



NORGE

(19) [NO]

STYRET FOR DET
INDUSTRIELLE RETTSVERN

[B] (12) **UTLEGNINGSSKRIFT** (11) **NR. 155182**

(51) Int. Cl.⁴ **B 01 F 17/22, C 08 G 69/44,
C 09 D 17/00**

(21) Patentsøknad nr. **813498**
(22) Inngivelsesdag **16.10.81**
(24) Løpedag **27.02.81**
(62) Avdelt/utskilt fra søknad nr.

(86) Internasjonal søknad nr. **PCT/DK81/00024**
(86) Internasjonal inngivelsesdag **27.02.81**
(85) Videreføringsdag **16.10.81**
(41) Alment tilgjengelig fra **16.10.81**
(44) Utlegningsdag **17.11.86**
(72) Oppfinner **NIELS OSCAR GULEV, Bagsværd,
GIUSEPPE CANESTRI, København,
Danmark.**

(71)(73) Søker/Patenthaver **SADDLIN & HOLMBLAD A/S,
Industrigrenen 4,
DK-2635 Ishøj,
Danmark.**

(74) Fullmektig **Siv.ing. Audun Kristensen,
J.K. Thorsens Patentbureau, A/S, Oslo.**

(30) Prioritet begjært **28.02.80, Danmark, nr 857/80.**

(54) Oppfinnelsens benevnelse **POLYMER DISPERGERINGSMIDDEL SAMT DISPERSJON
INNEHOLDENDE DETTE MIDDEL.**

(57) Sammendrag

Polymert dispergeringsmiddel, fremgangsmåte til fremstilling
av dette samt dispersjon inneholdende dispergeringsmidlet.

Det polymere dispergeringsmiddel består av en oligo- eller
polyamidkjede, hvori samtlige nitrogenatomer inngår i amid-
bindinger, idet oligo- eller polyamidkjeden er forbundet med
minst en polymerkjede, idet hver polymerkjede har en mole-
kylvekt på minst 1000. Dispergeringsmidlet har stor affi-
nitet overfor partikler av "sur" karakter, såsom pigmenter,
og er derved i stand til effektivt å dispergere slike i org-
aniske væsker.

Dispergeringsmidlet fremstilles ved (1) omsetning av et di-
amin med en aminosyre, hvorefter det dannede reaksjonspro-
dukt eventuelt omsettes med en dikarboksylsyre til dannelsen
av et reaksjonsprodukt som omsettes med en polyesterdannende
hydroksykarboksylsyre, eller (2) ved omsetning av et diamin
med en dikarboksylsyre til dannelsen av et oligo- eller poly-
amid, som omsettes med en polyesterdannende hydroksykarbok-
sylsyre.

En dispersjon av faste partikler i en organisk væske og det
polymere dispergeringsmiddel inneholder fra 1 til 20 vekt%
dispergeringsmiddel i forhold til vekten av faste partikler.

(56) Anførte publikasjoner

BRD (DE) off.skrift nr. 2310048, 2541483, 2830860,
Britisk (GB) patent nr. 1116207,
USA (US) patent nr. 3996059.

Foreliggende oppfinnelse vedrører et polymert dispergeringsmiddel for bruk ved dispergering av faste partikler i en organisk væske og det særegne ved dispergeringsmidlet i henhold til oppfinnelsen er at det i det vesentlige består av en oligo- eller polyamidkjede, hvori samtlige nitrogenatomer inngår i amidbindinger, og at oligo- eller polyamidkjeden er forbundet med minst en polymerkjede, hvor hver polymerkjede har en molekylvekt på minst 1000, idet eventuelle frie karboksylsyregrupper i polymerkjeden eller -kjedene eventuelt er omdannet til amidgrupper eller estergrupper.

Oppfinnelsen vedrører også en dispersjon av faste partikler i en organisk væske inneholdende et dispergeringsmiddel og det særegne ved dispersjonen i henhold til oppfinnelsen er at den inneholder fra 1 til 20 vekt% av dispergeringsmidlet i forhold til vekten av de faste partikler.

Øvrige trekk ved oppfinnelsen er som angitt i patentkravene.

Det polymere dispergeringsmiddel anvendes ved dispergering av faste partikler i en organisk væske og spesielt ved dispergering av pigmenter, i organiske væsker til dannelselse av trykkfarger, herunder trykkfargekonsentrater.

