

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

100536

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 06.09.74 (P. 173924)

Pierwszeństwo: _____

Int. Cl². C09B 67/00

Zgłoszenie ogłoszono: 24.04.76

Opis patentowy opublikowano: 15.02.1979

Twórcy wynalazku: Marian Ignatowicz, Zofia Zielińska, Sylwester Przybył,
Zdzisław Gałdecki, Zdzisław Zaremba, Eugeniusz Klimek,
Robert Uzarowicz, Stanisław Świątły, Jeremiasz Jeszka

Uprawniony z patentu: Zakłady Przemysłu Barwników „Boruta”,
Zgierz (Polska)

Sposób wytwarzania dyspersyjnych barwników azowych o trwałej strukturze krystalicznej

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania dyspersyjnych barwników azowych o trwałej strukturze krystalicznej w postaci różnych form handlowych nadających się do długotrwałego przechowywania i zdolnych do tworzenia trwałych dyspersji wodnych.

Barwniki dyspersyjne zwane również zawiesinowymi lub syntenowymi są stosowane do barwienia włókien syntetycznych takich jak poliestrowe, poliamidowe, poliakrylonitrylowe i z octanu celulozy. Są one nierozpuszczalne w wodzie i dla celów barwienia i druku powinny być bardzo dobrze rozdrobnione i łatwo tworzyć w środowisku wodnym trwałe zawiesiny.

Dotychczas wytwarzane barwniki dyspersyjne nie posiadały wystarczającej trwałości dyspersji. Pasty barwników surowych ulegały tzw. starzeniu, formy płynne sedymentacji i koagulacji w trakcie przechowywania, a zawiesiny wodne stosowane przy barwieniu łatwo aglomerowały, tworząc duże ziarna osadzające się na włóknie i nie biorąc udziału w barwieniu.

Znane są sposoby postępowania mające na celu usunięcie tych niekorzystnych właściwości, np. według patentu austriackiego nr 199775 polegające na wielogodzinnym ogrzewaniu past surowych pigmentów w temperaturach 100–300°C z dodatkiem silnych kwasów ewentualnie z dodatkiem środków powierzchniowo-czynnych, odfiltrowaniu i wysuszeniu. Otrzymane proszki pigmentów dają trwałe dyspersje wodne. Sposób ten ze względu na specyficzne ostre warunki postępowania może być stosowany tylko do obróbki bardzo trwałych chemicznie organicznych związków policyklicznych.

Inne sposoby otrzymywania trwałych dyspersji pigmentów organicznych opisane są między innymi w patentach RFN nr 1153720 i polskim nr 82769. Istotą tych sposobów jest równoczesne ogrzewanie i ugniatawanie past wodnych surowych pigmentów ze środkami powierzchniowo-czynnymi, co prowadzi do wydzielenia jednorodnej plastycznej masy składającej się z pigmentu i środka pomocniczego. Masa ta po oddzieleniu od fazy wodnej i dalszym przerobie służy do wytworzenia preparatów tworzących trwałe dyspersje wodne, których trwałość uzależniona jest od użytych środków pomocniczych.

Celem wynalazku jest otrzymywanie dyspersyjnych barwników azowych o trwałej strukturze krystalicznej przydatnych do wytwarzania stabilnych zawiesin odpornych na aglomerację w procesach barwienia i form handlowych odpornych na sedimentację i koagulację.

Stwierdzono, że dyspersyjne barwniki azowe o trwałej strukturze krystalicznej można otrzymać jeżeli po sprzęganiu dwuazozwiązków komponentów czynnych z komponentami biernymi podda się masę reakcyjną w postaci zawiesiny wodnej o wartości pH powyżej 7 ogrzewaniu w zakresie temperatur od 35°C do temperatury wrzenia masy reakcyjnej, po czym barwnik filtruje się i odmywa wodą. Otrzymane tym sposobem barwniki dobrze się sączą i przy zastosowaniu ogólnie znanych środków dyspersyjnych mogą być przetworzone na trwałe formy handlowe o doskonałym rozdrobnieniu. Podczas barwienia tymi barwnikami nie występuje niepożądane zjawisko aglomeracji i osadzania się ich na powierzchni włókna. Otrzymane barwniki w postaci płynów w warunkach magazynowania przechowywane przez wiele miesięcy nie ulegają sedimentacji a zwłaszcza koagulacji. Barwią włókna syntetyczne na kolory żółte, czerwone, granatowe, wykazując na włóknie poliestrowym i poliamidowym doskonałe odporności, barwią włókno poliakrylonitrylowe z roztworu lub zawiesiny wodnej ewentualnie w obecności środków pomocniczych w podwyższonej temperaturze. Stosuje się je jako związki jednorodne oraz w postaci mieszanek z innymi barwnikami.

