereftalové kyseliny, 20 až 25 % molových zbytků azelainové kyseliny nebo hmotnostně stejné množství zbytků alifatické dikarboxylové kyseliny se 4 až 12 atomy uhlíku a

b) 50 % molových zbytků butandiolu a diethylenglykolu nebo triethylenglykolu v poměru 15:1 až 5:1.

V tomto polyesteru se může asi 7 % molových zbytků tereftalové kyseliny nahradit zbytky iso-ftalové kyseliny. Rovněž může diethylenglykol obsahovat až 20 % hmot. ethylenglykolu.

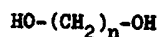
Způsobem podle vynálezu používané polyesteru jsou s výhodou při teplotě 80 až 90 °C alespoň částečně rozpustné v diacetonalkoholu a/nebo dimethylformamidu, popřípadě ve směsi diacetonalkoholu a dimethylformamidu.

Předkondenzát pigmentu a polyesteru se s výhodou vyrábí hnětením v rozpouštědle a soli, čímž se dosahuje nejvyšší možné jemnosti a rozptýlení pigmentu v polyesteru. Zpracování se provádí s výhodou při zvýšené teplotě, například při teplotě 80 až 95 °C, v přítomnosti anorganické soli, zvláště chloridu sodného, avšak také chloridu draselného, síranu sodného nebo chloridu barnatého.

Soli se pak mohou vymýt jednoduchým způsobem vodou. Při hnětení je výhodné přidávání rozpouštědla, zvláště ve vodě rozpustného organického rozpouštědla, jako je například diacetonalkohol nebo dimethylformamid, ve kterém je používán polyester alespoň částečně rozpustný. Po ukončení hnětení se hnětená hmota zbaví, účelně vodou, solí, zbaví se rozpouštědla a vysuší se.

Rovněž dobré výsledky se získají, zvláště když jsou pigmenty samy o sobě dobře jemné, způsobem tak zvané výměny fází čili flushováním, přičemž se flushování čili výměna fází provádí do taveniny nebo do koncentrovaného roztoku polyesteru.

Jakožto zvláknovatelné lineární polyesteru, se kterými se získané předkoncentráty rozstavují a zpracovávají na masterbač, se uvádějí zvláště polyesteru, které se získají polykondenzací tereftalové kyseliny nebo jejích esterů s glykoly obecného vzorce



kde n znamená číslo 2 až 10, nebo s 1,4-di(hydroxymethyl)cyklohexanem nebo polykondenzací glykoletherů hydroxybenzooxy kyselin. Pojem lineární polyesteru zahrnuje také kopolyestery, které se získají částečnou náhradou tereftalové kyseliny jinou dikarboxylovou kyselinou nebo hydroxykarboxylovou kyselinou a/nebo částečnou náhradou glykolu jiným diolem.

Obzvláštní význam mají však polyethyltereftaláty, které jsou většinou identické s barvenými lineárními polyesteru. Pro výrobu pigmentových přípravků se polyethyltereftalát účelně mísí s homogenní směsí předkoncentrátu pigmentu a polyesteru vhodnými způsoby, směs se taví v extruderu jednošnekovém nebo dvoušnekovém nebo v kontinuálně pracujícím hnětáku a převádí se na granulát.

Zpracování na granulát je také možno bez předmísení v extruderu, do kterého se dává jednoduše jemně zrnitý předkoncentrát, jednak polyethyltereftalátový granulát v žádaném hmotnostním poměru kontinuálním způsobem.

Žádaného obsahu pigmentu v granulátu, s výhodou 5 až 25 % hmotnostních, se může dosahovat přidáváním odpovídajícího množství zvláknovatelného lineárního polyesteru do předkoncentrátu.

Zpravidla se spolu taví přibližně stejné množství předkoncentrátu a lineárního polyesteru a tavenina se zpracovává na válečkovitý nebo hranatý granulát. Pro výrobu pigmentového koncentrátu se může také použít směsi různých pigmentů. Rovněž se může použít směsi různých polyesterů.

