



POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

204973
(11) (B2)

(22) Přihlášeno 08 01 73
(21) (PV 157-73)
(32) (31) (33) Právo přednosti od 07 01 72
(273/72) Švýcarsko
(40) Zveřejněno 31 07 80
(45) Vydáno 15 12 83

[51] Int. Cl.³
C 09 B 67/38

(72)
Autor vynálezu WEGMANN JACQUES dr., BETTINGEN a BECKER CARL dr., BASILEJ
(Švýcarsko)
(73)
Majitel patentu CIBA-GEIGY AG, BASILEJ (Švýcarsko)

(54) Způsob výroby dobře dispergovatelných koncentrovaných kapalných až pevných barvivových přípravků

1

Ve francouzském patentovém spise číslo 2 059 099 je popsán způsob výroby barevných výrobků z vysokopolymerních syntetických pryskyřic.

Tento způsob spočívá v tom, že se plně syntetické pryskyřice, které jsou nerozpustné ve vodě, hydrofobní, vysokomolekulární a které nejsou rozpustné, ani silně neobtávají v žádné z obou kapalných fází dvoufázového systému ve formě granulátů, řízků nebo prášku zpracovávají s barvivy ve směsi hydrofilních a organofilních rozpouštědel, která jsou vzájemně omezeně rozpustná a vytvářejí dvoufázový systém. Použitá barviva se přitom více rozpouštějí v organofilní než hydrofilní složce rozpouštědlového systému. Po uvedeném zpracování pryskyřice se rozpouštědla odstraní a přípravky se popřípadě za přidání neupravené pryskyřice tvarují z roztoku nebo z taveniny.

Když se pryskyřice použije v práškovité formě mohou se s překvapením získat vysoce koncentrované pigmentové přípravky, které obsahují 50 i více procent barviva.

Pro výrobu takových práškovitých přípravků se jak bylo uvedeno, s výhodou může použít práškovitých polyamidů, polyesterů, zejména však polypropylenu a polyakrylonitrilu.

Nyní se dále zjistilo, že četných pryskyřic,

2

kteřé sice mají práškovitou formu, ale nesplňují tak jako shora uvedené pryskyřice podmínku nerozpustnosti, či nejvýše slabé bobtnatelnosti v organické složce dvoufázového systému, se může rovněž velmi úspěšně použít jako nosných pryskyřic.

Důležité je pouze, aby byly nerozpustné v samotném dvoufázovém systému a aby bylo možno je v pevném stavu ve formě prášku s velkým povrchem ovrstvit organickou fází použitého systému.

Způsob podle vynálezu tedy poskytuje možnost výroby dobře dispergovatelných, koncentrovaných kapalných až pevných barvivových a pigmentových přípravků za použití celé řady dalších vysokomolekulárních nosičů, což značně rozšiřuje aplikovatelnost těchto přípravků a přináší tedy velký technický pokrok.

Podle vynálezu se postupuje tak, že se suspenze barviva, které je nerozpustné ve vodě, nebo jehož rozpustnost ve vodě je nižší než 100 mg barviva v 1 litru vody, ve vodě a/nebo v organickém rozpouštědle, jehož rozpustnost ve vodě je v rozmezí 1 až 300 g/l, přičemž toto rozpouštědlo je schopno vytvořit s vodou dvoufázový systém, popřípadě v přítomnosti vyvločkovacího prostředku, které je přednostně rozpustné v organické složce mlecího prostředí, mechanic-

ky rozmělnuje až do velikosti částic nejvýše 10 μm , přednostně nejvýše 2 μm , pak se po odstranění použitého pomocného mlecího prostředku přidá pro vytvoření dvoufázového systému potřebné shora uvedené organické rozpouštědlo, omezeně rozpustné ve vodě, nebo voda, vzniklá suspenze barviva se před nebo po vytvoření dvoufázového systému smísí s alespoň jedním pevným vysokomolekulárním nosičem rozpustným ve vodě nebo ve shora uvedeném omezeně vodorozpustném rozpouštědle, ale nerozpustným ve dvoufázovém systému, suspenze s nosičem se zpracovává tak dlouho, až se organická fáze, obsahující barvivo rovnoměrně rozdělí na povrchu vysokomolekulárního nosiče, pak se odstraní rozpouštědlo a výsledný barvivový přípravek se vysuší nebo disperguje ve vodě nebo v organickém rozpouštědle. Jako pevného vysokomolekulárního nosiče se přitom přednostně používá etheru nebo esteru celulózy.

I když je možno získat i kapalné přípravky tak, že se při přípravě použité rozpouštědlo jen částečně odstraní, zpravidla je však účelnější vyrobít pevné prostředky, už jen z toho důvodu, aby se rozsah možnosti jejich použití neomezoval na určité rozpouštědlo.

Aby se dosáhlo co nejlepšího povlečení je důležité, aby měla vysokomolekulární nosná látka co největší povrch. Přitom však nemusí být rozmělněná tak jemně, aby již byla nefiltrovatelná, poněvadž v protikladu k dosud známým způsobům podobného typu nedochází v případě vynálezu pravděpodobně k obalování částic barviva, částicemi pryskyřice, nýbrž naopak k tomu, že se částice polymerního nosiče co nejrovnoměrněji povlékají částicemi barviva. Rovnoměrnosti povlečení se dosahuje použitím filmotvorné organické fáze.

Nosná pryskyřice se může rozpustit v jedné z obou fází, přičemž při vzniku dvoufázového systému dojde k jejímu vysrážení ve formě, která má velký povrch, což je z hlediska následujícího povlékání výhodné. Ve většině případů se však při tomto postupu získá pryskyřice v těžko filtrovatelné gelovité nebo mazlavé formě. Výhodnější je proto jemně práškovitou pryskyřici rozmíchat v suspenzi teprve po vytvoření dvoufázového systému.

Nejlepší je kombinovat obě tyto možnosti, tj. část polymerního nosiče rozpustit v rozpouštědle dvoufázového systému. Rozpuštěná část polymeru se vysráží za současného velkého zvětšení použitelného povrchu, usadí se však s barvivem pevně na dodatečně přidaném polymeru, takže se přesto získá dobře filtrovatelný práškovitý produkt.

Zatímco velikost částic nosiče může kolísat v širokých mezích od 1 do 500 μm , nepatří to o velikosti částic barviva. Při další aplikaci preparátu přechází totiž nosná pryskyřice do roztoku, zatímco částice bar-

viva zůstávají ve většině případů ve formě diskretních částic.

Zjistilo se, že vhodná velikost částic barviva je pod 10 μm , přednostně pod 2 μm , přičemž potřebné homodisperzity se dosahuje nejlépe mletím v rozpouštědle za přísady křemenného písku, skleněných nebo ocelových kuliček. Mlýny tohoto typu jsou obchodně dostupné. Jako příklady je možno jmenovat tzv. perlový mlýn nebo „dyno-mlýn“. Mechanické rozmělnování se může popřípadě kombinovat s chemickým působením, například je možno barvivo rozpustit a přesrážet nebo překypovat.