Otrzymane wybarwienia posiadają wysokie odporności na światło, pranie, sublimację oraz na warunki obróbki termicznej.

Sposób wytwarzania barwników według wynalazku objaśniają bliżej przykłady I—III. W przykładach tych części i procenty oznaczają części i procenty wagowe.

Przykład I. 135 części 100% 1-N-metylo-4-hydroksy-karbostrylu rozpuszcza się w 1740 częściach 2,3% roztworu wodnego wodorotlenku sodu. Zawartość podgrzewa się do temperatury 60°C i miesza do całkowitego rozpuszczenia. Do ochłodzonego do temperatury 0°C roztworu 1-N-metylo-4-hydroksykarbostrylu wkrapla się roztwór 110 części dwuazozwiązku m-nitroaniliny, sprawdzając alkaliczność na papierku żółcieni brylantowej. Podczas sprzęgania kontroluje się w ciągu całego czasu nadmiar 1-N-metylo-4-hydroksykarbostrylu. Po zakończeniu sprzęgania miesza się masę reakcyjną w ciągu 6 godzin, utrzymując pH 8,5—9,0 za pomocą wodnego roztworu węglanu sodu, a następnie kwasem solnym obniża się wartość pH do 7—7,5. Masę reakcyjną ogrzewa się w czasie 1 godziny w temperaturze 80—90°C, przy czym wartość pH wzrasta samorzutnie do 8,5—9. Gorący roztwór sączy się i przemywa wodą o temperaturze 80°C do uzyskania bezbarwnego odcieku. Po przemyciu barwnika osusza się sprężonym powietrzem, a otrzymaną pastę poddaje się procesowi standaryzacji. Wytworzony barwnik barwi włókna syntetyczne na kolor żółty.

Przykład II. Otrzymany barwnik znanym sposobem w wyniku reakcji sprzęgania zdwuazowanej 2-chloro-4,6-dwunitroaniliny z 2-N,N-dwuacetyloetanolo-4-acetyloaminoanizolem w postaci 10—15% zawiesiny zobojętnia się 15% wodnym roztworem wodorotlenku sodu do wartości pH 7,5—7,6 i ogrzewa do temperatury 35°C utrzymując tę temperaturę w ciągu 4 godzin. Następnie zawiesinę barwnika filtruje się i przemywa wodą o temperaturze 45—50°C do odcieku obojętnego. Wytworzony barwnik barwi włókna syntetyczne na kolor granatowy.

Przykład III. Otrzymany barwnik znanym sposobem w wyniku reakcji sprzęgania zdwuazowanej 2-cyjano-4-nitroaniliny z m-N-N-etylocyjanoetylotoluidyną w postaci zawiesiny o zawartości ciała stałego 10—15% zobojętnia się 15% wodnym roztworem wodorotlenku sodu do wartości pH 7,5—8,0, po czym stopniowo ogrzewa się powyżej temperatury 100°C do wrzenia masy reakcyjnej utrzymując tę temperaturę wrzenia w ciągu 1 godziny. Następnie zawiesinę barwnika filtruje się i przemywa wodą o temperaturze 45—50°C do odcieku obojętnego. Wytworzony barwnik barwi włókna syntetyczne na kolor czerwony.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania dyspersyjnych barwników azowych o trwałej strukturze krystalicznej przez sprzęganie dwuazozwiązków komponentów czynnych z komponentami biernymi, z n a m i e n n y t y m, że po sprzęganiu masę reakcyjną w postaci zawiesiny wodnej o wartości pH powyżej 7 poddaje się ogrzewaniu w zakresie temperatur od 35°C do temperatury wrzenia masy reakcyjnej.