

(19) DANMARK



(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT (11) 150984 B

PATENTDIREKTORATET  
KØBENHAVN

- (21) Patentansøgning nr.: 4331/79  
(22) Indleveringsdag: 12 okt 1979  
(41) Alm. tilgængelig: 14 apr 1980  
(44) Fremlagt: 05 okt 1987  
(86) International ansøgning nr.: -  
(30) Prioritet: 13 okt 1978 DE 2844634

(51) Int.Cl.<sup>4</sup> C 09 B 41/00

- (71) Ansøger: \*HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT; Brueningstrasse 45; D 6230 Frankfurt/Main 80, DE  
(72) Opfinder: Hartmut \*Behringer; DE, Kurt \*Karrenbauer; DE, Heinrich \*Rehberg; DE

(74) Fuldmægtig: Ingeniørfirmaet Budde, Schou & Co.

(54) Fremgangsmåde til kontinuerlig fremstilling af azopigmenter

(56) Fremdragne publikationer

(57) Sammendrag:

tionszonen, hvorhos tilsætningsstederne for diazokomponenten på den ene side og for alkalimetaldhydroxidopløsningen på den anden side er anbragt højdemæssigt forskudt for hinanden.

Ved denne fremgangsmåde undgås, at doseringsunøjagtigheder kan påvirke kvaliteten af de dannede azopigmenter i negativ retning, ligesom man kan holde de respektive pH-værdier inden for relativt snævre grænser, hvilket også har gunstig indflydelse på pigmentkvaliteten.

4331-79

Fremgangsmåde til kontinuerlig fremstilling af azopigmenter ved omsætning af en koblingskomponent med den vandige opløsning af en diazokomponent ved temperaturer på 10-60°C og opholdstider på 0,2 - 4 timer i en reaktionszone, der allerede er fyldt med den azopigment suspension, der skal fremstilles ved, at man leder en vandig suspension eller opløsning af koblingskomponenter i vinkelrette lameller strømningsretning og præfter gennem reaktionszonen, der har en cylindrisk form og er opstillet lodret. Den vandige opløsning af diazokomponenten tilsættes fra siden på 2 - 50 cmr hinanden liggende steder i reaktionszonen, hvorhos man holder fra præfter tilføjer affagende mængder af diazokomponenten og først på det øverste tilsætningssted indstiller reaktionsreaktionens styrke og trækker af produktet. Endelig indstiller man en for hver omsætningskreds passende pH-værdi, idet man tilsætter fortyndet alkalisk hydroxidopløsning fra siden på 2 - 50 cmr hinanden liggende steder i reak-

0

Den foreliggende opfindelse angår en fremgangsmåde til kontinuerlig fremstilling af azopigmenter ved omsætning af en vandig suspension eller opløsning af en koblingskomponent med den vandige opløsning af en diazokomponent ved temperaturer på 10-60°C og opholdstider på 0,2-4 timer i en reaktionszone, der allerede er fyldt med den azopigmentsuspension, der skal fremstilles, eventuelt i nærværelse af gængse tilsætninger, hvorefter pigmentet isoleres og tørres, hvilken fremgangsmåde er ejendommelig ved, at man leder koblingskomponenten i vidtgående laminær strømning nedefra og opefter gennem reaktionszonen, der har en cylindrisk form og er opstillet lodret, at man tilsætter diazokomponenten fra siden på 2-50, fortrinsvis 3-10, over hinanden liggende steder i reaktionszonen, idet man nedefra og opefter tilsætter aftagende mængder af diazokomponenten og først på det øverste tilsætningssted indstiller koblingsreaktionens støkiometriske slutpunkt, og at man indstiller den for omsætningen karakteristiske, kendte pH-værdi ved at tilsætte fortyndet alkalimetalhydroxidopløsning fra siden på 2-50, fortrinsvis 3-10, over hinanden liggende steder i reaktionszonen, idet tilsætningsstederne for diazokomponenten på den ene side og for alkalimetalhydroxidopløsningen på den anden side er anbragt højdemæssigt forskudt for hinanden.

25

De i vand uopløselige azopigmenter anvendes i stort omfang til farvning af lakker og kunststoffer samt inden for trykfarveindustrien.