Pro stabilitu disperze v aplikačním prostředí postačuje zpravidla velikost částic 1 až 2 μm . Když se barvivo později rozpustí v prostředí, ve kterém se aplikuje, nemá smysl je mlít jemněji, poněvadž je pak třeba většího množství nosné pryskyřice. Pouze u pigmentů, jejichž velikost částic zůstává při aplikaci nezměněna, je pro dosažení sytého odstínu a vysoké brilance vybarvení někdy výhodné rozmělnit částice barviva na velikost pod 1 μm , čehož se může beze všeho dosáhnout.

Suspenze barviva se může mlít například ve vodě. Lépe a rychleji probíhá však mechanické rozmělnování, když se mletí provádí v rozpouštědle. Jelikož rozpouštědlo se musí stejně regenerovat azeotropickou destilací, což je z hlediska ochrany prostředí nevyhnutelné, je nejracionálnější a bohudíky i nejvýhodnější použít pro mletí přímo organickou fází azeotropické směsi, obsahující vodu.

Zejména při mletí ve vodě nutno používat dispergátorů pro stabilizaci suspenze, Dispergátory však nesmějí v žádném případě potlačovat vznik dvoufázového systému, například emulgováním organické fáze, poněvadž by se tím ztratily filmotvorné vlastnosti a nemohlo by dojít k žádnému povlečení.

Zpravidla, zejména při mletí v organické fázi, postačuje rozpustit v organické fázi malou část povlékané vysokomolekulární látky, aby se zabránilo zhoustnutí meliva, což by ztížilo nebo vůbec znemožnilo mechanické rozmělnění. Působení přísady, které se může použít v množství 0,1 až 10 %, vztaženo na mleté barvivo, není, pokud se týče mechanismu účinku, jasné. Pravděpodobně působí malé množství nosiče jako vyvločkovací prostředek pro nejjemnější podíly barviva a snižuje tak viskozitu směsi. Vyšší přísada nosiče je nevhodná, poněvadž působí zpravidla opačně, tj. má zahušťující účinek.

Nejvýhodnější je použít jako vyvločkovacího prostředku povlékané nosné pryskyřice, poněvadž se tím nejméně ovlivní rozsah aplikačních možností přípravku. Tam, kde tento způsob není možný nebo je nedostatečný, osvědčilo se dobře přidání rozpustných polyamidů a polymočovin zejména pak alkylovaných polyvinylpyrrolidonů. Alkylo-

vané polyvinylpyrrolidony jsou na trhu dostupné pod označením „Antarony“.

Díky těmto přísadám, které vykazují, zejména v kombinaci s deriváty celulózy, synergický účinek, je možno dosáhnout v melivu koncentrace asi 10 až 60 %, přednostně 30 až 50 % barviva, čímž se náklady na rozpouštědlo sníží na minimum.

Jako rozpouštědla přicházejí v úvahu všechna ve vodě omezeně rozpustná rozpouštědla, poskytující dvoufázový systém. Omezená rozpustnost ve vodě je nutná, poněvadž prostřednictvím vodné fáze se nastaví nejvhodnější tloušťka vrstvy organické fáze, ze které vzniká povlak. Rozpustnost nemá být nižší než 1 g/l a vyšší než 300 g/l.

Z mnoha vhodných rozpouštědel, jako aldehydů, esterů, etherů a nitrilů se přednost dává alkoholům a ketonům, a to v neposlední řadě z ekologických důvodů, z důvodu bezpečnosti a ceny.

Jako příklady vhodných ketonů je možno uvést methylethylketon, acetylaceton, cyklohexanon, z dobře vhodných alkoholů lze uvést butanol, cyklohexanol, benzylalkohol, fenylenglykol a hexylenglykol a dále kombinované ester-ethery (například ethylenglykolacetát).

Volba rozpouštědla závisí do značné míry též na použité nosné pryskyřici. Pryskyřice nesmí ve dvoufázovém systému příliš bobtnat, především však musí pohlčené rozpouštědlo snadno a rychle opět uvolňovat.

Vhodný výběr je možno provést na základě předběžných pokusů. Poměr vody k organické fázi při povlékání závisí v první řadě na rozpustnosti organického rozpouštědla ve vodě; zpravidla se používá 1 dílu rozpouštědla na 1 až 4 díly vody. Další zředění vodou, aby se odstranil úplně film rozpouštědla, se může provést až po povlečení.

Při vnášení pryskyřičného nosiče se má směs co nejintenzivněji míchat nebo třepat, při následujícím ředění vodou postačuje naproti tomu mírné promíchávání. Intenzivnější třepání by mohlo vést k poškození filmu barviva oděrem. K tomuto jevu nedochází pokud je rozpouštědlo, jako druhá fáze, přítomno v přebytku, poněvadž barvivo uvolněné oděrem je opět využito k povlékání.

Mletí i povlékání se mohou s výhodou nejlépe provádět při teplotě místnosti, i když je možno rovněž postupovat i při vyšší nebo nižší teplotě. Rozpouštědlo se odstraňuje tak, že se směs buď zředí a produkt se odfiltruje, nebo se rozpouštědlo odžene s vodní parou a pak se produkt odfiltruje.

Ve srovnání s nerozpustnými částicemi nosiče podle francouzského patentu číslo 2 059 099 jsou částice nosiče při způsobu podle vynálezu choulostivější na možnou deformaci rozpouštědlem. Zejména je nutno dbát na úplné odstranění rozpouštědla, poněvadž jinak mohou vzniknout na částicích „rohý“, které způsobují špatnou dispergovatelnost a jiné vedlejší účinky.

To, že je možno tuto třídu nosičů povlé-

kat tímto jednoduchým a jistým způsobem, je překvapující.

Jako nosiče, vhodné pro způsob podle vynálezu, je možno uvést relativně vysokomolekulární soli kyseliny abietové a kyseliny behenové a jejich redukční produkty, jakož i jejich soli kovů a estery s vysokomolekulárními alkoholy. Tyto látky se sice rozpouštějí v organickém rozpouštědle, ve vodném dvoufázovém systému jsou však nerozpustné.

Uvést je možno též nízkomolekulární polymery ethylenu, dále polyvinylchlorid a jeho kopolymery s vinylacetátem, polymery esterů kyseliny akrylové a methakrylové, polymery akrylonitrilu s vinyl- a vinylidenchloridem, polyvinylethery oktadecylalkoholu, polyvinylisobutylether, alkydové pryskyřice, dále polyamidy a polyurethany, dobře rozpustné v organických rozpouštědlech, cyklohexanonové pryskyřice a uhlovodíkové pryskyřice, jako polyterpeny, polyindeny, alkylaromatické uhlovodíkové pryskyřice, nízkomolekulární vinylaromáty a aromatické terpolymery s akrylonitrilem. Obzvláště zajímavých výsledků se dosáhne s modifikovanými přírodními polymery, jako jsou například ethery a estery celulózy. Jako příklady etherů, nerozpustných ve vodě, ale rozpustných v organických rozpouštědlech je možno uvést ethyl-, propyl-, ethylhydroxyethylether celulózy, jako příklady esterů pak acetyl-, chloracetyl-, nitro- a dále směsné estery, jako acetobutyryát celulózy a acetátftalát celulózy.