I dansk patentansøkning nr. 6257/71 er det beskrevet pigmentholdige dispersjoner som inneholder dispergeringsmiddel i form av en eller flere polyestere eller polyestersalter, hvor polyesteren er avledet av en hydroxykarboksylsyre med en hydrokarbongruppe inneholdende minst 8 karbonatomer og hvori der er minst 4 karbonatomer mellom hydrokso- og karboksylsyregruppene, eller er avledet av en blanding av en slik hydroxykarboksylsyre og en karboksylsyre uten hydroksogrupper.

Pigmenter til fremstilling av trykkfarger kan oppdeles i "sure", "basiske", "amfotære" og "nøytrale" pigmenter (se Palle Sørensen: "Application of the Acid/Base Concept", Journal of Paint Technology, bind 47, nr. 602, mars 1975, sidene 31-38).

Det ovenfor omtalte kjente dispergeringsmiddel er egnet til fremstilling av dispersjoner inneholdende spesielt sammensatte, spesielt diazoterte og koblete pigmenter og herunder røde pigmenter, men er ikke i stand til å danne tilfredstillende dispersjoner av visse "sure" pigmenter, herunder spesielle sorte og blå pigmenter. Videre er det nevnte kjente dispergeringsmiddel på grunn av sin sterkt polare og overflateaktive karakter bare egnet til fremstilling av dispersjoner som senere skal anvendes i dyptrykks- og boktrykksfarge, mens det derimot er uegnet til bruk i litografiske trykkfarger som under trykningen kommer i intim kontakt med vann.

GB patentskrift 1.116.207 beskriver et dispergeringsmiddel som bare inneholder ett nitrogenatom og er således ikke av den type som anvendes ved oppfinnelsen og som inneholder en oligo- eller polyamidkjede.

US patentskrift 3.996.059 vedrører en pigmentdispersjon inneholdende et polymert dispergeringsmiddel avledet av en polyester og som inneholder en endestillet primær, sekundær eller tertiær aminogruppe, et syresalt derav eller en kvaternær ammoniumsaltgruppe. Dette kjente dispergeringsmiddel inneholder ikke en oligo- eller polyamidkjede som det dispergeringsmiddel som anvendes ved den foreliggende oppfinnelse. Forøvrig bemerkes at dispergeringsmidler inneholdende frie aminogrupper eller salter derav er dårlig egnet til bruk i litografiske trykkfarger, idet de gjør dem sterkt hydrofile.

DE off.skrift 2.310.048 beskriver et dispergeringsmiddel til dispergering av faste partikler i en organisk væske og dette kjente dispergeringsmiddel er et addukt av en eller flere nærmere angitte forbindelser som ikke sees å kunne danne noen oligo- eller polyamidkjede. Det bemerkes at det i samtlige eksempler i patentskriftet anvendes et diisocyanat som en av de omhandlede forbindelser og at dette i de fleste av eksem-

plene omsettes med en alkohol, særlig en diol. Det dannes derved et uretan som inneholder grupper av typen -NH-CO-O- . Det følger av dette at det kjente dispergeringsmiddel vil kunne inneholde nitrogenatomer som ikke inngår i amidbindinger.

DE off-skrift 2.541.483 beskriver dispersjoner av findelte, faste stoffer i organiske væsker og det anvendte dispergeringsmiddel er et polymert eller harpiksaktig dispergeringsmiddel som fortrinnsvis er et addukt av en eller flere forbindelser valgt fra følgende grupper:

- a) organiske forbindelser inneholdende to eller flere isocyanatgrupper,
- b) en organisk forbindelse inneholdende to eller flere grupper som kan reagere med isocyanatgrupper, og
- c) en forbindelse med formel $\text{Z-X-E(T-D)}_{n-1}\text{Q}$, hvori Z er -OH eller -NHR , R er en enverdig hydrokarbongruppe, X er en eventuelt substituert hydrokarbongruppe, n er et helt tall, Q er en eventuelt substituert hydrokarbongruppe, D er en gruppe med formel -CO-O- og E er en gruppe med formel -CO-O eller -CO-N(R')- hvori R' er hydrogen eller en enverdig hydrokarbongruppe.