30

I DE-PS nr. 1.085.278 og DE-OS nr. 1.644.117 er der allerede beskrevet fremgangsmåder til kontinuerlig fremstilling af azopigmenter, ved hvilke koblingskomponenten opløses i alkalimetalhydroxidopløsning og som opløsning omsættes med den altid sure opløsning af diazokomponenten (diazoniumsaltopløsning). Ved den i DE-PS nr. 1.085.278 beskrevne fremgangsmåde føres begge opløsninger til et reaktionssystem, der indeholder en allerede koblet farvestofsuspension, der pumpes rundt i stor mængde. Ved fremgangsmåden ifølge DE-OS nr. 1.644.117 føres begge reaktionskomponenter til en blandedyse og hvirvles fint omkring deri.

35

0 Ved begge fremgangsmåder er det en ulempe, at den samlede omsætning forløber under ækvivalenspunktbetingelser. Dette betyder, at kun ringe unøjagtigheder ved doseringen af reaktionskomponenterne kan forårsage et overskud af diazoniumsalt i reaktionsblandingen, hvorved kvaliteten af de 5 dannede azopigmenter påvirkes i negativ retning. Ved den i DE-OS nr. 1.644.117 beskrevne fremgangsmåde er det endvidere ugunstigt, at pH-værdien kun kan holdes konstant inden for temmelig vide grænser på grund af den umiddelbare sammenføring af den alkaliske opløsning af koblingskomponenten og den sure diazoniumsaltopløsning. Det er imidlertid kendt, at pH-værdien har en væsentlig indflydelse på kvaliteten af de dannede azopigmenter. Ved den i DE-PS nr. 1.085.278 beskrevne fremgangsmåde er det derimod en ulempe, at væsentlige 10 mængder farvestofsuspension skal pumpes omkring.

I modsætning hertil undgås ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen, at doseringsunøjagtigheder kan påvirke kvaliteten af de dannede azopigmenter i negativ retning, ligesom man kan holde de respektive pH-værdier inden for relativt snævre grænser, hvilket også har gunstig indflydelse på pigmentkvaliteten. 20

Opfindelsen kan endvidere fortrinsvis være ejendommeligt ved, at man inden isoleringen af pigmentet overfører azopigmentsuspensionen fra reaktionszonen til en eller successivt flere opvarmelige opholdszoner og dér omrører ved 25 temperaturer på 20-100°C og en total opholdstid på 0,2-5 timer.

Endvidere foretrækkes det, at man sætter de gængse tilsætninger til opløsningen eller suspensionen af koblingskomponenten og/eller den azopigmentsuspension, der strømmer 30 ud fra reaktionszonen.

Ved de kendte tilsætningsstoffer skal forstås fugte-, dispergerings- og emulgeringsmidler, der ændrer det dannede azopigments egenskaber.

35 Koblingsprocessen til azopigmenter gennemføres fortrinsvis ved 15-40°C.

0

Fremgangsmåde ifølge opfindelsen kan f.eks. gennemføres i det på strømningskemaet afbildede og nedenfor beskrevne apparat.

5 I en rørebeholder 1 befinder sig koblingskomponenten, der er suspenderet med vand, eventuelt i nærværelse af tilsætningsmidler. Her går man hyppigt frem på den måde, at man suspenderer koblingskomponenten i vand, opløser den under tilsætning af ca. 25%'s natriumhydroxidopløsning og omrøring og dernæst igen udfælder med en syre. På denne måde får man et særdeles findelt udgangsprodukt til den senere kobling og indstiller samtidig den til koblingen foretrukne pH-værdi.

10 Suspensionen pumpes ved hjælp af en doseringspumpe 2 kontinuerligt nedefra ind i en cylinderformet koblingsreaktor 3. Fra siden tilsættes diazoniumsaltopløsning på 2 - 50, her 3, over hinanden liggende steder i reaktoren 3 via en ledning 4 og en doseringspumpe 5, idet gennemstrømningen på de i strømningskemaet afbildede tre tilsætningssteder indstilles på en sådan måde, at der på det nederste og 20 midterste tilsætningssted i reaktoren bestandigt er et overskud af koblingskomponent til stede. Reaktionshastigheden aftager nedefra og opefter i reaktoren 3. Også mængderne af den på de enkelte tilsætningssteder tilsatte diazoniumsaltopløsning formindskes nedefra og opefter. Den på øverste tilsætningssted tilsatte, mindste diazoniumsaltmængde indreguleres således, at koblingsreaktionens støkiometriske slutpunkt (ækvivalenspunkt) nås. Til slutpunktbestemmelse anvendes kendte metoder, såsom pletprøve eller potentialemåling, f.eks. ifølge DE-PS nr. 1.085.278. 25 Den mindste diazoniumsaltmængde, der skal tilsættes på øverste tilsætningssted, kan også reguleres automatisk af det målte potentiale ifølge DE-PS nr. 1.085.278.