Může se použít i ve vodě rozpustných derivátů, jako methyl-, karboxymethyl-, a hydroxyethylcelulózy. Pro povlékání nosiče při výrobě barvivových přípravků podle vynálezu se může použít dokonce i takového derivátu, jako hydroxypropylcelulózy, která je rozpustná jak ve vodě, tak v organickém rozpouštědle, jako například v cyklohexanonu, ale je nerozpustná ve dvoufázovém systému.

Poměr barviva k nosiči může kolísat v širokých mezích od 1 : 9 do 9 : 1. Nejčastěji je žádoucí vyrobit co nejkoncentrovanější barvivové přípravky. Obsah 50% barviva se může označit jako velmi dobrá střední hodnota.

Při způsobu podle vynálezu je v mnoha případech možné získat velmi vysokoprocenní, tj. 60 až 90 %, přednostně však 75 až 85 % přípravky. Na tuto skutečnost má vliv pravděpodobně šetrné zacházení s nosičem, který se nepodrobuje žádnému mechanickému působení, při kterém by mohlo dojít k jeho poškození. Přes takto extrémně nízký podíl nosiče je možno získané prášky bezvadně a především beze zbytku redispergovat.

Jako barviva těžko rozpustná nebo nerozpustná ve vodě přicházejí při způsobu podle vynálezu v úvahu disperzní barviva, která neobsahují vodorozpustné dispergátory a plniva, jako ligninsulfonáty. Ve vodě jsou rozpustné zpravidla v rozmezí 1 až 10 $\mu\text{g/l}$. Je

výhodné, když jsou pokud možno těžce rozpustná i v organické složce dvoufázového systému a jsou přítomna pouze v dispergované nebo nerozpuštěné formě.

Použitá disperzní barviva mohou náležet podle konstituce do nejrůznějších tříd. Jako příklady je možno uvést azosloučeniny a anthrachinonové deriváty, heterocyklické sloučeniny, jako thiazolantrony, chinofthalony, anthrapyrimidiny, naftalimidy, pyrazolantrony, diaziny, akridiny, akridony, dále stilbenová barviva a nitrobarviva.

V úvahu přicházejí rovněž ve vodě nerozpustná kovokomplexní barviva, odvozená od azobarviv a formazylových barviv. Jako kovy pro tvorbu komplexů přicházejí v úvahu hliník, nikl, měď, chrom, kobalt a železo. Může se jich použít v nemetalizované formě nebo už jako hotových kovových komplexů.

Z pigmentových barviv přicházejí v úvahu anorganické pigmenty, jako saze nebo matovací prostředky, jako kyslíčník titaničitý, dále organická matovací činidla, jako melamino- a močovinoformaldehydové pryskyřice, zejména však organické pigmenty rozpustné a nerozpustné v polymerech, jako například pigmenty z třídy naftolových, kypových, ftalocyaninových, dioxazinových, indolinonových barviv, nitrobarviv, perinonových, chinakridonových a jiných polycyklických heterocyklických barviv. Může se též použít optických zjasňovačů, přednostně ve spojení s matovacími činidly.

Kapalné až pevné přípravky vyrobené způsobem podle vynálezu mají velmi široké pole použití, které značně závisí na nosiči a zčásti též však na barvivo. Zpravidla se tyto přípravky zpracovávají spolu se syntetickou pryskyřicí, která může být totožná s pryskyřicí, které bylo použito jako nosiče. Pokud tomu tak není, musí se různé pryskyřice dobře snášet. Velká rozmanitost pryskyřic má za následek poměrně velký počet přípravků, obsahujících různé nosiče.

Disperzních barviv, obsahujících nosič rozpustný ve vodě, jako například hydroxypropylcelulózu, se může použít k potiskování a barvení syntetických vláken z vodního prostředí, právě tak jako odpovídajících přípravků na bázi pigmentů, popřípadě ve spojení se zesíťovatelnými fixačními prostředky.

Disperzních barviv, obsahujících nosič rozpustný v organických rozpouštědlech se může použít jednak při barvení syntetických vláken z rozpouštědel, zejména se však uplatňují při sublimačním přenosovém tisku.

Pigmentová barviva s nosnou pryskyřicí rozpustnou v organických rozpouštědlech nalézají široké použití nejen při tisku na papír, ale i při barvení inkoustů a laků. Obzvláště rozsáhlé a důležité je však jejich použití pro barvení plastických hmot ve hmotě, zejména vláken a to barvení zvláknovacích roztoků nebo tavenin.

Přípravky podobného typu, jako jsou přípravky zde popsány jsou o sobě známé a na

trhu již dlouho zavedené. Mohou se získat tzv. substrátovým mletím, srážením, zejména však hnětením. Poslední způsob je technicky nejdůležitější a lze ho považovat za jediný způsob provozovaný průmyslově ve velkém.

Tento způsob je však z hlediska nároků na zařízení a energií velmi nákladný. Hnětení se musí navíc provádět v přítomnosti velkého množství solí a spolu s rozpouštědly. Regenerace rozpouštědel je tak obtížná a drahá, že například regenerace a znovu použití diacetonalkoholu je stále ještě jen ve stadiu pokusů. To, že se nosná pryskyřice hnětením zčásti velmi silně poškodí, tj. chemicky odbourá, již bylo uvedeno. Při tomto způsobu nelze tedy různých nosičů vůbec použít; tuto nevýhodu způsob podle vynálezu nemá. Evidentní výhodou způsobu podle vynálezu je též to, že rozpouštědlo odpadá ve formě 10 až 20% vodního roztoku, který je azeotropicky destilovatelný a může se recirkulovat.

Nevýhody způsobu, při kterém se používá hnětení a je jich ještě mnoho, jsou známé a nechybělo tudíž pokusů vyrobit stejně kvalitní nebo lepší produkty způsobem, založeným na jiném základě. I rozpouštědlový způsob byl v četných variantách vyzkoušen, ale bez technického úspěchu.

Jako příklad je možno uvést vyloženou patentovou přihlášku NSR č. 1 469 621. V této přihlášce je navržen způsob, při kterém se jak polymer, tak barvivo rozpustí v rozpouštědle a pak se společně vysrážejí převedením do vody. Na stejném principu je založen návrh popsáný v americkém patentovém spise č. 3 361 705. Oba postupy mají tu nevýhodu, že barvivo je sice velmi jemně rozptýleno, ale ve formě částic o různé těžko regulovatelné velikosti. Reprodukovatelnost proto neodpovídá požadavkům průmyslu, rovněž filtrovatelnost je špatná a nelze zaručit zpracování bez tření.

Tak zvané substrátové mletí bylo zveřejněno ve švýcarském patentovém spisu číslo 455 099. Při tomto způsobu se polymerní nosič a pigment mele v přítomnosti písku v rozpouštědle, ve kterém se ani barvivo, ani polymer nemůže rozpouštět nebo botnat. Uvedený postup má četné nevýhody. Mnoho syntetických pryskyřic nelze buď vůbec mlít nebo ne dostatečně jemně, aby je bylo možno v čisté formě oddělit od písku. Když se dosáhne požadovaného stupně jemnosti suspenze barviva, je polymer již často tak silně poškozen, že se již v aplikačním prostředí nemůže správně rozpustit, to znamená, že odbourání je ještě výraznější než u hnětení. Lze říci, že substrátové mletí je postup, který je předchůdcem hnětení a právě neuspokojivé výsledky, kterých se při substrátovém mletí dosahuje umožnily rozmach hnětení, které je samo o sobě rovněž nepřijemné.

