

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

248890

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 09 B 67/12

/22/ Přihlášeno 26 09 85
/21/ PV 6860-85

(40) Zveřejněno 17 07 86

(45) Vydáno 15 01 88

(75)

Autor vynálezu

GEMZOVÁ IVA ing., KADANÍKOVÁ VĚRA PhMr., CHMELÍK JOSEF,
SMRČEK VLADIMÍR ing., PARDUBICE, VOJTÍŠEK VRATISLAV ing.,
ROSICE nad Labem

(54) Způsob zpracování ftalocyaninu mědi

Způsob zpracování ftalocyaninu mědi na
vydatné pigmenty dobrých koloristických
vlastností je založen na krystalizaci alfa
nebo gama modifikace ftaloxaninu mědi v mo-
no-, di- nebo trietanolaminu, obsahujícím
0,1 až 45 % hmot. vody při teplotě 230 °C,
s výhodou při teplotě bodu varu reakční smě-
si.

Vynález se týká způsobu zpracování ftalocyaninu mědi krystalizací alfa nebo gama modifikace ftalocyaninu mědi na pigmenty velmi dobrých koloristických vlastností.

Je znám způsob přípravy alfa modifikace ftalocyaninu mědi s obsahem do 2 % beta modifikace ftalocyaninu mědi, nesubstituované i halogenované, která má velmi dobré koloristické vlastnosti a je červenavého odstínu. Příprava ftalocyaninu probíhá v nitrobenzenu a při dalším zpracování se sleduje cíl zmenšit počet filtrací při výrobě.

Přesrážení se provádí zahříváním reakční směsi v nitrobenzenu s 90 až 100% kyselinou sírovou na teplotu 20 až 100 °C, nitrobenzenová suspenze pigmentu se dekantací oddělí od kyselé vodné vrstvy, která se někdy neutralizuje amoniakem a filtrace se provádí až po naředění promyté nitrobenzenové pigmentové suspenze alkoholem s 1 až 4 uhlíkovými atomy, nejčastěji isopropanolem, vedle řady dalších i etylenglykolem.

V AO č. 247820 a v AO č. 247821 je popsán způsob zpracování ftalocyaninu, při němž vznikají pigmenty velmi dobrých koloristických vlastností, vyznačující se vydatností a červeným a jasným odstínem. Při tomto způsobu zpracování se neupravený tj. surový nebo mletý např. malenovaný ftalocyanin mědi použije k přípravě alfa nebo gama modifikace ftalocyaninu mědi a tyto modifikace se krystalují v prostředí nejméně jednoho organického rozpouštědla, vody a buď hydroxidu alkalického kovu nebo směsi hydroxidu alkalického kovu a alkalické soli anorganické kyseliny nebo alkalické anorganické kyseliny při zvýšené teplotě, přičemž alfa modifikace zůstává alfa modifikací a gama modifikace přechází v beta modifikaci.

Jako organické rozpouštědlo je s výhodou používán etylenglykol, ve směsi s vodou a síranem sodným etanolamin. Při krystalizaci v prostředí, obsahujícím etylenglykol, je pro dokonalý a rychlý převod gama modifikace v beta modifikaci nutné dosáhnout relativně vysoké teploty při zahřívání, 180 až 185 °C. Při krystalizaci v prostředí, obsahujícím etanolamin, probíhá převod gama v beta modifikace při značně nižších teplotách, přibližně 160 °C, obsah přítomné alkalické soli anorganické kyseliny, ale může dávat vzniknout při dalším trvání krystalizace menšímu množství alfa modifikace v beta modifikaci.

Tyto nevýhody odstraňuje způsob zpracování ftalocyaninu mědi na vydatné pigmenty dobrých koloristických vlastností krystalizací alfa nebo gama modifikace ftalocyaninu mědi, který je předmětem tohoto vynálezu a jehož podstata spočívá v tom, že se lafa nebo gama modifikace ftalocyaninu mědi zahřívá s mono-, di-, nebo trietanolaminem v množství tří až dvaceti násobku hmoty ftalocyaninu a vodou v množství 0,1 až 45 % hmot. při zpracování alfa modifikace či 0,1 až 12 % hmot. při zpracování gama modifikace ftalocyaninu mědi, vztaženo na hmotnost mono-, di- nebo trietanolaminu na teplotu maximálně 230 °C, s výhodou na teplotu bodu varu reakční směsi.

Při tomto způsobu zpracování vznikají modifikačně jednotné ftalocyaninové pigmenty velmi dobrých koloristických vlastností, vydatné a červeného odstínu.

Krystaluje se alfa modifikace připravená přesrážením ze zředěné kyseliny sírové, 62 až 90%, nejčastěji 70% a gama modifikace připravená z ftalocyaninu mědi postupem uvedeným v AO č. 247821.