30 For at opnå definerede pH-værdier i reaktoren 3 tilsættes alkalimetahydroxidopløsning, fortrinsvis natriumhydroxidopløsning, fra en forrådsbeholder 6 ved hjælp af en doseringspumpe 7. Som ved diazoniumsaltet sker tilsæt-

0

ningen fra siden på 2 - 50, her 3, over hinanden liggende steder i reaktoren 3, idet tilsætningsstederne for diazoniumsaltopløsningen på den ene side og for alkalimetahydroxidopløsningen på den anden side fortrinsvis ligger over for hinanden, men altid er anbragt højdemæssigt forskudt for hinanden. Alkalimetahydroxidmængderne kan reguleres automatisk af pH-værdien. Selve den pH-værdi, der skal indstilles, er ikke genstand for den foreliggende opfindelse. Afhængigt af arten af de anvendte koblingskomponenter varierer det gunstigste område for pH-værdien. Da de fleste koblingsreaktioner er kendte, er også de tilhørende pH-værdiområder kendte.

10

Koblingsreaktoren 3 er udstyret med en dobbeltkappe til opvarmnings- eller afkølingsformål. Desuden er den udstyret med en omrører, der er konstrueret på en sådan måde, at den frembringer en god rørevirkning i planet vinkelret på røreaksen, men at der derimod vidtgående mangler en rørevirkning i koblingsreaktorens røreakse- eller cylinderakse-retning. Herved opnås en næsten uforstyrret strømning af reaktionsblandingen nedefra og opefter gennem reaktoren og således en defineret opholdstid.

20

Efter koblingsreaktoren kan der indskydes yderligere beholdere, f.eks. 8 og 9. De kan være udstyret med en omrører af samme konstruktion som i koblingsreaktoren 3 og/eller med en dobbeltkappe til opvarmning eller afkøling. I disse kan pigmentet efteromrøres og opvarmes.

25

Koblingsreaktoren og de efterindskudte beholdere er udstyret med flanger, således at de kan forlænges og afkortes ved hjælp af mellemstykker. På denne måde kan opholdstiden i koblingsreaktoren ændres og tilpasses de ved forskellige koblinger forskellige reaktionshastigheder. Ved de efterindskudte beholdere kan omrørings- og opvarmningstiderne varieres.

30

Via ledninger 10 og/eller 11 kan der sættes tilsætningsstoffer til azopigmentsuspensionen.

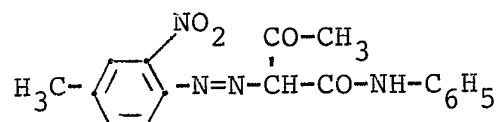
35

0

Eksempel 1

Fremstilling af  $\alpha$ -(2'-nitro-4'-methyl-phenylazo)-  
-aceteddikesyrephenylamid med formlen

5



10

I et 5 liters bægerglas omrøres 1,350 liter vand, 8 ml af en 8 vægtprocents vandig opløsning af dibutylet naphthalensulfonat ("Leonil'DB" <sup>(R)</sup>), fra Hoechst Aktiengesellschaft, Frankfurt/M) som tilsætningsstof og 354 g (2 mol) N-acetoacetylanilin med formlen  $\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{CONH-C}_6\text{H}_5$  til en suspension. Ved tilsætning af 76 ml 25%'s natriumhydroxidopløsning opløses N-acetoacetylanilinet under omrøring, og det udfældes dernæst igen med 36 ml iseddike. pH-Værdien indstilles på 6, og suspensionen fyldes i rørebeholderen 1. Derfra pumpes suspensionen i løbet af 1 time kontinuerligt til koblingsreaktoren 3, der fra et forudgående forsøg er fyldt med suspensionen af det azopigment, der skal fremstilles. Diazoniumsaltoopløsningen ud fra diazoteret 3-nitro-4-aminotoluen tilsættes på 3 steder via ledningen 4. For at der på det nederste og midterste tilsætningssted ikke skal være noget, men på det øverste tilsætningssted et ringe diazoniumsaltoverskud, tilsættes på det nederste tilsætningssted 60%, på det midterste 30% og på det øverste 10% af den totale diazoniumsaltmængde (2 mol).