Dvoustupňově prováděný způsob má kromě toho tu přednost, že současným použitím pigmentových koncentrátů různých odstínů při přetavování s vláknotvorným polyesterem na granulát je možno vyrábět vhodně homogenní granuláty zvláštních odstínů. Pigmentové předkoncentráty se také mohou kombinovat s barvivými rozpustnými v polyesteru.

Pigmentové přípravky vyrobené způsobem podle vynálezu umožňují při barvení polyesterových vláken ve hmotě dosahovat užitečného rozptýlení pigmentu v polyesteru, přičemž se nepříznivě neovlivňuje ani proces zvláknování ani proces dloužení, ani se nesnižuje kvalita vláken.

Přes poměrně nízkou teplotu tání polyesteru v předkondenzátu, jehož odpovídající množství se dostává do hotového vlákna, nejsou granulované pigmentové přípravky lepidlé a mohou se proto sušit při teplotách běžných ve vláknářském průmyslu, 160 °C, i při teplotách vyšších.

Barvení ve hmotě polyesterů pigmentovými přípravky, získanými způsobem podle vynálezu se provádí o sobě známými způsoby, přičemž se barvený polyester, výhodně ve formě prášku, řízků nebo granulátu, mísí s pigmentovým přípravkem, taví se v extruderu a lisuje se na fólie nebo vlákna nebo se odlévá na desky. V tomto případě má zvláštní význam vytlačování ve formě vláken, protože se při tomto způsobu nejvýrazněji uplatňují přednosti barvených lineárních polyesterů tímto způsobem.

V následujících příkladech jsou díly a procenta, pokud není jinak uvedeno, míněny hmotnostně a teploty se uvádějí ve °C.

P ř í k l a d 1

Ve vyhřívatelem a chladitelem dvoupášťovém hnětáku o obsahu 50 litrů se hněte 7,5 kg obchodně pod označením Dynapol L 206 získatelného lineárního termoplastického kopolyesteru společnosti Dynamit Nobel AG, sestávajícího z aromatické dikarboxylové kyseliny a alifatického diolu, o molekulární hmotnosti 18 000 až 20 000 a teplotě tání 90 až 115 °C, 5,0 kg pigmentové červeně 166 podle Colour Indexu, 30,0 kg jemně mletého chloridu sodného a 4,5 kg diacetonalkoholu po dobu 5 hodin při teplotě hnětené hmoty 85 až 90 °C.

Přidáním vody se hnětená hmota převede na poměrně jemně zrnitý granulát, který se suspenduje asi do 250 l vody a podrobí se mletí za mokra.

Získaná suspenze se filtruje a promyje se vodou k odstranění solí a rozpouštědla. Pak se suší po dobu 48 hodin při teplotě 75 °C ve vakuové sušárně.

5,0 kg tohoto jemného granulátu se smíchá s 5,0 kg práškovitého polyethyltereftalátu, připraveného buď mletím granulátu v kladivovém mlýně za přísady pevného oxidu uhličitého, nebo vysrážením z roztoku granulátů, například v gama-butyrolaktonu, přísadou vody, filtrací a usušením, přičemž se mísení provádí po dobu tří hodin na válečkovém stojanu; tato směs se pak suší po dobu 72 hodin za vakua při teplotě 60 až 70 °C a pak se přetavuje v laboratorním ko-hnětáku systému List (Typ PR/ASV 46, Buss) při teplotě 175 až 242 °C na drát, který se na řezacím stroji (FOURNE, WILCO) řezá na válečkový granulát o průměru asi 3 mm a s délkou 2 až 3 mm.

Místo ko-hnětáku systému List se může se stejným dobrým výsledkem použít k přetavování ko-hnětáku Werner & Pfleiderer Typ ZDS-K28 nebo dvoušnekového extruderu Leistritz Typ LSM-30.34.

Získaný granulát má toto složení: 20 % pigmentu, 30 % kopolyesteru Dynapol L 206, 50 % polyethyltereftalátu; je velmi dobře vhodný pro barvení polyesterových vláken ve hmotě.

Příklad 2

Ve dvouplášťovém hnětáku o obsahu 50 litrů se hněte 9,0 kg Dynapolu L 206 (viz příklad 1), 6,0 kg indantronu, 24,0 kg jemně mletého chloridu sodného a 4,8 kg diacetonalkoholu po dobu čtyř hodin při teplotě hnětené hmoty 85 až 90 °C.