Oproti těmto známým postupům a pro-

duktům má způsob podle vynálezu a přípravky jím získané celou řadu důležitých výhod. Disperze barviva se po provedeném mletí může protlačit mikrofiltrem, například Kuno-filtrem s velikostí pórů 10 μ . Navíc vyrobené přípravky s jistotou neobsahují žádná cizí tělesa, čemuž se u hnětení často nedá zabránit, poněvadž cizí tělesa jsou do produktu zavlečena se surovinami.

Jak již bylo uvedeno, nosné pryskyřice se nezpracovávají mechanicky, takže nejsou poškozeny, v důsledku čehož je pravděpodobně možno získat vysokoprocenní přípravky s malým obsahem nosiče.

Homodisperzita je obzvláště dobrá, což prokazuje velmi dobrá filtrovatelnost, a to má za následek velkou provozní jistotu a nepočtená přerušování výroby.

Při posuzování dosavadního vývoje na poli výroby barvivových přípravků se ukazuje, že společným rysem všech známých postupů, je vždy snaha vyrobit jemné částice barviva a tyto částice chránit před zvětšením agregací tím, že se obalí tenkou ochrannou vrstvou ještě jemnějších částic syntetické pryskyřice.

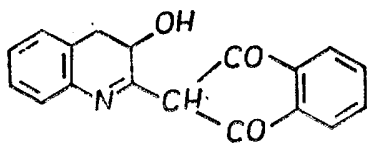
V případě způsobu podle předloženého vynálezu však spočívá rozhodující vynálezský krok v tom, že se způsob úplně oproštuje od této tradiční podmínky a vyvíjí se snaha dosáhnout pravého opaku. Zde se naopak stávají částice pryskyřice jádrem a nosičem a tyto částice se povlékají tenkou, pokud možno homogenní a homodisperzní vrstvou částic barviva.

Je velmi překvapující, že lze tímto způsobem obecně získat redispergovatelné přípravky. Poté co se však tento rozhodující krok vykoná a člověk si uvědomí poměry v prostorovém uspořádání, je najednou zcela evidentní, že na rovnoměrné obalení částic barviva se spotřebuje mnohem více pryskyřice, než když se naopak použije pryskyřice, jako nosiče, který se obaluje částicemi barviva. Při nejmenším může být toto zjištění závažným důvodem faktu, že lze způsobem podle vynálezu snadněji a lépe vyrobit vysokoprocenní přípravky než způsoby až dosud známými.

Následující příklady slouží k bližšímu objasnění vynálezu, rozsah vynálezu se však na ně neomezuje. Pod díly se rozumějí díly hmotnostní a teplota je udávána ve stupních Celsia.

Příklad 1

20 dílů barviva vzorce



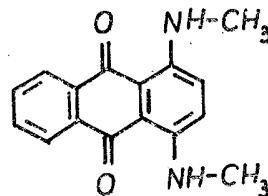
se v 80 dílech cyklohexanonu mele se 150 díly křemenného písku tak dlouho, až je velikost částic disperze pod 10 mikronů, v podstatě od 1 do 5 mikronů. Písek se oddělí filtrací, ke směsi se přidá 100 dílů vody a za silného míchání se přidá 20 dílů práškovité ethylcelulózy. Po homogenním rozdělení polymerního nosiče se směs pomalu za mírného míchání zředí vodou a míchá se tak dlouho, až částice nabudou rozvolněné dobře filtrovatelné formy. Pak se produkt odsaje na nuči a vysuší na žlutý prášek.

10 dílů přípravku se mícháním disperguje v 90 dílech 5% roztoku ethylcelulózy ve směsi 50 dílů ethanolu a 50 dílů methylethylketonu. Vzniklou tiskovou barvou se potiskne papír. Potištěný papír se v lisu přitlačí na polyesterovou tkaninu. Lisování se provádí 30 vteřin při teplotě 210 °C. Přenosem se získá brilantní stálý žlutý tisk.

Když se místo ethylcelulózy použije ethylhydroxyethylcelulózy, acetobutyrate celulózy, polymethakrylátů nebo hydroxypropylcelulózy dosáhne se podobně dobrých výsledků.

Příklad 2

40 dílů barviva vzorce



se disperguje v roztoku 2 dílů ethylcelulózy v 58 dílech cyklohexanonu a směs se tak dlouho mele v pískovém mlýnu, až má většina částic velikost v rozmezí 1 až 2 mikrony.

Písek se oddělí a disperze se za dobrého míchání smísí s disperzí 8 dílů jemně práškovité ethylcelulózy ve 100 dílech vody. Po homogenizaci hmoty se přidá dalších 400 dílů vody, směs se hodinu míchá a přípravek, který se získá ve formě granulátu, se za vakua vysuší.

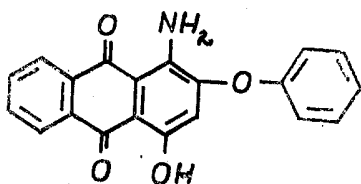
Získaný modrý prášek má podobně dobré vlastnosti, jako přípravek popsáný v příkladu 1.

Když se místo barviva použitého v tomto příkladu použije 40 dílů barviva z příkladu 1 a jinak se postupuje stejným způsobem, získá se žlutý přípravek s podobně dobrými vlastnostmi.

S oběma přípravky se získají způsobem popsáným v příkladu 1 stálé tisky.

Příklad 3

50 dílů barviva vzorce



se disperguje v 50 dílech 2% roztoku ethylcelulózy v n-butanolu a směs se tak dlouho mele v pískovém mlýně, až se dosáhne velikosti částic disperze pod 10 mikronů. Písek se oddělí, ke směsi se přidá 100 dílů vody a do výsledné směsi se vmíchá 11,5 dílu jemně práškovité ethylcelulózy.

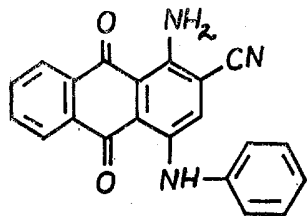
Hmota se za míchání zhomogenizuje, přidá se pomalu 900 dílů vody a v míchání se pokračuje až přípravek nabyde dobře filtrovatelné formy. Pak se produkt odfiltruje, promyje vodou a za vakua při 70 °C vysuší. Získá se červený prášek, který lze dobře dispergovat v roztoku ethylcelulózy ve směsi ethanolu a methylethylketonu na tiskovou barvu.

Když se místo n-butanolu použije methylethylketonu a jinak se postupuje shora uvedeným způsobem, dosáhne se stejně dobrého výsledku.

Když se místo ethylcelulózy použije aceto-
butyrátu celulózy nebo polyethylmethakrylátu, získají se podobně dobré přípravky.

Příklad 4

20 dílů barviva vzorce



se v roztoku 5 dílů ethylcelulózy v 75 dílech cyklohexanonu mele tak dlouho, až se dosáhne velikosti částic pod 5 mikronů. Písek, použitý na mletí se oddělí a k disperzi se za silného míchání přidá 100 dílů vody. K výsledné směsi se přidá dalších 900 dílů vody a pak se pokračuje v pomalém míchání tak dlouho, až produkt získá dobře filtrovatelnou formu. Odfiltrovaný produkt se vysuší.