15

20

25

30

Temperaturen i koblingsreaktoren er  $38^\circ\text{C}$ . pH-Værdien holdes på 4,2 igennem den totale koblingsreaktor 3 ved tilsætning af 5%'s natriumhydroxidopløsning fra forrådsbeholderen 6 på de 3 på tegningen viste steder.

35

Koblingsreaktoren er forsynet med en omrører, som er således konstrueret, at den giver en god rørevirkning i et plan vinkelret på omrøringsaksen, hvorimod en røre-

0

virksomhed i retning af omrøringsaksen og cylinderaksen vidtgående mangler. Herved opnås en næsten uforstyrret strømning af reaktionsblandingen nedefra og opad gennem reaktoren og som følge heraf en defineret opholdstid på 40 minutter.

5

Uden efterrindskudte, yderligere beholdere strømmer det dannede azopigment (2 mol) som en vandig suspension kontinuerligt bort fra koblingsreaktoren (3) via toppen. Efter den gængse oparbejdning og tørring fastslås den fulde reproducerbarhed af azopigmentets koloristiske egenskaber ved koloristisk afprøvning af flere parallelblandinger.

10

Det fremstillede pigment er blevet afprøvet koloristisk ifølge normforskriften DIN 53204 i sammenligning med et ved den gængse, diskontinuerlige fremgangsmåde fremstillet  $\alpha$ -(2'-nitro-4'-methylphenylazo)-aceteddikesyrephenylamid-pigment (i det følgende betegnet "standard").

15

Til bedømmelse af "fuldtonen" er der herved gået frem som følger:

20

1 g af det pigment, som skal afprøves, og 1,5 g linolie afvejes nøjagtigt på en analysevægt og udrides fint under standardiserede betingelser ved hjælp af en tallerkenrivemaskine. En del af den fremkomne pasta udstryges med en spatel på en glasplade. Standarden behandles på nøjagtig samme måde, og den fremkomne pasta udstryges på glaspladen ved siden af den prøve, som skal afprøves.

25

De to ved siden af hinanden på glaspladen anbragte pastaer sammenlignes nu af en kolorist under standardiserede lysbetingelser. Til bedømmelsen tjener følgende skema:

	<u>Betegnelse</u>	<u>Symbol</u>
30	Omtrent som	/=/
	Spor af forskel	I
	Nogen forskel	II
	Mærkbar forskel	III
	Tydelig forskel	IV
35	Væsentlig forskel	V
	Betydelig forskel	VI

0

Ved fuldtonen bedømmes "lyset" (lysere/mørkere) og farvetonen (grønnere/rødere o.s.v.). Tolerancegrænserne ligger sædvanligvis ved  $\pm$  II.

5

Bedømmelsen af prøven imod standarden ved fuldtonen har givet /=/.

10

Til afprøvning af "lyseregørelse" afvejes 0,5 g af pigmentpastaen og 5 g standardiseret hvidpasta nøjagtigt på en analysevægt og udrives fint under standardiserede betingelser på en tallerkenrivemaskine. Den fremkomne pasta udstryges med en spatel på en glasplade. Standarden behandles på nøjagtig samme måde. De to ved siden af hinanden på glaspladen anbragte pastaer sammenlignes af en kolorist under standardiserede lysbetingelser, idet der til bedømmelsen anvendes samme skema som ved fuldtone (jfr. ovenfor).

15

Ved lyseregørelsen bedømmes først og fremmest pigmentets "farvestyrke", dvs. den egenskab, at det indfarver hvidpastaen. Tolerancegrænserne ligger sædvanligvis ved  $\pm$  II.

20

Bedømmelsen af prøven imod standarden ved lyseregørelsen har givet /=/.

