

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

108g 20/20

Nr 32380

Kl. 39 c, 13

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

Sposób wytwarzania barwnych mas wieloamidowych

Zgłoszono 5 lutego 1942
Udzielono 20 listopada 1943
Pierwszeństwo: 10 lutego 1941 (Niemcy)

Wynalazek niniejszy dotyczy wytwarzania barwnych mas wieloamidowych.

Wysoce spolimeryzowane wieloamidy, wytworzone np. przez kondensację aminokwasów lub soli dwuamonowych kwasu dwukarbonowego (kwasów dwukarbonowych i dwuamin), są zabarwione na biały, żółtawy lub żółty kolor. Przy dopływie powietrza do mas roztopionych następuje barwienie się mas, które może prowadzić aż do całkowitego zczernienia produktów.

Okazało się obecnie, że w sposób prosty i tani można wytwarzać proste i mieszane wieloamidy liniowe i ich analogi, jak wieloestroamidy, prawie we wszystkich kolorach, jeżeli do substancji tworzących wieloamidy będzie się dodawało przed kondensacją lub podczas niej takich roz-

puszczalnych w wodzie soli metali lub rozpuszczalnych w wodzie soli związków metali, które są same barwne lub tworzą barwne tlenki.

Na ogół dodatek 0,1—1% powoduje najkorzystniejszy efekt barwny. Ponieważ sole metali wykazują często właściwości ustalające, przeto największa ilość dopuszczalna, jaka może być dodana, zależy od stopnia polimeryzacji, jaki winien być osiągnięty przy kondensacji. Sól metali może być dodawana do związków, tworzących wieloamidy, w postaci stałej lub jako roztwór. Korzystnie jest stosować ją w roztworze wodnym. Efekt barwny, uzyskiwany przy pomocy tego sposobu, jest w wielu przypadkach nadzwyczajny. Więc np. wystarcza dodatek 0,2% dwuchromianu

potasu do ϵ -aminokaprolaktamu, aby otrzymać polimer o dużej cząsteczce, zabarwiony w zwartej postaci silnie na zielony kolor. Inne sole chromowe, jak octan chromu, dają produkty kondensacji również zabarwione na zielony kolor. Sole kobaltu, np. siarczan kobaltu lub azotan kobaltu, barwią produkty wysocespolimeryzowane w zależności od dodanej ilości na jasnofioletowy kolor do ciemnofioletowego, podczas gdy siarczan miedzi lub octan miedzi wywołują karminowoczerwony, czerwono-brązowy lub brązowoczarny kolor. Sole żelaza barwią masy wieloamidowe również na brązowy kolor do brązowoczarnego. Dodatek bezbarwnego azotanu srebra powoduje szare zabarwienie w różnych odcieniach.

Jeżeli za pomocą soli o barwiącym kationie chce się otrzymać bardzo silne zabarwienia, wówczas zaleca się stosować sole kwasu mrówkowego, gdyż kwas mrówkowy również i w stosunkowo dużej ilości wywiera tylko podrzędny wpływ na ostateczny stopień kondensacji.

Jeżeli zastosuje się barwiące sole o anionie barwiącym, wówczas jest rzeczą korzystną stosować kation możliwie obojętny lub lotny, np. sól amonową, lub jeszcze lepiej sole lotnych amin trzeciorzędowych, np. trójmetyloaminę.

Dodatek rozpuszczalnych w wodzie soli do związków tworzących wieloamidy, w porównaniu z dodawaniem tlenków lub innych nierozpuszczalnych pigmentów, ma tę dużą zaletę, że zmieszany razem materiał poddawany kondensacji może być filtrowany bez trudności przed nagrzewaniem i że barwiący materiał tworzy się podczas kondensacji w postaci bardzo drobno rozdzielonej i szczególnie czynnej.

Przykład I. 2 kg kaprolaktamu i 200 cm³ wody zawierającej 4 g dwuchromianu potasu topi się w kotle mieszarkowym przy nagrzewaniu, następnie filtruje się oraz przy pomocy azotu wtłacza się do auto-

klawu. Następnie zawartość autoklawu nagrzewa się do temperatury 260°C pod ciśnieniem 10 atm. Przy dalszej 5-cio godzinnej kondensacji w temperaturze 260°C i pod ciśnieniem 10 atm i godzinnym nagrzewaniu w temperaturze 250°C w próżni o ciśnieniu 10—20 mm powstający bardzo lepki produkt kondensacji wytłacza się w postaci szczeciny z autoklawu do wody oraz nawija się w sposób ciągły na cewki. Otrzymana szczecina jest zabarwiona na zielony kolor oraz jest przeświecająca.

Przykład II. 1 kg soli sześciometylenodwuamonowej kwasu sebacynowego i roztwór 10 g dwuchromianu amonu w 100 cm³ wody nagrzewa się w ciągu 12 godzin w temperaturze 240°C w naczyniu zaopatrzonym w zawór zwrotny w celu zapobieżenia wchodzeniu powietrza.

Bardzo lepka roztopiona masa jest zabarwiona na ciemnozielonoczarny kolor. Skrzepnięty produkt wysoce spolimeryzowany posiada silny ciemnozielony kolor.

Przykład III. 95 g kaprolaktamu i 5 g kwasu ϵ -aminokapronowego nagrzewa się w ciągu 8 godzin pod ciśnieniem atmosferycznym przy uniemożliwionym dostępie powietrza w naczyniu szklanym z zaworem zwrotnym z dodatkiem roztworu 0,2 g siarczianu kobaltu w 10 cm³ wody. Bardzo lepka masa roztopiona po skrzepnięciu jest zabarwiona równomiernie na niebieskofioletowy kolor.

Jeżeli zamiast siarczianu kobaltu zastosuje się azotan kobaltu, wówczas otrzymuje się ciemnofioletowe produkty kondensacji. Dodatki octanu kobaltu, jak i dodatki octanu niklu i octanu uranylowego dają produkty zabarwione na szary kolor, podczas gdy octan chromu daje w tym stężeniu jasnozielone zabarwienie. Siarczan miedzi i octan miedzi barwią masy wysoce spolimeryzowane na karminowoczerwony kolor do czerwono-brązowego. Dodatek azotanu srebra nadaje produktom kondensacji wieloamidowej swojego rodzaju sza-

ry wygląd do brązowego, niekiedy metalicznie błyszczący.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania barwnych mas wieloamidowych z produktów kondensacji dwuamin i kwasów dwukarbonowych lub kwasów aminokarbonowych lub też ich pochodnych tworzących amidy, znamienny tym, że do substancji, tworzących wielo-

amidy przed kondensacją lub podczas niej dodaje się takich rozpuszczalnych w wodzie soli metali lub soli zawierających metal, które same są zabarwione lub tworzą zabarwione tlenki.

I. G. F a r b e n i n d u s t r i e
A k t i e n g e s e l l s c h a f t
Zastępca: inż. J. Wyganowski
rzecznik patentowy