Dette dispergeringsmiddel er av den type som delvis består av et reaksjonsprodukt dannet ved reaksjon mellom isocyanatgrupper og hydrokso- eller aminogrupeer. Det er således ikke tale om noe dispergeringsmiddel som inneholder en oligo- eller polyamidkjede og hvor samtlige nitrogenatomer inngår i amidbindinger. De beskrevne dispersjoner kan utover et dispergeringsmiddel inneholde et såkalt fluidiseringsmiddel som består av et substituert ammoniumsalt av en farget syre og heller ikke denne bestanddel har en sammensetning som det dispergeringsmiddel som anvendes ved den foreliggende oppfinnelse.

DE off-skrift 2.830.860 beskriver et dispergeringsmiddel be-

155182

4

stående av reaksjonsproduktet av et polyimin og en polyester inneholdende en fri karboksylsyregruppe, idet der er bundet minst to polyesterkjeder til hver polyiminkjede. Dette kjente dispergeringsmiddel inneholder således ikke noe oligo- eller polyamidkjede.

Formålet med oppfinnelsen er å tilveiebringe et dispergeringsmiddel som spesielt er velegnet til fremstilling av dispersjoner av partikler av "sur" karakter, så som visse pigmenter til tilfremstilling av litografiske trykkfarger av høy kvalitet.

Oppfinnelsen er basert på den erkjennelse at oligo- eller polyamid-kjeden, som har basisk karakter, har stor affinitet overfor partikler av "sur" karakter, så som pigmenter, og derved er i stand til effektivt å dispergere slike i en organisk væske.

Dispergeringsmidlet i henhold til oppfinnelsen består som nevnt i det vesentlige av en oligo- eller polyamid-kjede, som er forbundet med en eller flere polymerkjeder.

Oligo- eller polyamid-kjeden omfatter fortrinnsvis gjennomsnittlig fra 2 til 36 amidbindinger pr. molekyl.

Den eller de med oligo- eller polyamid-kjeden forbundne polymerkjeder er fortrinnsvis polyesterkjeder med en molekylvekt på minst 1500. Eksempler på andre anvendelige typer av polymerkjeder er homopolymerer av butadien og styren-butadienkomopolymerer. Polymerer av ovennevnte type og med terminale hydroksylgrupper finnes i handelen under betegnelsen "polybd resins" og kan fås fra ARCO Chemical Company.

En annen anvendelig type polymer er karboksyl-avsluttede polybutadiener som finnes i handelen under betegnelsen "Hycar CT"

og kan fås fra B.F. Goodrich Chemical Company, USA.

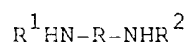
Som antydnet kan dispergeringsmidlet også inneholde mindre mengder av andre forbindelser enn den ovenfor omtalte polymer. Disse forbindelser kan, som det er forklart senere, skrive seg fra "urenheter" i de utgangsmaterialer som anvendes for fremstillingen av det polymere dispergeringsmiddel.

Dispergeringsmidlet i følge oppfinnelsen kan fremstilles på flere i og for seg kjente måter.

Således kan dispergeringsmidlet fremstilles ved å omsette et amin inneholdende minst to aminogrupper og en aminosyre og ved eventuelt å omsette det herved dannede reaksjonsprodukt med en dikarboksylsyre, samt ved å omsette den derved fremkomne forbindelse med en hydroksykarboksylsyre som er i stand til å danne en polyester.

Eventuelle frie karboksylsyregrupper i den dannede polymer kan heretter omdannes til amidgrupper med en base eller forestres.

Det anvendte amin er fortrinnsvis et diamin med formelen

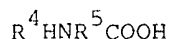


hvor R betegner en toverdig hydrokarbongruppe inneholdende mellom 1 og 20 karbonatomer og hvor R^1 og R^2 hver betegner et hydrogenatom eller en mettet eller umettet hydrokarbongruppe med fra 1 til 20 karbonatomer. Eksempler på slike diaminer er etylendiamin, 1,2-propandiamin, 1,6-heksandiamin, 1,8-oktandiamin, 1,12-dodecandiamin, 1,4-diamincykloheksan og 1,4-fenylendiamin.

Den anvendte aminosyre er fortrinnsvis en aminosyre med formelen

155182

6



hvor R^4 betegner et hydrogenatom eller en hydrokarbongruppe med 1 til 20 karbonatomer og R^5 betegner en eventuelt substituert hydrokarbongruppe inneholdende fra 1 til 20 karbonatomer. Eksempler på slike aminosyrer er glycin, α -alanin, glutaminsyre, arginin og 11-aminoundecansyre.