Přípravek poskytuje při aplikaci, popsané v příkladu 1, stále modré tisky na polyamidových a polyesterových vláknech.

Když se místo cyklohexanonu použije isoforonu, mesityloxydu, methyloisobutylketonu, n-pentanolu, n-hexanolu nebo cyklohexanolu, dosáhne se podobně dobrých výsledků.

Příklad 5

40 dílů modrého barviva, popsaného v příkladu 2, se mele ve 100 dílech roztoku 1 dílu ethylcelulózy v methylethylketonu a 50 dílech vody spolu s 200 díly křemenného písku tak dlouho, že se získá jemná disperze, jejíž částice mají velikost pod 10 mikronů. Písek se oddělí, do disperze se vmíchá 9 dílů jemně práškovité ethylcelulózy, směs se zředí 400 díly vody a produkt se odsaje a vysuší.

Získá se modrý prášek, který má podobně dobré vlastnosti, jako produkt získaný v příkladu 2.

Příklad 6

30 dílů barviva uvedeného v příkladu 5 se mele za přísady 200 dílů písku spolu s 1 dílem hydroxypropylcelulózy v 70 dílech cyklohexanonu tak dlouho, až mají částice velikost pod 10 mikronů. Pak se písek oddělí, přidá se 200 dílů vody a do výsledné směsi se vmíchá 29 dílů pevné hydroxypropylcelulózy v práškovité formě. Směs se zředí 200 díly vody a usazenina se odfiltruje a vysuší. 20 dílů přípravku se za míchání disperguje v 80 dílech vody.

Získanou disperzi se napustí na funlardu papírový pás a vysuší. Papír se zahřívá spolu s polyamidovou tkaninou v lisu 30 vteřin na 190 °C. Získá se stále modré vybarvení.

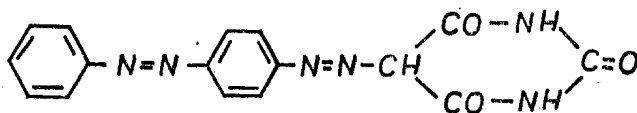
Příklad 7

40 dílů barviva uvedeného v příkladu 5 se 24 hodin mele v 60 dílech vody za přísady 1 dílu hydroxypropylcelulózy a 200 díly křemenného písku. Písek se oddělí a k disperzi se přidá 60 dílů cyklohexanonu. Do tohoto dvofázového systému se vnese za silného míchání 40 dílů jemně práškovité ethylcelulózy. Po homogenizaci směsi se rozpouštědlo za vakua ve formě azeotropu oddestiluje, přípravek se odfiltruje a vysuší.

Přípravku se může použít k výrobě modrých tisků za použití způsobu popsaného v příkladu 1.

Příklad 8

20 dílů barviva vzorce



se v 80 dílech cyklohexanonu mele se 100 díly křemenného písku tak dlouho, až mají částice disperze velikost od 1 do 5 mikronů. Křemenný písek se oddělí, přidá se 100 dílů vody a do směsi se za intenzivního míchání vmíchá 20 dílů ethylhydroxyethylcelulózy. Pak se směs za slabého míchání zředí vodou a míchá do získání dobře filtrovatelné formy. Produkt se odfiltruje na nuči a vysuší.

2 díly tohoto přípravku se dispergují ve 100 dílech perchlorethylenu při teplotě místnosti a směs se zředí na 1000 dílů. Přidá se 0,5 dílu „Versamidu 962“, disperze se 30 minut zahřívá pod zpětným chladičem a pak se za horka přefiltruje přes filtrační papír. Nezáká se žádný zbytek.

V získané disperzi se 30 minut za varu pod zpětným chladičem barví 100 dílů polyesterové příze. Získá se stále žluté vybarvení.

Stejně dobrý přípravek, pomocí kterého se mohou získat červená vybarvení se vyrábí za použití 1-amino-2-hydroxyethoxy-4-hydroxyanthrachinonu, jako barviva.

Příklad 9

30 dílů sazí se disperguje v 70 dílech cyklohexanonu a směs se mele v pískovém mlýně tak dlouho, až má většina částic velikost pod 1 mikron. Písek se oddělí a do směsi se vmíchají 3 díly ethylcelulózy. Pak se přidá 100 dílů vody a za míchání se do disperze vnese 27 dílů jemně práškovité ethylcelulózy. Směs se za míchání zředí dalšími 500 díly vody, pak se přefiltruje na nuči a zbytek se vysuší.

Přípravek se dobře disperguje v tiskové barvě, sestávající z 45 dílů ethanolu, 45 dílů methylethylketonu, 8 dílů ethylcelulózy a 2 dílů vosku Hoechst-Wachs Pa-520. Pomocí takto vyrobené tiskové barvy je možno získat na papíře syté černé tisky.

Příklad 10

50 dílů 2,2'-dimethoxydibenzanthronu se mele v roztoku 1 dílu hydroxypropylcelulózy ve 49 dílech cyklohexanonu za přísady 200 dílů křemenného písku tak dlouho, až má většina částic velikost pod 1 mikron. Písek se oddělí a disperze se vmíchá do 100 dílů roztoku 9 dílů hydroxypropylcelulózy v 91 dílech vody.

Extrémně jemná mléčně zelená disperze se po zředění na 500 dílů rozdělí na dvě části. První polovina se vysuší v rozprašovací sušárně, přičemž se získá lehký dobře dispergovatelný prášek. Druhá polovina se zředí 750 díly vody na celkový objem 1000 dílů. V této disperzi se na foulardu napustí bavlněná tkanina a pak se odmáčkne tak, aby byl příjem lázně 70 %. Tkanina se vysuší horkým vzduchem, napustí ve druhém foulardu vodným roztokem obsahujícím na litr lázně 40 dílů hydroxidu sodného a 40 dílů

dithionitu sodného a pak se 60 vteřin paří. Dosažené vybarvení se pak jako obvykle oxiduje, opláchne, neutralizuje, mydlí a vysuší.

Získá se egální vysoce brilantní zelené vybarvení.

Když se místo hydroxypropylcelulózy použije karboxymethylcelulózy nebo polyvinylalkoholu a jinak se postupuje shora uvedeným způsobem, dosáhne se podobně dobrých výsledků.

Příklad 11

15 dílů chlorovaného ftalocyaninu mědi se mele v 84 dílech methylethylketonu spolu s 1 dílem ethylcelulózy za přísady 100 dílů křemenného písku tak dlouho, až má většina částic velikost pod 1 mikron. Písek se odfiltruje, k disperzi se přidá 100 dílů vody, pak se vmíchá 14 dílů ethylcelulózy a po homogenizaci se výsledná směs zředí 400 díly vody. Prášek se odfiltruje, vysuší a roze-mele. Znovu se nasadí stejné složky a po oddělení písku se v disperzi rozpustí 14 dílů ethylcelulózy. Směs se přefiltruje přes tlakový filtr a za míchání se pomalu přidá 100 dílů vody. Methylethylketon se odstraní destilací s vodní parou a produkt se odfiltruje na nuči a vysuší.

