



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 6. III. 1962 (P 98 441)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 18. V. 1964

Kl. 22 f ~~10~~ 3/02

MKP C 09 c 3/02

UKD

Twórca wynalazku: doc. inż. Stanisław Galinowski

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

**Sposób otrzymywania pigmentów organicznych
o wysokim stopniu rozdrobnienia**

BIOTEKA
Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

1

Pigmenty organiczne, których klasycznymi przedstawicielami są barwniki kadziowe i zawieszinowe, powinny odznaczać się wysokim stopniem rozdrobnienia rzędu poniżej mikrona. Rozdrobnienie to uzyskuje się przez obróbkę barwnika na drodze chemicznej i mechanicznej. Obróbka chemiczna zwykle poprzedza mechaniczną i polega najczęściej na rozpuszczaniu pigmentu w stężonym kwasie siarkowym i następnie wytrąceniu podczas szybkiego rozcieńczania tego kwasu. Korzystny jest przy tym dodatek tak zwanych dyspergatorów, na przykład Tamolu NNO. Sposób wytrącania z kwasu siarkowego nie daje się zastosować w przypadku barwników zawierających grupy aryloaminowe lub grupy alkoksy ze względu na łatwość z jaką te grupy ulegają zmydleniu. Ponadto nie można rozpuszczać w kwasie siarkowym barwników ulegających łatwo sulfonowaniu.

Sposób według wynalazku umożliwia osiągnięcie wysokiego stopnia rozdrobnienia pigmentów organicznych. Polega on na wyzyskaniu znanej właściwości bezwodnego oraz stężonego fluorowodoru rozpuszczania związków organicznych, zawierających tlen, azot lub siarkę, które wobec fluorowodoru odgrywają rolę silnych zasad i z którymi fluorowódór tworzy zdysocjonowane sole o charakterze oksoniowym, amoniowym lub sulfoniowym. Do tej grupy związków należą również pigmenty organiczne, a zwłaszcza barwniki kadzio-

2

we oraz barwniki zawieszinowe pochodne antrachinonu, zawierające charakterystyczne ugrupowanie $=CO$, zdolne do tworzenia soli oksoniowych. Pigmenty organiczne rozpuszczają się całkowicie w dwukrotnej ilości bezwodnego fluorowodoru, przy czym lepkość otrzymanych roztworów jest bardzo mała tak, że stanowią one ruchliwe, łatwe do przelewania i mieszania ciecze. Zabarwienie roztworów pigmentów w bezwodnym fluorowodorze jest intensywne i charakterystyczne dla danego pigmentu. Trudny do otrzymania chemicznie czysty bezwodny fluorowódór jest cieczą o temperaturze wrzenia około $+20^{\circ}C$. W praktyce stosuje się techniczny, tak zwany bezwodny fluorowódór, który zawiera kilka procent wody i posiada znacznie wyższą temperaturę wrzenia. Mimo to jednak rozpuszczanie w nim pigmentów prowadzi się w temperaturze od 0 do $+20^{\circ}C$, ponieważ w tym zakresie temperatury zahamowane są procesy rozkładowe w przypadku mniej trwałych barwników, np. zawierających ugrupowanie $-OAlk$ lub $-NHAr$. Po wylaniu tych roztworów na wodę pigmenty wytrącają się w stanie konstytucyjnie niezmienionym jako subtelne zawiesziny. Po odsączeniu można dodać do nich środków pomocniczych powierzchniowo czynnych, np. dyspergatorów i poddać je jeszcze obróbce mechanicznej w celu przerobu na pasty lub proszki. Odcieki zawierające fluorowódór można

korzystnie zubożyć wapnem, po czym wytrącony fluorek wapniowy przerobić na fluorowodór.

Przykład I. 1 część 1,4-dwumetyloamino-antrachinonu rozpuszcza się w 2 częściach 97%-owego fluorowodoru w temperaturze $+15^{\circ}\text{C}$, po czym uzyskany roztwór wlewa się do 100 części wody. Po wysuszeniu wytrąconego i odsączonego osadu otrzymuje się pigment, odznaczający się wysokim stopniem rozdrobnienia.

Przykład II. 1 część dwumetoksywiołantronu rozpuszcza się w 2 częściach 97%-owego fluorowodoru w temperaturze $+15^{\circ}\text{C}$ i uzyskany roztwór wylewa się do wody z lodem. Wytrąco-

ny barwnik odsącza się, przemywa i poddaje obróbce mechanicznej z dodatkiem 1 części Tamolu NNO w ugniatarce, po czym przerabia się z dodatkiem gliceryny na pastę lub przez wysuszenie i rozdrobnienie na proszek.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania pigmentów organicznych o wysokim stopniu rozdrobnienia, znamienny tym, że pigmenty te rozpuszcza się w bezwodnym lub stężonym fluorowodorze, uzyskany roztwór wylewa do wody i odsącza wytrącony osad.