Výhoda tohoto nového způsobu spočívá v tom, že krystalizace probíhá při nižších teplotách, že se zmenšuje počet složek v krystalizačním prostředí, do reakce nevstupuje ani hydroxid alkalického kovu, ani alkalická sůl anorganické kyseliny, a v případě krystalizace gama modifikace nepřítomnost alkalické soli anorganické kyseliny zaručuje, že nevzniká rentgenovou analýzou zjistitelné množství alfa modifikace v beta modifikaci.

Vzniklé pigmenty jsou použitelné při běžných aplikacích, především v nátěrových hmotách.

Způsob zpracování dále osvětlují příklady.

P ř í k l a d 1

50 g vysušené gama modifikace ftalocyaninu mědi se vnese do 700 ml monoetanolaminu, který má teplotu varu 167 °C, přidá se 10 ml vody a směs se uvede do varu pod zpětným chladičem. Teplota varu směsi se ustálí na 155 až 157 °C a při této teplotě se krystaluje tři hodiny. PO částečném zchladnutí se směs nalije do přibližně 1 000 ml vody a po promíchání se zfiltruje fritou G 3. Produkt se promyje vodou, až pH filtrátu je 7. Ostře odsátý produkt se vysuší při 75 °C a rozetře na porcelánové misce. Vznikne dle RTG analýzy 100% beta modifikace ftalocyaninu mědi, která má velmi dobré koloristické vlastnosti.

P ř í k l a d 2

50 g vysušené alfa modifikace ftalocyaninu mědi se zpracuje obdobně, jak je uvedeno v příkladu 1. Vznikne pigment velmi dobrých koloristických vlastností.

P ř í k l a d 3

50 g vysušené gama modifikace ftalocyaninu mědi se vnese do 400 ml monoetanolaminu, který má teplotu varu 167 °C, přidá se 5,7 ml vody a směs se uvede do varu pod zpětným chladičem. Doba krystalizace dvě hodiny. Další zpracování obdobně jako v příkladu 1. Připravený pigment má velmi dobré koloristické vlastnosti.

P ř í k l a d 4

95 g vodné pasty alfa modifikace ftalocyaninu mědi, obsahující 50 g sušiny ftalocyaninu mědi, se vnese do 500 ml dietanolaminu a směs se uvede do varu pod zpětným chladičem. Doba krystalizace je tři hodiny. Další zpracování je obdobné jako v příkladu 1.

P ř í k l a d 5

15 g alfa modifikace ftalocyaninu mědi, 30 ml monoetanolaminu, 129 ml trietanolaminu a 120 ml vody se vaří pod zpětným chladičem při 106,5 °C tři hodiny. Po ochlazení se směs filtruje, promyje vodou, až pH filtrátu je 7 /případně po neutralizaci zředěnou kyselinou sírovou/ a vysuší při 75 °C. Dle RTG analýzy 100% alfa modifikace, pigment méně červenavého odstínu, s vysokou brilancí odstínu a s vysokou koloristickou vydatností.

P ř í k l a d 6

35 g vysušené gama modifikace ftalocyaninu mědi se vnese do 350 ml trietanolaminu, přidá se 15 ml vody a směs se vaří pod zpětným chladičem tři hodiny při 154 až 157 °C. Potom se směs vnese do přibližně 500 ml vody a po promíchání a ochlazení na normální teplotu se filtruje, produkt se promyje vodou, až pH filtrátu je 7, /případně se neutralizuje po částečném promytí vodou zředěnou kyselinou sírovou a dále promyje vodou/ a dále se vysuší při 75 °C. Pigment má dobrou vydatnost a červenavý odstín modré barvy.

P ř í k l a d 7

35 g vysušené alfa modifikace ftalocyaninu mědi se zpracuje obdobně jako je uvedeno v příkladu 6. Pigment má velmi dobré koloristické vlastnosti.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob zpracování ftalocyaninu mědi na vydatné pigmenty dobrých koloristických vlastností krystalizací alfa nebo gama modifikace ftalocyaninu mědi, vyznačený tím, že se alfa nebo gama modifikace ftalocyaninu mědi zahřívá s mono-, di-, nebo trietanolaminem v množství tří až dvaceti násobku hmotnosti ftalocyaninu a s vodou v množství 0,1 až 45 % hmot. při zpracování alfa modifikace či 0,1 až 12 % hmot. při zpracování gama modifikace ftalocyaninu mědi, vztaženo na hmotnost mono-, di- nebo trietanolaminu na teplotu maximálně 230 °C s výhodou na teplotu bodu varu reakční směsi.