Získaných přípravků lze použít na výrobu tiskových barev podle příkladu 1. Pomocí těchto barev se na papíru získají syté transparentní zelené odstíny.

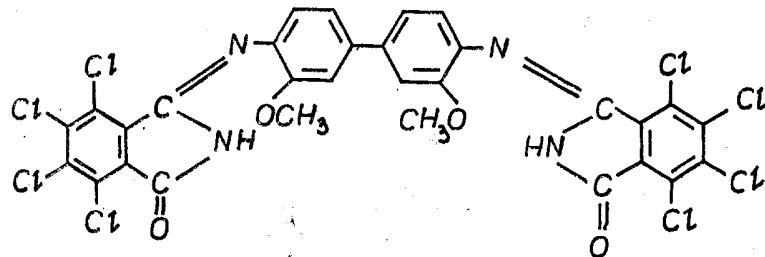
Příklad 12

30 dílů 4,4'-diamino-1,1'-dianthrachinonylu se v 70 dílech cyklohexanonu za přísady 200 dílů silikvarcitových perliček o průměru 1 mm tak dlouho mele, až velikost ještě viditelných částic nepřekračuje 1 mikron. Pak se perličky oddělí. K disperzi se přidá 300 dílů vody a pak se do ní vmíchá 30 dílů jemně práškovité ethylcelulózy se stupněm substituce 2,5. Po dobrém promísení pomocí míchadla s ozubenými kotouči se směs pomalým přidáváním vody zředí na celkový objem 1000 dílů. Disperze se dále míchá až produkt nabude dobře filtrovatelné formy a pak se odfiltruje a vysuší. Výsledný prášek lze rozmíchat v acetonu na extrémně jemnou disperzi, které lze použít pro barvení zvláknovacího roztoku acetátu celulózy v acetonu.

Když se použije jako nosiče triacetylcelulózy, dosáhne se podobně dobrého výsledku. Přípravek lze velmi jemně dispergovat v methylenchloridu a chloroformu a výsledné disperze se může použít pro barvení triacetátu celulózy ve hmotě.

Když se jako práškovitého nosiče použije kopolymeru vinylchloridu a vinylacetátu, získá se přípravek, který je možno rovněž velmi dobře dispergovat v methylenchloridu, přičemž použité disperze lze použít k barvení polyvinylchloridových vláken ve hmotě.

Když se použije kopolymeru akrylonitrilu, vinylchloridu a vinylidenchloridu, rozpustného v acetonu, získá se přípravek, který lze dobře dispergovat v acetonu, přičemž výsledná disperze se může použít k barvení modifikovaných akrylonitrilových vláken a acetylcelulóзовých vláken ve hmotě. V po-



se v 70 dílech cyklohexanonu mele spolu s 20 díly křemenného písku tak dlouho, až mají částice disperze velikost pod $2 \mu\text{m}$. Pak se písek odfiltruje, k disperzi se přidá 100 dílů vody a vmíchá se do ní 30 dílů jemně práškovitého esteru kyseliny abietové. Po dobrém promísení složek se směs zředí dalšími 500 díly vody. Suspenze se nechá stát přes noc, pak se přefiltruje a prášek se vysuší.

Získaný prášek je velmi dobře dispergovatelný v aromatických rozpouštědlech a je vhodný pro barvení tiskových barev a inkoustů.

Když se místo esteru abietové kyseliny použije výrobku „polypaester“, dosáhne se podobně dobrého výsledku. Když se místo esteru abietové kyseliny použije acetobutyrátu celulózy, získá se přípravek, který je dobře dispergovatelný v ketonech a alkoholech a hodí se pro výrobu barevných laků.

Dobrých výsledků se dosáhne i se saze-mi, indigem, chinakridonem a ftalocyaninem mědi.

Příklad 14

30 dílů sazí se v 70 dílech cyklohexanonu mele za přidání 100 dílů křemenného písku tak dlouho, až mají částice velikost pod 1 mikron. Pak se písek oddělí, do disperze se vmíchá 30 dílů behenátu hořečnatého, a pak se za intenzivního míchání vmíchá do směsi 100 dílů vody. Výsledná směs se zředí 500 díly vody, přefiltruje a výsledný černý prášek se vysuší. 2 díly tohoto prášku se s 8 díly 10% roztoku nízkomolekulárního polyethylenu v cyklohexanonu zpracují na těsto a získaná hmota se dobře promísí se 100 díly polypropylenového granulátu. K takto získané hmotě se pomalu za dobrého míchání přidá 20 dílů vody. Pak se směs zředí dalšími 100 díly vody, rozlije do plochy a vysuší.

sledním případě je třeba cyklohexanon nahradit n-butanolem.

Příklad 13

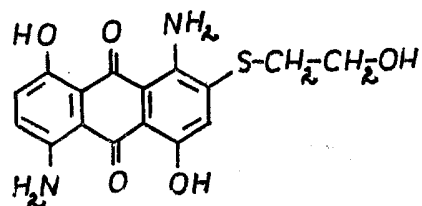
30 dílů barviva vzorce

Polypropylenová vlákna, získaná zvlákněním taveniny získaného produktu jsou krásně homogenně černě vybarvena. Podobně dobrého výsledku se dosáhne i u polyamidových vláken.

Za použití chlorovaného ftalocyaninu se získá stálý zelený odstín.

Příklad 15

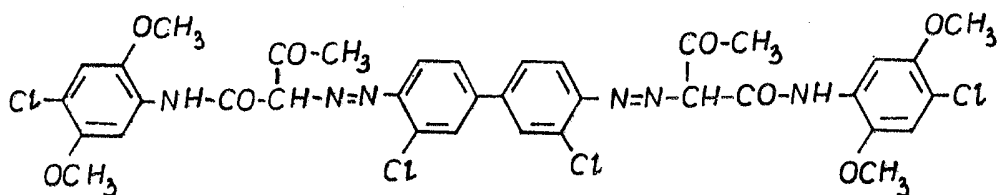
20 dílů barviva vzorce



se v 80 dílech cyklohexanonu mele za přidání 1 dílu polyvinyletheru oktadecylalkoholu s 200 díly křemenného písku tak dlouho, až se dosáhne velikosti částic disperze v podstatě pod $5 \mu\text{m}$. Pak se písek oddělí, přidá se 200 dílů vody a do disperze se vmíchá jemně práškovitá směs 4 dílů výrobku Antaron V 220, což je alkylovaný polyvinylpyrrolidon s molekulovou hmotností 8600 a 15 dílů polyvinyletheru oktadecylalkoholu. Po dobrém promíchání se přidá dalších 600 dílů vody, vyloučený prášek se odfiltruje a vysuší. Získaný modrý prášek se dá dobře dispergovat v tetrachlorethylenu a když se ho použije způsobem popsáním v příkladu 8, dosáhne se na polyesterových vláknech stálého modrého vybarvení.