Přidáním ledu se hnětená hmota rozloží a granuluje. Tento granulát se suspenduje ve 250 litrech vody a podrobuje se mletí za mokra. Zfiltruje se a promyje se k odstranění soli a rozpouštědla.

Pak se suší po dobu 48 hodin při teplotě 75 °C ve vakuové sušárně. 5,0 kg takto získaného jemného granulátu se zpracuje podobným způsobem, jako je popsáno v příkladu 1, a 5,0 kg práškovitého polyethylentereftu na modrý válečkový granulát (nebo na páskový granulát), který se hodí vynikajícím způsobem pro barvení polyesterů ve hmotě.

Příklad 3

Postupuje se způsobem popsaným v příkladu 1, místo Dynapolu L 206 se však používá lineárního, nasyceného kopolyesteru Vesturit EL 952 společnosti Chemische Werke Hüls o teplotě tání 90 až 130 °C, čímž se získá další pro barvení polyesterů ve hmotě velmi dobrý vhodný červený přípravek.

Příklad 4

Do dvouplášťového hnětáku o obsahu 50 litrů se vnese následující náseada k hnětení: 7,5 kg Vesturitu EL 952 (sharakterizovaného v příkladu 3), 5,0 kg surového beta-ftalocyaninu mědi, 30,0 kg jemně mletého chloridu sodného, 4,5 kg diacetonalkoholu.

Po době hnětení 6 hodin při teplotě 80 až 85 °C se hnětená hmota přísadou vody rozloží na jemný granulát, který se suspenduje v 500 litrech vody a po mletí za mokra se zfiltruje; filtrační koláč se promyje vodou k odstranění chloridu sodného a rozpouštědla.

Po usušení ve vakuové sušárně (48 hodin při teplotě 60 až 70 °C) se může získaný, tehoucí, krupicovitý 40% přípravek zpracováním se stejným množstvím práškovitého polyethylentereftalátu, jako je popsáno v příkladu 1, zpracovat na modrý granulát obsahující 20 % beta-ftalocyaninu mědi, který se hodí vynikajícím způsobem k barvení ve hmotě polyesterových vláken (teplota v ko-hnětáku je 185 až 245 °C).

Příklad 5

V laboratorním hnětáku se hněte 48 dílů obchodního produktu Vitel VPE-3862A, což je lineární nasycený kopolyester společnosti Goodyear Co. o molekulární hmotnosti 20 000 až 30 000 a teplotě tání 100 až 125 °C, 32 dílů modrého pigmentu uvedeného v příkladu 2, 160 dílů jemně mletého chloridu sodného a 43 dílů diacetonalkoholu po dobu 5 hodin při teplotě 90 °C.

Přidáním 50 dílů vody se hnětená hmota rozloží a granuluje. Hrubo zrný granulát se suspenduje v 4 000 dílech vody a tře se na jemnozrný granulát v zubovém koloidním mlýně. Po filtraci se filtrační koláč promyje vodou k odstranění soli a rozpouštědla a usuší se ve vakuové sušárně při teplotě 60 až 70 °C. Získá se poněkud hrubo zrný prášek.

150 dílů tohoto prášku se smísí se 150 díly mletého polyethyltereftalátu na válečkovém stojanu. Tato směs se po sušení při teplotě 60 až 70 °C ve vakuu taví v extruderu a zpracovává se na drát o průměru 3 mm, který se pak na řezacím stroji rozsekává na modrý válečkovitý granulát o délce 2 až 3 mm.

Získaný granulát se skládá z 20 % barviva, 30 % kopolyesteru Vital VPE-3862A a z 50 % polyethyltereftalátu a hodí se vynikajícím způsobem pro barvení polyesterových vláken ve hmotě.

Příklad 6

V laboratorním hnětáku se hněte tato náseada: 48 dílů kopolyesteru na bázi tereftalové kyseliny, aselainové kyseliny, 1,4-butandiolu a diethylenglykolu o teplotě tání 125 až 155 °C, 32 díly uhlíkaté černě Printex 400 společnosti Degussa, 128 dílů jemně třeného chloridu sodného a 38 dílů dimethylformamidu.