Dikarboksylsyren som eventuelt anvendes ved ovennevnte fremgangsmåte er f.eks. ravsyre, adipinsyre, azealainsyre, sebacinsyre, 1,12-dodecandisyre, 1,2-cykloheksandikarboksylsyre, 1,4-cykloheksandikarboksylsyre og tereftalsyre.

Eksempler på anvendelige hydroksykarboksylsyrer ved ovennevnte fremgangsmåte er 12-hydroksystearingsyre og ricinolsyre. Andre eksempler på anvendelige hydroksylkarboksylsyrer er omtalt i patentansøkning nr. 6257/71.

De i handelen værende hydroksykarboksylsyrer inneholder ofte en mindre mengde karboksylsyre hvori der ikke inngår hydroksygrupper og det fremkomne produkt kan derfor inneholde "urenheter". Slike "urenheter" har normalt ingen vesentlig skadelig virkning på produktets dispergeringsevne hvis de forekommer i små mengder. Hvis de finnes i større mengder må der treffes foranstaltninger til å fjerne dem eller omdanne dem til amider eller estere.

Omsetningen av de nevnte forbindelser gjennomføres fortrinnsvis under omrøring og tilledning av en inert gass og ved en temperatur på over 100°C i et aromatisk oppløsningsmiddel, f.eks. xylen, og det ved reaksjonen dannede vann fjernes ved azeotropisk destillasjon.

Ved omdannelsen av eventuelle frie karboksylsyregrupper i polyesterkjeden eller -kjedene samt karboksylsyrer, som skriver seg fra ovennevnte "urenheter", til amider anvendes fortrinns-

vis et diamin av ovennevnte type.

Ved en annen fremgangsmåte for fremstilling av dispergeringsmidlet i henhold til oppfinnelsen omsettes et amin inneholdende minst to aminogrupper med en dikarboksylsyre, og det derved dannede oligo- eller polyamid omsettes deretter med en hydroksykarboksylsyre som er i stand til å danne en polyester til dannelsen av en polymer, hvorefter eventuelle frie karboksylsyregrupper eventuelt omdannes til amidgrupper med en base eller forestres. Det anvendte amin er foretrukket et diamin som den i forbindelse med den førstnevnte fremgangsmåte omtalte diamin. Tilsvarende gjelder dikarboksylsyren og hydroksykarboksylsyren.

For dannelsen av amidgrupper anvendes hensiktsmessig også et diamin av den ovenfor omtalte type.

Omsetningen gjennomføres fortrinnsvis under omrøring og ved tilførsel av en inert gass og ved en temperatur på over 100°C i et aromatisk oppløsningsmiddel, f.eks. xylene, og det ved reaksjonen dannede vann fjernes ved azeotropisk destillasjon.

Oppfinnelsen vedrører også en dispersjon av faste partikler i en organisk væske inneholdende et dispergeringsmiddel av ovennevnte type.

En slik dispersjon kan fremstilles ved velkjente fremgangsmåter for fremstilling av dispersjoner. De faste partikler, f.eks. pigmentpartikler, den organiske væske og dispergeringsmidlet i følge oppfinnelsen kan således blandes i en vilkårlig rekkefølge, og blandingen kan deretter underkastes en mekanisk behandling for å nedbryte eventuelle agglomerater av faste partikler, f.eks. ved kule- eller valse-formaling.

Det faste stoff kan også formales alene eller i blanding med enten den organiske væske eller dispergeringsmidlet, og den eller de andre bestanddeler tilsettes deretter, hvorefter dispersjonen dannes ved omrøring av blandingen.

Det foretrekkes at mengden av dispergeringsmidler i dispersjonen i henhold til oppfinnelsen utgjør fra 1 til 20% og særlig fra 5 til 15 vekt% i forhold til vekten av de faste partikler, og dispersjonen inneholder fortrinnsvis 40 til 60 vekt% av faste partikler i forhold til dispersjonens totale vekt.