Příklad 16

30 dílů barviva vzorce

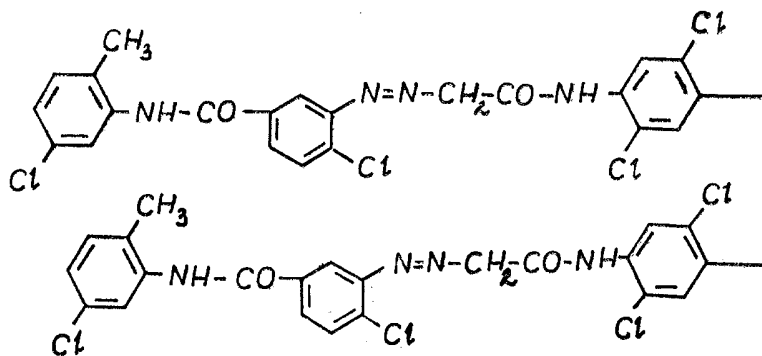


se za použití písku mele v roztoku 1 dílu ethylcelulózy v 69 dílech sekundárního butylalkoholu, nasyceného vodou tak dlouho, až mají částice velikost pod 1 mikron. Pak se písek oddělí, k disperzi se přidá 10 dílů vody a vmíchá se do ní 9 dílů ethylcelulózy. Za mírného míchání se směs zředí další vodou, až vznikne produkt v dobře filtrovatelné formě s granulární strukturou. Pak se produkt odfiltruje, promyje a vysuší.

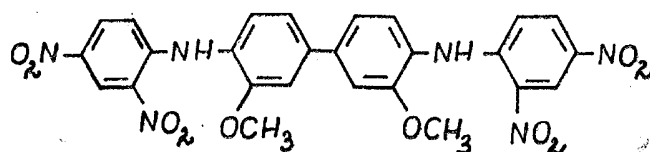
Získaný přípravek se dobře disperguje v inkoustu, pro tisk na papír, na podkladě ethylcelulózy. Za jeho použití se získají čiré žluté tisky.

Když se místo sek. butanolu použije terciárního butanolu, získá se podobně dobrý přípravek.

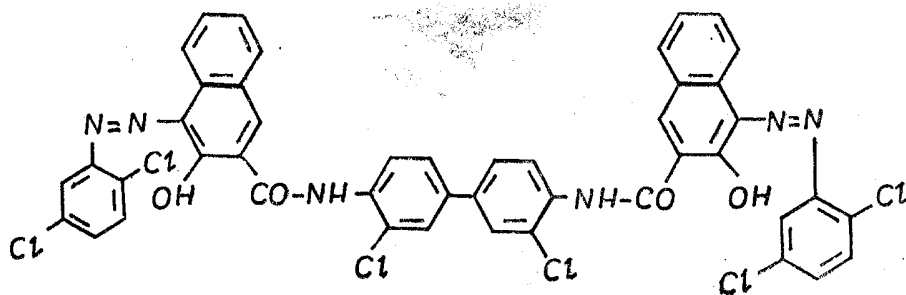
Když se použije barviva vzorce



získá se rovněž velmi dobrý žlutý přípravek. Když se použije barviva vzorce



získá se přípravek se stálým hnědým odstínem s nádechem do červena. Za použití barviva vzorce



se získá červený přípravek s nádechem do žluta.

Když se použije místo butanolu ethylenglykolacetátu a jinak se postupuje shora uvedeným způsobem, získají se podobně dobré přípravky.

Příklad 17

100 dílů 1,4-diamino-2,3-dichloranthrachinonu se mele v přítomnosti 1 dílu ethylcelulózy ve 300 dílech vodou nasyceného sekundárního butanolu v pískovém mlýně tak dlouho, až mají částice disperze velikost pod 2 mikrony. Pak se písek oddělí a do disperze se vmíchá disperze 33 dílů ethylcelulózy v 66 dílech vody. Pak se směs zředí vodou na 2000 dílů, nechá projít mlýnem opatřeným míchadlem s děrovanými kotouči, přefiltruje a výsledný přípravek se vysuší.

Když se přípravku použije způsobem popsaným v příkladu 1, získají se stálá fialová vybarvení a tisky. Podobně dobrých výsledků se dosáhne tak, že se místo ethylcelulózy použije propylcelulózy nebo acetát-propionátu celulózy.

Stejně dobré přípravky se mohou shora uvedeným způsobem připravit za použití barviv uvedených v příkladech 1, 2, 3 a 4.

Příklad 18

100 dílů chlorovaného ftalocyaninu mědi se mele ve 400 dílech roztoku 2 dílů polymeru vinylchloridu, který je na trhu k dostání pod označením „Rhodopas AX“ ve 398 dílech vodou nasyceného ethylenglykolacetátu v pískovém mlýně, až mají ještě viditelné částice velikost pod 1 mikron. Pak se písek oddělí a do disperze pigmentu se vmíchá disperze 98 dílů polyvinylchloridu „Rhodopas AX“ ve 100 dílech vody. Směs se mícháním homogenně promísí a pak se přidá dalších 2000 dílů vody. Mateřský louh se odsaje, produkt se rozmíchá v 1000 dílech vody a v míchání se pokračuje tak dlouho až přípravek nabyde dobře filtrovatelné formy. Pak se přípravek odfiltruje na nuči a vysuší.

Získaný prášek se může dobře dispergovat v acetonu na jemnou disperzi, která se hodí pro barvení polyvinylchloridu ve hmotě.

Když se použije ftalocyaninu mědi, získá se podobně dobrá modř, za použití sazí se získá velmi dobře dispergovatelná čern.

Když se místo ethylenglykolacetátu použije methyl- nebo ethylesteru acetoctové kyseliny, kyseliny mravenčí nebo ethylacetátu nebo acetylacetonu, dosáhne se podobně dobrých výsledků.

Příklad 19

30 dílů sazí, Printex 300, se mele v roztoku 0,6 dílu ethylcelulózy v 70 dílech vodou nasyceného sekundárního butanolu pomocí skleněných kuliček, až již nejsou v disper-

zi obsaženy žádné viditelné částice, jejichž velikost by byla větší než 1 mikron. Pak se skleněné kuličky oddělí. Do této disperze se vmíchá 29,4 dílu ethylcelulózy v 60 dílech vody a výsledná směs se míchá až do homogenizace. Pak se směs další vodou zředí na 500 dílů.

Produkt se odfiltruje a vysuší na černý prášek, kterého se může použít podle údajů, uvedených v příkladu 10, k tisku na papír.

Příklad 20

30 dílů thioindiga se mele v 70 dílech terciárního butanolu za přidání 0,3 dílů ethylcelulózy pomocí 100 dílů skleněných kuliček a 50 dílů kuchyňské soli. Směs se zředí 150 díly vody, skleněné kuličky se oddělí, do směsi se vmíchá 10 dílů ethylcelulózy a nakonec se disperze zředí 350 díly vody. Produkt se odfiltruje, promyje a vysuší. Získá se přípravek, který se hodí k potiskování, popsanému v příkladu 1.