Hněte se po dobu pěti hodin při teplotě asi 95 °C a pak se ochlaďte na 50 °C. Nyní se hnětená hmota přísadou asi 40 dílů ledu rozloží na jemný granulát. Granulát se vnese do 4 000 dílů vody a tato suspenze se po několikahodinovém míchání filtruje. Filtrační koláč se promyje k odstranění soli a rozpouštědla a pak se suší ve vakuu při teplotě 60 až 70 °C.

Nyní se smíchá 200 dílů takto získaného přípravku s 200 díly práškovitého polyethyltereftalátu a po zpracování způsobem popsaným v příkladu 5 se získá černý granulát, který se hodí vynikajícím způsobem pro barvení polyesterových vláken ve hmotě.

Příklad 7

a) 540 dílů granulátové formy předloženého polyethyltereftalátu se míchá s 60 díly granulátu obsahujícího pigmentové barvivo, získaného podle předchozích příkladů, protřepáváním v uzavřené nádobě nebo na válečkovém stole.

Takto získaná směs z bezbarvého polyethyltereftalátu a granulovaného přípravku se suší po dobu asi 48 hodin při teplotě 100 °C a za tlaku asi 66,66 Pa a pak se zvláknuje na extruderové jednotce pro zvláknování taveniny typu Inventa při teplotě zvláknování 290 °C, za doby prodlevy asi 10 minut a při odtahové rychlosti 300 m/min za použití trysky pro výrobu polyesterových nekonečných vláken, která má 24 otvorů o průměru otvoru 0,35 mm.

Tato polyesterová nekonečná vlákna se pak dlouží na dloužícím skácím stroji při teplotě galet 100 °C za poměru 1:4,022. Vlastnosti vláken jsou v podstatě tytéž jako u nebarveného vlákna.

b) Jestliže se směs nebarveného polyethyltereftalátového granulátu a masterbačového granulátu suší po dobu 24 až 48 hodin při teplotě 160 °C, získají se stejně dobré výsledky.

Příklad 8

Ve vyhřívatelném a chladitelném laboratorním hnětáku o užitkovém obsahu 0,5 litru se hněte směs tohoto složení: 48 dílů Dynapolu L 206 (podle příkladu 1), 32 díly pigmentové červeně 88 podle Colour Indexu, 160 dílů jemně mletého chloridu sodného a 25,6 dílu diacetonalkoholu po dobu 5 hodin; teplota hnětené hmoty se udržuje na 78 až 82 °C.

Pak se přidá 55 dílů ledu k rozložení hnětené hmoty a ke granulaci. Získaný, poněkud nerovnoměrný granulát se rozmíchá do 3 000 dílů vody a mele se na rovnoměrně jemný granulát.

v zubovém koloidním mlýně. Zfiltruje se, filtrační koláč se promyje k odstranění soli a rozpouštědla; pak se suší v sušičce při teplotě 60 až 70 °C.

100 dílů tohoto vysušeného přípravku se smíchá se 100 díly mletého polyethyltereftalátu v mšičce Turbula. Opět se suší při teplotě 60 až 70 °C ve vakuu a směs se zpracovává na extruderu při teplotě 190 až 230 °C na dráty o průměru asi 3 mm. Tyto dráty se na řezacím stroji rozsekají na válečkovitý granulát o délce 2 až 3 mm. Získaný granulát, odolný proti otěru, se skládá z 20 % pigmentu, 30 % kopolyesteru Dynapol L 206 a z 50 % polyethyltereftalátu a hodí se vynikajícím způsobem pro barvení polyesterových vláken ve hmotě.

Příklad 9

V laboratorním hnětáku o užitkovém obsahu 0,5 litru se hněte po dobu 5 hodin při teplotě 85 až 90 °C tato směs: 48 dílů kopolyesteru na bázi tereftalové kyseliny, isoftalové kyseliny, azelaínové kyseliny, 1,4-butandiolu a diethylenglykolu o teplotě tání 135 až 150 °C, 32 díly pigmentové violeti 23 podle Colour Indexu, 160 dílů jemně mletého chloridu sodného a 43 dílů diacetonaloholu.