De organiske væsker som anvendes til å fremstille de nevnte dispersjoner kan være inerte organiske væsker hvori det nevnte dispergeringsmiddel er i det minste delvis oppløselig ved værelsestemperatur og som er stabile under dispersjonenes anvendelsesbetingelser. Det kan om ønsket anvendes blandinger av organiske væsker. Foretrukne organiske væsker er hydrokarboner eller halogenerete hydrokarboner, som toluen, xylen, mineralterpentin, klorbenzen, karbon-tetraklorid og perkloretylen. Det kan også anvendes andre organiske væsker, f.eks. estere som butylacetat, alkoholer som n-butanol, og linolje, hvis viskositet eventuelt er forøket ved en varmebehandling. Det foretrekkes spesielt å anvende jordoljefraksjoner. Vanligvis vil valget av de organiske væsker eller blandinger derav, som anvendes for fremstilling av dispersjonene, avhenge av det formål hvortil disse skal anvendes.

De faste partikler er som nevnt fortrinnsvis pigmentpartikler. Når det anvendes uorganiske pigmenter er disse fortrinnsvis sådanne som inneholder et metallatom og som eksempler på slike pigmenter kan nevnes titaniumoksyd, berlinerblått, kadmiumsulfid, jernoksyd, zinnober, ultramarin og krompigmenter omfattende kromater av bly, sink, barium og kalsium og blandinger og modifikasjoner derav. Slike pigmenter finnes i handelen som grønn-gule til røde pigmenter under betegnelsene primrose, sitrongul, middel, orange, purpur og røde kromstoffer.

Når det anvendes organiske pigmenter er disse fortrinnsvis vannuoppløselige metallsalter eller komplekser, særlig kal-

sium- eller bariumsalter eller komplekser av oppløselige eller tyntoppløselige organiske fargestoffer, spesielt azo-fargestoffer og ftalocyanider.

Ytterligere eksempler på anvendelige pigmenter er f.eks. omtalt i tredje utgave av Colour Index (1975).

Dispersjonene i følge oppfinnelsen er flytende eller halv-flytende stoffsammensetninger som inneholder det fast stoff i findelt og vanligvis deflokkulert form, og de kan anvendes til et hvilket som helst formål hvortil dispersjoner av slike faste stoffer vanligvis anvendes. Dispersjoner av pigmenter er av særlig betydning ved fremstilling av trykkfarger ved en sammenblanding av dispersjonene med andre komponenter, som vanligvis anvendes ved fremstilling av slike farger. Dispersjonene er likeledes anvendelige ved fremstilling av malinger, hvor de f.eks. sammenblandes med alminnelige alkyd- og/eller andre harpikser.

Oppfinnelsen skal i det følgende beskrives nærmere under henvisning til følgende eksempler:

EKSEMPEL 1

En blanding av 400 g (2 mol) 1,12-diaminododecan og 690 g (3 mol) 1,12-dodecandisyre oppvarmes under omrøring i en 10 liters glasskolbe under tilledning av nitrogen til 190°C og holdes ved denne temperatur i ca 2 1/2 time inntil det er dannet 4 mol vann. Det dannede vann fjernes azeotropisk ved hjelp av xylene. Det herved oppnådde oligoamid, som inneholder 2 frie og terminale syregrupper, omsettes deretter med 6000 g (ca. 20 mol) 12-hydroksystearinsyre ved 220°C i 24 timer hvorved det dannes 20 mol vann. Det dannede vann fjernes azeotropisk med xylene. Syretallet måles (mellom 10 og 20), og det tilsettes 1,1 gang den ekvivalente mengde av 1,12-diaminododecan under oppvarming til 220°C inntil vannfraspaltningen opphører.

155182

10

Xylenet fjernes i vakuum ved 190°C.

Produktet er en brunaktig, høyviskøs masse med syretall = 0 mg KOH/g som er oppløselig i aromater eller aromatholdige væsker.

EKSEMPEL 2

En blanding av 200 g (1 mol) 1,12-diaminododecan og 402 g (2 mol) 11-aminoundecansyre omsettes ved 190°C under fjernelse av 2 mol reaksjonsvann. Deretter tilsettes 460 g (2 mol) 1,12-dodecandisyre og temperaturen heves til 200°C og temperaturen opprettholdes inntil ytterligere 2 mol vann er dannet og fjernet azeotropisk med xylene. Deretter tilsettes 6000 g (ca. 20 mol) ricinolsyre ("Nouracid CS 80" fra Akzo Chemie), og temperaturen holdes på 200°C i 48 timer, hvorved det dannes 20 mol forestringsvann som fjernes azeotropisk.

Syretallet måles og det tilsettes den ekvivalente mengde alkylpropylendiamin ("Duomeen T" fra Armour Hess Chemicals Ltd.). Temperaturen holdes på 200°C i 2 timer eller inntil det ikke kommer mere reaksjonsvann.