Příklad 21

300 dílů barviva uvedeného v příkladu 4 s 697 díly vodou nasyceného sek. butanolu a 3 díly ethylcelulózy zpracuje na těsto a směs se mele se 2000 díly silikvarcitových perliček o průměru 1 mm tak dlouho, až mají částice velikost 1 až 3 mikronů. Této velikosti částic se v Dyno-mlýnu typu KDL 15 dosáhne asi po šestihodinovém mletí. Disperze se oddělí od mlecích těles a přefiltruje přes Cuno-filtr o zrnění 10 mikronů. 100 dílů barvivové hmoty se dobře promísí s 9,7 dílu pryskyřice tvořené deriváty kyseliny abietové, prodávané pod obchodním označením „Staybelite“ a pak se ve směsi rozmíchá 80 dílů vody. Po 5 minutách se pomalu připustí dalších 420 dílů vody, směs se hodinu míchá produkt se odfiltruje, propláchně a vysuší. Získá se 40 dílů modrého prášku.

3,75 modrého prášku se rozmíchá v tiskové barvě, která sestává z 66,25 dílu ethylcelulózy a 90 dílů 50% směsi isopropanolu a benzínu o rozmezí teplot varu 110 až 140 °C. Získá se stálá tisková barva, které se může použít k tisku na papír. Pomocí přenosu na polyesterovou tkaninu během 30 vteřin a 210 °C se získá stálý modrý tisk.

Podobně dobré přípravky se získají, když se shora popsaný derivát abietové kyseliny nahradí stejným počtem dílů některého z následujících obchodně dostupných výrobků:

Staybeliteester č. 1, č. 3	} deriváty abietové kyseliny
Polypaleester	
Hoechst Wachs C Pulver	
Escorez 4110	} uhlovodíková pryskyřice
Kunsthartz AFS	

I v tomto případě se získají přípravky, ze kterých lze připravit stabilní skladovatelné tiskové barvy, které nesedimentují.

Příklad 22

50 dílů N,N'-diethylpiperazolanthronylu se v 1000 dílech vodné kupy, obsahující 2 % hydroxidu sodného a 2 % dithionitu sodného kypuje při 80 až 90 °C. Směs se ochladí a vykrytalovaná leukoforma se odfiltruje, opláchne a vysuší. Získaný červený prášek s nádechem do žluta se ve 150 dílech vodou nasyceného sekundárního butanolu mele za přidání 10 dílů ethylcelulózy pomocí 400 dílů křemenného písku tak dlouho, až mají částice velikost pod 1 mikrometr. Mlecí pomocná tělesa se oddělí, do směsi se vmíchá 40 dílů alkoholického roztoku acetátpropionátu celulózy a přidá se 100 dílů vody. Pak

se směs zředí dalšími 500 díly vody a produkt se odfiltruje a vysuší na modročervený prášek.

40 dílů tohoto prášku se rozmíchá v 960 dílech denaturovaného ethylalkoholu. Ve vzniklém roztoku se napustí tkanina ze skleněných vláken, odmáčkne se tak, aby její hmotnostní přírůstek činil 50 % a pak se vysuší v uzavřené sušárně horkým vzduchem, přičemž unikající alkohol se zachycuje.

Získá se tkanina vybarvená na egální světlestálý červený odstín, stálý při praní.

Analogických výsledků se dosáhne též za použití bavlněné a polyesterové tkaniny.

Obdobně dobrého výsledku se dosáhne, když se barvivo místo kypování přesráží tak, že se z 10% roztoku kyseliny sirové odnímá voda a jinak se postupuje shora uvedeným způsobem.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby dobře dispergovatelných koncentrovaných kapalných až pevných barvivových přípravků, zejména na bázi barviv ze skupiny zahrnující disperzní barviva neobsahující vodorozpustné dispergátory a plniva; ve vodě nerozpustná kovokomplexní barviva; ve vodě nerozpustná v polymerech však rozpustná kypová, naftolová nebo heteropolycyklická barviva; ve vodě a v polymerech nerozpustné organické nebo anorganické pigmenty; anorganické nebo organické matovací prostředky a/nebo optická zjasňovadla, vyznačený tím, že se suspenze barviva, které je nerozpustné ve vodě, nebo jehož rozpustnost ve vodě je nižší než 100 mg barviva v 1 litru vody, ve vodě a/nebo v organickém rozpouštědle, omezeně rozpustném ve vodě, jehož rozpustnost ve vodě je v rozmezí 1 až 300 g/l, přičemž toto rozpouštědlo je schopno vytvořit s vodou dvoufázový systém, popřípadě v přítomnosti vyvložkovacího prostředku, které je přednostně rozpustné v organické složce mlecího prostředí, mechanicky rozmělnuje až do velikosti částic nejvýše 10 μm , přednostně nejvýše 2 μm , pak se po odstranění použitého pomocného mlecího prostředku přidá pro vytvoření dvoufázového systému potřebné shora uvedené organické rozpouštědlo, omezeně rozpustné ve vodě, nebo voda, vzniklá suspenze barviva se před nebo po vytvoření dvoufázového systému smísí s alespoň jedním pevným vysokomolekulárním nosičem rozpustným ve vodě nebo ve shora uvedeném omezeně vodorozpustném rozpouštědle, ale nerozpustným ve dvoufázovém systému, suspenze s nosičem se zpracovává tak dlouho až se organická fáze, obsahující barvivo rovnoměrně rozdělí na povrchu vysokomolekulárního nosiče, pak se odstraní rozpouštědlo a výsledný barvivový přípravek se vysuší nebo disperguje ve vodě nebo v organickém rozpouštědle.

2. Způsob podle bodu 1 nebo 2, vyznače-

ný tím, že se mechanické rozmělnování provádí v organickém rozpouštědle, jehož rozpustnost ve vodě je v rozmezí 1 až 300 g/l, které je smícháno s vodou nebo které je vodou nasyceno.

3. Způsob podle bodů 1 až 2, vyznačený tím, že se jako organického rozpouštědla použije ketonu nebo alkoholu, který má při teplotě místnosti rozpustnost ve vodě alespoň 1 % a nejvýše 30 %.

4. Způsob podle bodů 1 až 3, vyznačený tím, že se jako organického rozpouštědla použije methylethylketonu, cyklohexanonu, acetylacetonu, butanolu, cyklohexanolu, fenylenglykolu, ethylenglykolacetátu nebo hexylenglykolu.

5. Způsob podle bodů 1 až 4, vyznačený tím, že se mechanické rozmělnování provádí v organické fázi a v přítomnosti organické látky s funkcí vyvložkovacího prostředku, přičemž tato organická látka je identická nebo kompatibilní s látkou, tvořící nosič, který se má povlékat a je rozpustná v organické fázi, a používá se ji v množství nezvyšujícím viskozitu disperze, nejvýše v množství 20 %, vztaženo na nosič.

6. Způsob podle bodu 5, vyznačený tím, že se jako organické látky použije etheru nebo esteru celulózy.

7. Způsob podle bodu 5, vyznačený tím, že se jako organické látky použije alkylovaného polyvinylpyrrolidonu s molekulovou hmotností alespoň 5000 a nejvýše 30 000.

8. Způsob podle bodů 1 až 7, vyznačený tím, že se jako vysokomolekulárního nosiče použije etheru nebo esteru celulózy, s výhodou etheru nebo esteru celulózy nerozpustného ve vodě.

9. Způsob podle bodů 1 až 7, vyznačený tím, že se jako nosiče použije ve vodě nerozpustné plně syntetické sloučeniny s molekulovou hmotností alespoň 350, přednostně kovových solí nebo esterů pryskyřičných kyselin.