Pak se ochladí na teplotu 50 °C a hnětená hmota se rozloží přísadou 30 dílů ledu na jemný granulát. Tento granulát se vnese do 3 000 dílů vody o teplotě 60 až 65 °C a takto získaná suspenze se míchá po dobu několika hodin. Zfiltruje se a filtrační koláč se promyje k odstranění soli a rozpouštědla. Pak se suší ve vakuu při teplotě 60 až 70 °C.

200 dílů takto získaného přípravku se smísí s 200 díly práškovitého polyethyltereftalátu. Tato směs se usuší ve vakuové sušičce při teplotě 60 až 70 °C, roztaví se v extruderu při teplotě 180 až 260 °C a spracuje se na drát o průměru 3 mm. Tento drát se na řezacím stroji rozřeší na fialový válečkový granulát o délce 2 až 3 mm.

Granulát má toto složení: 20 % barviva, 30 % kopolyesteru a 50 % polyethyltereftalátu. Hodí se velmi dobře k barvení polyesterových vláken ve hmotě.

Příklad 10

Do laboratorního hnětáku se vnese tato směs: 32 díly pigmentové žlutě 129 podle Colour Indexu, 48 dílů obchodního produktu Vesturit BL 950, což je nasycený kopolyester společnosti Chemische Werke Hüls o teplotě tání 100 až 150 °C, 160 dílů jemně mletého chloridu sodného a 29 dílů diacetonaloholu.

Hněte se po dobu 4 hodin při teplotě hnětené hmoty 85 až 88 °C, ochladí se na teplotu 50 °C a hnětená hmota se rozloží přísadou asi 40 dílů ledu na jemný granulát. Tento granulát se vnese do 4 000 dílů vody o teplotě asi 70 °C, mele se na jemný rovnoměrný granulát na zubovém koloidním mlýně a filtruje se.

Filtrační koláč se promyje vodou k odstranění soli a rozpouštědla a smísí se po usušení ve vakuové sušárně při teplotě 60 až 70 °C. 200 dílů takto získaného jemného granulátu se smísí s 200 díly práškovitého polyethyltereftalátu. Tato směs se suší na stejných podmínkách, jak je uvedeno v příkladu 9, a pak se zpracovává v extruderu při teplotě 180 až 260 °C na drát.

Tento drát se na řezacím stroji rozřeší na žlutý válečkový granulát o délce 2 až 3 mm a je vhodný vynikajícím způsobem pro barvení polyesterových vláken ve hmotě.

Granulát má toto složení: 20 % pigmentu, 30 % kopolyesteru Vesturit BL 950 a 50 % polyethyltereftalátu.

Příklad 11

32 díly pigmentové žlutě 110 podle Colour Indexu, 48 dílů kopolyesteru Vesturit EL 951, což je obchodní produkt společnosti Chemische Werke Hüls, teplota tání 90 až 140 °C, 128 dílů jemně mletého chloridu sodného a 25,6 dílu diacetonalkoholu se hněte v laboratorním hnětáku při teplotě hnětené hmoty 85 až 90 °C po dobu čtyř hodin.

Pak se ochladí na teplotu asi 50 °C, smíchá se s 30 díly ledu, čímž dojde k rozložení hnětené hmoty na jemný granulát. Tento granulát se suspenduje v 4 000 dílech vody o teplotě asi 60 °C a mele se na rovnoměrně jemný granulát v koloidním zubovém mlýně. Zfiltruje se a filtrační koláč se promyje vodou k odstranění soli a rozpouštědla.

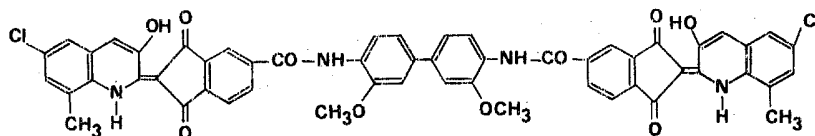
Pak se suší ve vakuu při teplotě 60 až 70 °C a 150 dílů takto získaného granulátu se smísí se 150 díly mletého polyethylentereftalátu. Tato směs se po sušení ve vakuové sušárně při teplotě 60 až 70 °C taví v extruderu při teplotě 180 až 260 °C a zpracuje se na drát o průměru 3 mm.