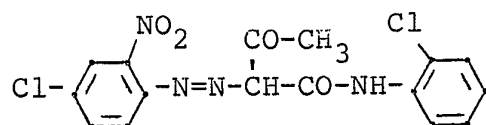
I yderligere en prøve af pigmentet er indholdet af uomsat N-acetoacetylanilin blevet bestemt analytisk. Det andrager 2 g/1000 g pigment.

25

### Eksempel 2

Fremstilling af  $\alpha$ -(2'-nitro-4'-chlor-phenylazo)-aceteddikesyre-2-chlor-phenylamid med formlen

30



35

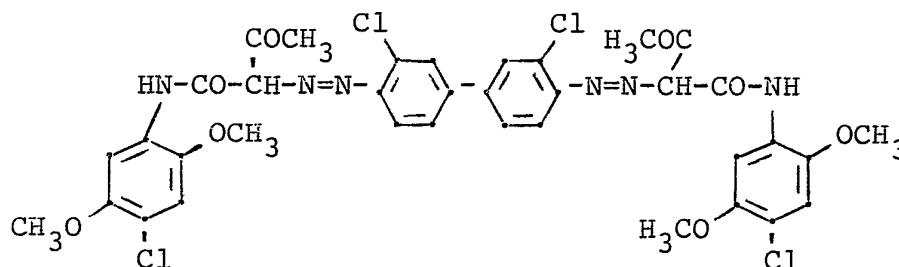
0 I et 5 liters bægerglas omrøres 211 g (1 mol)  
 N-acetoacetyl-o-chloranilin og 1,550 liter vand til en  
 suspension. Ved tilsætning af 43 ml 25%'s natriumhydroxid-  
 opløsning opløses N-acetoacetyl-o-chloranilinet under om-  
 5 røring, og det udfældes dernæst igen med 20 ml iseddike.  
 pH-Værdien indstilles på 5,5, og suspensionen fyldes i  
 rørebeholderen 1. Derfra pumpes suspensionen i løbet af  
 30 minutter kontinuerligt til koblingsreaktoren 3, der fra  
 et forudgående forsøg er fyldt med suspensionen af det azo-  
 10 pigment, der skal fremstilles. Diazoniumsaltopløsningen ud-  
 fra diazoteret 4-chlor-2-nitranilin (1 mol) tilsættes på  
 3 steder via ledningen 4, og der arbejdes i øvrigt som i  
 eksempel 1.

15 Temperaturen i koblingsreaktoren er 28°C, og pH-  
 -værdien holdes på 4,5 med natriumhydroxidopløsning.

Der fås 1 mol azopigment med de ønskede koloristi-  
 ske egenskaber, hvis fulde reproducerbarhed fastslås ved  
 koloristisk afprøvning (som i eksempel 1 beskrevet) af flere  
 parallelblandinger.

### 20 Eksempel 3

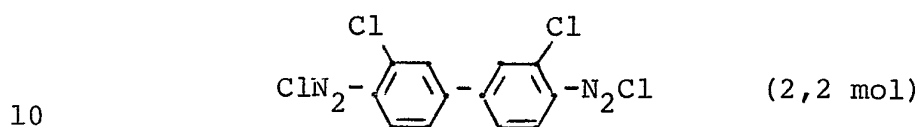
Fremstilling af 3,3'-dichlor-4,4'-bis-[azo- $\alpha$ -  
 -(1"-acetoacetylamino)-4"-chlor-2",5"-dimethoxybenzen]-  
 25 -diphenyl med formelen



35 I et 5 liters bægerglas opløses 420 g (2,2 mol)  
 l-acetoacetylamino-4-chlor-2,5-dimethoxybenzen i en blan-  
 ding af 1,600 liter vand og 219 ml 25%'s natriumhydroxidop-  
 løsning. Opløsningen hældes dernæst ud i en blanding af  
 275 ml vand, 250 g is og 115 ml iseddike i løbet af 30 mi-

0

nutter. Den fremkomne suspension fyldes i rørebeholderen 1, og derfra pumpes den i løbet af 1 time kontinuerligt til koblingsreaktoren 3, der fra et forudgående forsøg er fyldt med suspensionen af det azopigment, der skal fremstilles. 5 Diazoniumsaltopløsningen fra diazoteret 3,3'-dichlorbenzidin med formlen

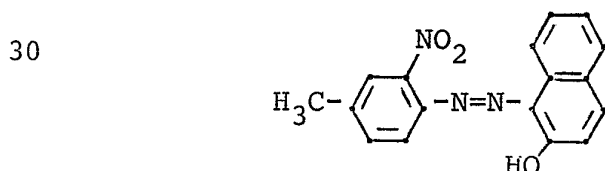


tilsættes på 3 steder via ledningen 4, og pH-værdien i koblingsreaktoren 3 holdes på 4,5 med natriumhydroxidopløsning. Temperaturen i koblingsreaktoren holdes på 30°C. I 15 øvrigt forløber forsøget som beskrevet i eksempel 1.