Xylenet avdestilleres ved 190°C i vakuum.

Produktet er en brunaktig, høyviskøs masse med et syretall = 3 mg KOH/g som er oppløselig i toluen.

EKSEMPEL 3

En reaksjonskjele på 700 l av rustfritt stål påfylles 28,1 kg alkylpropylendiamin ("Duomeen T") og 31,4 kg 11-aminoundecansyre. Etter tilsetning av 100 kg xylene startes omrøring og oppvarming til 143°C og ved denne temperatur går xylene i tilbake løp.

Fra start og til slutning av prosessen anvendes nitrogen

som gjennombobler reaksjonsblandingen. Etter 1 time ved 143°C tilsettes 46,5 kg "Nouracid CS 80" som inneholder 87% ricinol-syre og temperaturen heves til 195°C og holdes der inntil det ikke dannes mer reaksjonsvann, som fjernes azeotropisk ved hjelp av xylene.

Deretter tilsettes 465,8 kg "Nouracid CS 80" og temperaturen holdes i 8 timer ved 195°C, 8 timer ved 220°C og 8 timer ved 240°C. Deretter tilsettes langsomt (30 minutter) 28,1 kg "Duomin T" for å nøytralisere de fri syregrupper ved amid-dannelse og reaksjonen fortsettes ved 240°C inntil der ikke kommer ytterligere reaksjonsvann. Den samlede mengde dannet vann er 33 kg.

Etter avkjøling til 195°C avdestilleres xylene i vakuum.

Det ferdige produkt er en mørkebrun, gjennomsiktig, høy-viskøs og gelaktig masse med syretall = 0 mg KOH/g.

Produktet er oppløselig i rene aromater og aromatholdige mineraloljer.

EKSEMPEL 4

8,5 deler av produktet fremstilt i eksempel 3 oppløses i 41,5 deler mineralolje (inneholder 22% aromater med kokopunkt 260-290°C) og det iblandes 50 deler Karbonblack (pH = 3-5) ved hjelp av en langsomt gående sløyferører. Etter 30 minutters fordispergering rives dispersjonen en gang på en 3-valsemølle.

Den fremkomne dispersjon er flytende og inneholder karbonblack i finfordelt og ikke-flokkulert tilstand og egner seg utmerket til anvendelse i f.eks. malinger, lakker og trykkfarger, herunder litografiske trykkfarger.

EKSEMPEL 5

Frengangsmåten ifølge eksempel 4 gjentas, idet der i stedet

155182

12

for karbonblack anvendes 50 deler litholrubin, C.I. pigment rød nr. 57 (15850).

Det oppnås en flytende dispersjon hvori pigmentet er finfordelt. Dispersjonen er anvendelig til samme bruk som dispersjonen ifølge eksempel 4.

EKSEMPEL 6

Fremgangsmåten ifølge eksempel 4 gjentas idet der som pigment anvendes 50 deler av et gult pigment, C.I. pigment gul nr. 13 (21100).

Det oppnås en flytende dispersjon hvori pigmentet er finfordelt. Dispersjonen er anvendelig til samme bruk som dispersjonen ifølge eksempel 4.

EKSEMPEL 7

Fremgangsmåten i ifølge eksempel 4 gjentas idet det der som pigment anvendes 50 deler β -Cu-ftalocyanin blå, C.I. pigment blå nr. 15 (74160).

Det oppnås et resultat tilsvarende det resultat som ble oppnådd i eksempel 5.

EKSEMPEL 8

Fremgangsmåten ifølge eksempel 4 gjentas idet der anvendes 10 deler av produktet fremstilt ifølge eksempel 3, 5 deler mineralolje og 85 deler titandioksyd ("R/U/F" fra Bayer A.G.).

Den fremkomne dispersjon er flytende og inneholder titandioksyd i finfordelt og ikke-flokkulert tilstand. Dispersjonen er anvendelig til samme bruk som dispersjonen ifølge eksempel 4.