V řezacím stroji se tento drát rozřeže na válečkový granulát o délce 2 až 3 mm. Tento válečkový granulát se může s velmi dobrými výsledky použít podle příkladu 7 k barvení polyesterových vláken ve hmotě.

Granulát má toto složení: 20 % barvivového pigmentu, 30 % kopolyesteru Vesturit EL 951 a 50 % polyethylentereftalátu.

Příklad 12

V laboratorním hnětáku o užítkovém objemu 0,5 litru, vyhřívatelném a chladitelném, se hněte po dobu pěti hodin při teplotě 85 °C, 48 dílů kopolyesteru Dynapol L 205, což je obchodní produkt společnosti Dynamit Nobel AG, a je to kopolyester na bázi aromatických dikarboxylových kyselin a alifatických diolů o střední molekulární hmotnosti asi 15 000 a s teplotou tání 85 až 135 °C, 160 dílů jemně mletého chloridu sodného, 25,6 dílu diacetonalkoholu a 32 díly chinofthalonového zlatooranžového pigmentu vzorce



Po uvedené době hnětení se ochladí a smíchá se při teplotě asi 55 °C s 30 díly ledu; tím se hnětená hmota rozloží na jemný granulát, který se suspenduje v 4 000 dílech vody o teplotě 60 °C.

Tato suspenze se zpracovává na koloidním zubovém mlýně. Tak se získá rovnoměrně jemný granulát, který se po filtraci promyje vodou k odstranění soli a rozpouštědla. Po usušení ve vakuu při teplotě 60 až 70 °C se smíchá 100 dílů tohoto granulátu s 300 díly mletého polyethylentereftalátu a tato směs se opět vysuší ve vakuu při teplotě 60 až 70 °C.

V laboratorním extruderu se přípravek při teplotě 180 až 260 °C přetaví na drát o průměru 3 mm. Tento drát se rozřeže na válečkovitý granulát o délce 2 až 3 mm, kterého se použije k barvení polyesterových vláken ve hmotě způsobem popsaným v příkladu 7.

Přípravek má toto složení: 10 % pigmentu, 15 % Dynapolu L 205 a 75 % polyethylentereftalátu.

Příklad 13

V laboratorním hnětáku se roztaví 48 dílů alifatického polyesteru na bázi sebakové kyseliny a hexandiolu o střední molekulární hmotnosti 1 550 a teplotě tání 70 až 82 °C. Do této taveniny se přidá 125,5 dílu vodného filtračního koláče pigmentové oranže 43 podle Colour Indexu s obsahem sušiny 25,5 % a hmota se hněte při teplotě 87 °C tak dlouho, až je odlučovaná voda dokonale čirá a bezbarvá.

Přidá se 40 dílů ledu a hněte se v přítomnosti celkového množství vody, vyloučené z hnětené hmoty a přidané v podobě ledu, dále za chlazení. Hnětená hmota se rozpadne na jemný granulát. Tento granulát se suší ve vakuu při teplotě 50 °C.

100 dílů tohoto granulátu se smíchá s 1 233 díly polyethylentereftalátu a tato směs se po sušení ve vakuu při teplotě 50 °C zpracuje v laboratorním extruderu při teplotě 180 až 260 °C na drát o průměru 3 mm, který se v řezacím stroji rozseká na válečkovitý granulát o délce asi 3 mm.

Tohoto granulátu se může s vynikajícím výsledkem použít k barvení polyesterových vláken ve hmotě způsobem popsaným v příkladu 7, se zřetelem na nižší obsah pigmentu 3 %.

Granulát má toto složení: 3 % barviva, 4,5 % alifatického polyesteru a 92,5 % polyethylentereftalátu.

Příklad 14

Do laboratorního vyhřívatelného a chladitelného hnětáku se předloží 48 dílů Vesturitu EL 952, charakterizovaného v příkladu 3, a 192 dílů cyklohexanonu. Při teplotě 88 °C se vnese po dosažení použitelného roztoku 125,5 dílu v příkladu 13 uvedeného vodného výlisku pigmentové oranže 43 podle Colour Indexu a hněte se tak dlouho, až je postupně vylučovaná voda čirá a bezbarvá.