Ved opvarmning via dobbeltpæppen opvarmes den dannede azopigmentsuspension til 50°C i beholderen 8 og til 80°C i beholderen 9. Via ledningen 10 tilsættes 300 ml/time af en vandig harpikssæbeopløsning som tilsætning. Der fås 20 2,2 mol azopigment med de ønskede koloristiske egenskaber, hvis fulde reproducerbarhed fastslås ved koloristisk afprøvning (som i eksempel 1 beskrevet) af flere parallelblandinger.

#### 25 Eksempel 4

Fremstilling af 1-(2'-nitro-4'-methyl-phenylazo)-2-hydroxy-naphthalen med formlen



144 g β-naphthol (1 mol) opløses i 750 ml vand og 35 140 ml 25%'s natriumhydroxidopløsning. Opløsningen sættes dernæst i løbet af 10 minutter til en blanding af 1,0 liter vand, 105 ml 30%'s saltsyre, 15 ml 80%'s phosphorsyre og

0  
450 g is. Den fremkomne suspension fyldes i rørebeholderen  
1 og pumpes derfra kontinuerligt i løbet af 1 time til kob-  
lingsreaktoren 3, der fra et forudgående forsøg er fyldt  
med suspensionen af det azopigment, der skal fremstilles.  
5 Diazoniumsaltopløsningen ud fra diazoteret 3-nitro-4-amino-  
toluen (1 mol) tilsættes på 3 steder via ledningen 4, og  
pH-værdien i koblingsreaktoren 3 holdes på ca. 7 med na-  
triumhydroxidopløsning. Temperaturen i koblingsreaktoren  
er 28°C. I øvrigt forløber forsøget som beskrevet i eksem-  
10 pel 1.

Uden efterindskudte, yderligere beholdere strømmer  
det dannede azopigment (1 mol) som en vandig suspension  
bort fra koblingsreaktoren via toppen. Efter gængs opar-  
bejdning og tørring fastslås den fulde reproducerbarhed af  
15 azopigmentets koloristiske egenskaber ved koloristisk af-  
prøvning (som i eksempel 1 beskrevet) af flere parallel-  
blandinger.

#### Eksempel 5 (Sammenligningseksempel)

20 Der arbejdes som i eksempel 1, idet dog diazonium-  
saltopløsningen af 2 mol diazoteret 3-nitro-4-aminotoluen  
ikke tilsættes på 3 steder, men kun på et enkelt tilsæt-  
ningssted, nemlig det nederste. Det efter gængs oparbejd-  
ning og tørring fremkomne pigment afprøves koloristisk  
25 (som i eksempel 1 beskrevet) imod den i eksempel 1 anvend-  
te standard.

Bedømmelsen giver: Fuldtone: IV mørkere, II rødere,  
Lyseregørelse: I-.

#### Eksempel 6 (Sammenligningseksempel)

30 Der arbejdes som i eksempel 1, idet dog den 5%'s  
natriumhydroxidopløsning til opretholdelse af en pH-værdi  
på 4,2 ikke tilsættes på 3 steder, men kun på et enkelt  
tilsætningssted, nemlig det nederste. Det efter gængs op-  
arbejdning og tørring fremkomne pigment afprøves koloris-  
35 tisk (som i eksempel 1 beskrevet) imod den i eksempel 1  
anvendte standard.

0

Bedømmelsen giver: Fuldtone: IV mørkere, I rødere.  
Lyseregørelse: I-.

Eksempel 7 (Sammenligningseksempel)

5

Der arbejdes som i eksempel 1, idet der dog til frembringelse af en turbulent strømning ledes luft ind i reaktoren 3 nedefra gennem en yderligere påsat studs. I det efter gængs oparbejdning og tørring opnåede pigment er indholdet af uomsat N-acetoacetylanilin blevet bestemt analytisk. Det andrager 6 g/1000 g pigment.