EKSEMPEL 9

En blanding av 2880 g (8 mol) alkylpropyldiamin ("Duomeen T"), 1610 g (7 mol) 1,12-dodecandisyre og 402 g (2 mol) 11-amino-undecansyre omsettes ved 220°C under fjernelse av 16 mol forstringsvann. Det dannede polyamid (gjennomsnittlig 16 amid-grupper pr. molekyl) tilsettes 6600 g (ca. 22 mol) ricinolsyre hvoretter det reageres ved 200°C i 48 timer. 400 g (ca. 22 mol) forstringsvann dannes og fjernes azeotropt med xylene. Syretallet = 22 mg KOH/g. Det tilsettes 460 g (2,3 mol) 1,12-diaminododecan, og det viderereageres ved 220°C inntil det ikke dannes mere reaksjonsvann. Syretallet = 0,5 mg KOH/g.

Produktet prøves som beskrevet i eksempel 4. Resultatet er tilsvarende.

EKSEMPEL 10

a) En blanding av 360 g alkylpropylendiamin ("Duomeen T"), 402 g 11-amino-undecansyre og 50 g xylene oppvarmes under omrøring i en 1 liters glasskolbe idet reaksjonsvannet fjernes azeotropt med xylene. Temperaturen heves gradvis til 250°C og holdes derpå ved 250°C inntil det ikke lenger fraspaltes vann. Det dannes 36 ml vann. Xylenet fjernes deretter ved 180°C under vakuum.

Produktet, som er diamid med frie aminogruupper, er hvitt og har et smeltepunkt på ca. 50°C.

b) 4800 g flytende karboksyl-terminert polybutadien ("Hycar CTB" fra B.F. Goodrich Chemical Company, USA) med en syreekvivalentvekt på 2400 og en funksjonalitet på 2,01, videre 327 g behenylalkohol, 5 g hydrokinonmonometyleter og 5 g dibutyltinnoxid omsettes ved 210°C inntil det ikke kommer mere reaksjonsvann. Forestringsproduktet er en monofunksjonell forbindelse med en målt syreekvivalentvekt på 4561.

c) 1820 g av forestringsproduktet, fremstilt som angitt

155182

14

under b), omsettes med 145 g diamid fremstilt som angitt under a) ved 220°C inntil der ikke kommer mere reaksjonsvann som skriver seg fra amiddannelsen mellom aminogruppene i diamidet og syregruppene i forestringsproduktet.

Deretter tilsettes 490 g mineralolje med temperatur 200°C (kokepunkt 230-260°C ved 18% aromatinholdet).

Produktet er ved romtemperatur en mørkebrun høyviskøs voksaktig pasta som er oppløselig i aromater og i aromatholdige mineraloljer.

10 deler av det ovennevnte produkt oppløses i 45 deler mineralolje (kokepunkt 230-260°C, 18% aromatinhold) og iblandes 45 deler β -Cu-ftalocyaninblå. Blandingen, som er flytende, rives to ganger på en 3-valsemølle, hvorefter det fremkommer en blanding som inneholder pigmentet i en finfordelt og ikke-flokkulert tilstand.

PATENTKRAV

1. Polymert dispergeringsmiddel til bruk ved dispergering av faste partikler i en organisk væske, k a r a k t e r i s e r t v e d a t det i det vesentlige består av en oligo- eller polyamidkjede, hvori samtlige nitrogenatomer inngår i amidbindinger, og at oligo- eller polyamidkjeden er forbundet med minst en polymerkjede, hvor hver polymerkjede har en molekylvekt på minst 1000, idet eventuelle frie karboksylsyregrupper i polymerkjeden eller -kjedene eventuelt er omdannet til amidgrupper eller estergrupper.
2. Polymert dispergeringsmiddel som angitt i krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d a t oligo- eller polyamidkjeden omfatter gjennomsnittlig mellom 2 og 36 amidbindinger pr. molekyl.
3. Polymert dispergeringsmiddel som angitt i krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d a t den eller de med oligo- eller polyamidkjeden forbundne polymerkjeder er polyesterkjeder med en molekylvekt på minst 1500.
4. Polymert dispergeringsmiddel som angitt i krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d a t oligo- eller polyamidkjeden inneholder segmenter dannet ved omsetning av aminosyrer.
5. Polymert dispergeringsmiddel som angitt i krav 4, k a r a k t e r i s e r t v e d a t segmentene er dannet ved omsetning av 11-aminoundecansyre eller arginin.
6. Dispersjon av faste partikler i en organisk væske inneholdende et dispergeringsmiddel som angitt i krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d a t den inneholder fra 1 til 20 vekt% av dispergeringsmidlet i forhold til vekten av de faste partikler.