Pak se voda odlije, hmota se ochladí a ve vakuu se při teplotě 60 až 70 °C zbaví rozpouštědla. Pak se tvrdá hmota rozláme a mele. 100 dílů mletého přípravku se smísí se 100 díly mletého polyethylentereftalátu.

Tato směs se suší ve vakuu při teplotě 60 až 70 °C a pak se přetaví v extruderu při teplotě 180 až 260 °C na drát o průměru 3 mm, který se v řezacím stroji rozseká na válečkovitý granulát o délce 2 až 3 mm, který se hodí vynikajícím způsobem pro barvení polyesterových vláken ve hmotě.

Granulát má toto složení: 20 % barviva, 30 % Vesturitu EL 952 a 50 % polyethylentereftalátu.

Příklad 15

Hněte se následující náseada po dobu 4 hodin při teplotě 90 °C v laboratorním hnětáku: 32 díly pigmentové violeti 19 podle Colour Indexu, 48 dílů Dynapolu L 206, charakterizovaného v příkladu 1, 128 dílů jemně mletého chloridu sodného a 25,6 dílu diacetonalkoholu.

Přidáním 30 dílů ledu za současného chlazení se hnětená hmota rozloží, vnese se do vody a mele se na koloidním zubovém mlýně na jemný granulát. Tento granulát se suspenduje v 3 000 dílech vody o teplotě asi 60 °C. Míchá se za udržování této teploty po dobu jedné hodiny, zfiltruje se a promyje se vodou k odstranění soli a rozpouštědla. Pak se suší ve vakuu při teplotě 60 až 70 °C.

50 dílů usušeného jemného granulátu se smíchá se 150 díly mletého polyethyltereftalátu; tato směs se suší ve vakuu při teplotě 60 až 70 °C a zpracovává se v extruderu při teplotě 180 až 260 °C na hladký drát o průměru 3 mm, který se na řezacím stroji naseká na válečkovitý granulát o délce 2 až 3 mm.

Granulát má toto složení: 10 % barviva, 15 % Dynapolu L 206 a 75 % polyethyltereftalátu.

P ř í k l a d 15

15 dílů pigmentové červeně 166 podle Colour Indexu, 17 dílů surového Beta-ftalocyaninu mědi, 48 dílů alifatického polyesteru na bázi sebakové kyseliny a ethylenglykolu o molekulární hmotnosti asi 4 000 až 5 000 a o teplotě tání 72 až 81 °C, 190 dílů jemně mletého chloridu sodného a 55,6 dílů diacetonalkoholu se hněte při teplotě 60 °C po dobu čtyř hodin v laboratorním hnětáku.

Pak se hmota ochladí a přidáním 40 dílů ledu se rozloží na jemný granulát. Tento granulát se suspenduje v 4 000 dílech vody a mele se na jemný granulát v koloidním zubovém mlýně.

Zfiltruje se, filtrační koláč se promyje vodou k odstranění soli a rozpouštědla. Suší se ve vakuu při teplotě 50 °C a pak se 50 dílů granulátu smíchá s 350 díly polyethyltereftalátu ve formě prášku. Hmota se usuší a přetaví se v extruderu při teplotě 180 až 260 °C, zpracuje se na drát, který se rozřeže na granulát. Polyesterová vlákna se pomocí tohoto granulátu vybarvují ve hmotě na zajímavé námořnicky modré odstíny.

Granulát má toto složení: 5 % barviva, 7,5 % alifatického polyesteru, 87,5 % polyethyltereftalátu.

P ř í k l a d 17

Ve vyhřívatelném a chladitelném laboratorním hnětáku o užitém obsahu 0,5 litru se hněte 32 dílů pigmentové červeně 224 podle Colour Indexu, 48 dílů Vesturitu EL 952, charakterizovaného v příkladu 3, 160 dílů jemně mletého chloridu sodného a 25,6 dílů diacetonalkoholu po dobu čtyř hodin při teplotě 88 °C.