10

Den i eksemplerne omtalte koloristiske bedømmelse af stor betydning i praksis.

15

Bedømmelsen er nemlig af udslagsgivende betydning i forbindelse med salget af pigmenter, da en i forvejen fastlagt standard, som også den potentielle køber er i besiddelse af, skal overholdes så nøjagtigt som muligt, dvs. i hvert fald de fastlagte tolerancegrænser skal overholdes.

20

Eksempel 1 viser, at dette kan lade sig gøre, når man arbejder som i dette eksempel beskrevet, dvs. med 3 tilsætningssteder. Sammenligningseksemplerne 5 og 6 viser, at det ikke lader sig gøre, hvis diazoniumsaltet eller NaOH-opløsningen kun tilsættes på et enkelt sted, idet der i begge tilfælde opnås alt for mørke pigmenter. Grunden hertil er mørkfarvede sønderdelingsprodukter, som er opstået, fordi der ved tilsætning et enkelt sted midlertidigt opstår et lokalt overskud af diazoniumsalt eller NaOH-opløsning, da suspensionens reaktionshastighed er lav i forhold til opløsningshastigheden. Følgelig skal lokale reaktantoverskud undgås, hvis det fremstillede pigment skal svare til standarden, dvs. begge reaktanter skal tilsættes flere steder.

30

Sammenligningseksempel 7 viser, at anvendelse af turbulent strømning i stedet for den gængse laminare strømning (som i eksempel 1) tredobler andelen af uomsat kob-

35

0

lingskomponent i det færdige pigment. Dette skyldes, at der ved turbulent strømning ikke kan opretholdes en veldefineret opholdstid i reaktoren. Tværtimod kan koblingskomponent føres direkte fra tilsætningsstedet til pigmentafgangen.

5

Bortset fra at det naturligtvis er ønskeligt, at udgangsmaterialerne udnyttes efter deres formål i videst mulig udstrækning, kan det højere indhold af koblingskomponent i pigmentet også påvirke pigmentets koloristiske egenskaber, f.eks. dispergerbarheden, i negativ retning.

10

Ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen opnås altså, at pigmentets koloristiske egenskaber kan styres målrettet på en sådan måde, at der opnås produkter, som nøje svarer til den i forvejen fastlagte standard (eksempel 1). Endvidere opnås, hvilket også er betydningsfuldt, at der er fuldstændig reproducerbarhed, når det drejer sig om gentagen fremstilling af pigmenter svarende til en bestemt koloristisk standard (eksempel 1-4).

15

0

P A T E N T K R A V:

1. Fremgangsmåde til kontinuerlig fremstilling af azopigmenter ved omsætning af en vandig suspension eller opløsning af en koblingskomponent med den vandige opløsning af en diazokomponent ved temperaturer på 10-60°C og opholdstider på 0,2 - 4 timer i en reaktionszone, der allerede er fyldt med den azopigmentsuspension, der skal fremstilles, eventuelt i nærværelse af gængse tilsætninger, hvorefter pigmentet isoleres og tørres, k e n d e t e g n e t ved, at man leder koblingskomponenten i vidtgående laminær strømning nedefra og opefter gennem reaktionszonen, der har en cylindrisk form og er opstillet lodret, at man tilsætter diazokomponenten fra siden på 2 - 50, fortrinsvis 3 - 10, over hinanden liggende steder i reaktionszonen, idet man nedefra og opefter tilsætter aftagende mængder af diazokomponenten og først på det øverste tilsætningssted indstiller koblingsreaktionens støkiometriske slutpunkt, og at man indstiller den for omsætningen karakteristiske, kendte pH-værdi ved at tilsætte fortyndet alkalimetahydroxidopløsning fra siden på 2 - 50, fortrinsvis 3- 10, over hinanden liggende steder i reaktionszonen, idet tilsætningsstederne for diazokomponenten på den ene side og for alkalimetahydroxidopløsningen på den anden side er anbragt højdemæssigt forskudt for hinanden.

25 2. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at man inden isoleringen af pigmentet overfører azopigmentsuspensionen fra reaktionszonen til én eller successivt flere opvarmelige opholdszoner og omrører ved temperaturer på 20-100°C og en total opholdstid på 0,2 - 5 timer.

30