Ochladí se a smíchá se s 30 díly ledu, čímž se získá poměrně jemný granulát, který se rozmíchá do vody a mele se na jednotně jemný granulát v koloidním zubovém mlýně. Odfiltruje se, filtrační koláč se promyje vodou k odstranění soli a rozpouštědla a usuší se ve vakuové sušárně při teplotě 60 až 70 °C.

100 dílů suchého granulátu se smíchá se 100 díly mletého polyethyltereftalátu. Směs se po usušení ve vakuu při teplotě 60 až 70 °C přetaví v extruderu při teplotě 180 až 260 °C na drát, který se zpracuje v řezacím stroji na granulát. Granulát se hodí vynikajícím způsobem pro barvení polyesterových vláken ve hmotě.

Granulát má toto složení: 20 % barviva, 30 % Vesturitu EL 952 a 50 % polyethyltereftalátu.

P ř í k l a d 18

Po dobu čtyř hodin se při teplotě 85 °C zpracovává tato hnětená hmota: 32 díly pigmentové hnědi 26 podle Colour Indexu, 48 dílů Dynapolu L 206, charakterizovaného v příkladu 1, 160 dílů jemně mletého chloridu sodného a 25,6 dílů diacetonalkoholu.

Při chlazení se smíchá s 30 díly ledu, čímž dojde k rozkladu hnětené hmoty za vzniku jemného granulátu. Tento granulát se ve formě vodné suspenze mele na koloidním zubovém mlýně. Zfiltruje se a filtrační koláč se promyje vodou k odstranění soli a rozpouštědla a suší se ve vakuu při teplotě 60 až 70 °C.

100 dílů tohoto granulátu se smíchá se 100 díly kopolyesteru z tereftalové kyseliny, izoftalové kyseliny, azelainové kyseliny a ethylenglykolu o teplotě tání 185 až 200 °C. Směs se suší ve vakuu při teplotě 60 až 70 °C a zpracuje se v extruderu při teplotě 150 až 230 °C na drát, který se rozetře v řezacím striji. Získaný granulát se hodí vynikajícím způsobem pro barvení polyesterových vláken ve hmotě.

Granulát má toto složení: 20 % barviva, 30 % kopolyesteru Dynapol L 206 a 50 % kopolyesteru s vyšší teplotou tání.

Příklad 19

Jestliže se postupuje způsobem popsaným v příkladech 1 až 6, 8 až 12 a 15 až 18, místo chloridu sodného se však použije jemně mletého chloridu draselného, chloridu vápenatého, chloridu barnatého nebo síranu sodného při hnětení se solí, získají se stejně dobře vhodné přípravky pro barvení polyesterů ve hmotě.

Příklad 20

Jestliže se postupuje způsobem popsaným v příkladu 14, místo cyklohexanonu se však použije jakožto rozpouštědla methylhexanonu, methylesteru kyseliny benzoové, methylenchloridu, chloroformu, 1,2-dichlorethanu, tetrachlorethylenu, 2-nitropropanu, benzenu nebo tetra-chlormethanu při procesu výměny fáze, získají se stejně dobře vhodné přípravky pro barvení polyesterových vláken ve hmotě.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby pigmentových přípravků s obsahem 3 až 30 % hmotnostních pigmentů pro barvení lineárních polyesterů ve hmotě, vyznačený tím, že se připravuje předkoncentrát z 20 až 80 dílů pigmentu a z 80 až 20 dílů polyesteru o teplotě tání 60 až 160 °C hnětením se solí a rozpouštědlem nebo způsobem výměny fází a tento předkoncentrát se taví se zvláknovatelným lineárním polyesterem a zpracovává se na granulát.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se předkoncentrát vyrábí z 40 až 60 dílů pigmentu a z 60 až 40 dílů polyesteru.

3. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se polyester skládá z těchto složek:

- 25 až 30 % molových zbytků tereftalové kyseliny a
- 20 až 25 % molových zbytků azelainové kyseliny nebo stejného hmotnostního množství zbytků alifatické dikarboxylové kyseliny s 4 až 12 atomy uhlíku,
- 50 % molových butandiolových zbytků nebo zbytků diethylenglykolu nebo triethylenglykolu v poměru 15:1 až 5:1.