



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(22) Přihlášeno 06 06 79
(21) (PV 3885-79)

(40) Zveřejněno 30 04 80
(45) Vydáno 30 03 83

202498
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 09 B 1/00

(75)

Autor vynálezu MALÝ JIŘÍ ing., PARDUBICE

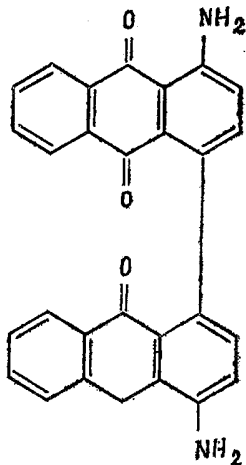
[54] Způsob úpravy antrachinonových barviv do pigmentové formy

1

Vynález se týká způsobu úpravy antrachinonových barviv do pigmentové formy. Antrachinonové pigmenty patří mezi moderní druhy organických pigmentů. Vyznačují se výbornou stálostí ke světlu, zvýšené teplotě a k většině činidel. Jsou vhodné pro fasádní a automobilové nátěry. V plastikářském průmyslu mají použití při barvení polyethylenu, polystyrenu, polypropylenu a polyvinylchloridu. Velmi dobře se hodí i pro tiskářské účely.

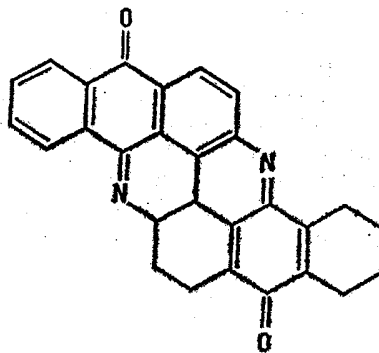
Charakteristickými představiteli řady antrachinonových pigmentů jsou například:

1. 4,4'—diamino, 1,1'—diantrachinonyl sumárního vzorce $C_{28}H_{16}N_2O_4$ (červeně):

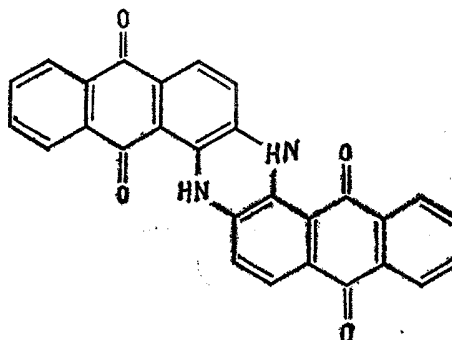


(2)

2. flavanthron, jehož sumární vzorec je $C_{28}H_{12}N_2O_2$ (žlutě),



3. N,N'—dihydro—1, 2, 1', 2'—antrachino-



nazín, neboli indanthron, jehož sumární vzorec je $C_{28}H_{14}N_2O_4$.

Při syntézách antrachinonových pigmentů vznikají produkty, které se musí do pigmentové formy upravit.

Dosavadní způsob úpravy do pigmentové formy přesrážením z 96% H_2SO_4 je v oboru pigmentových barviv známou operací. Jejím účelem je barvivo rozpustit a přesrážet, přičemž se rozpustné nečistoty nevysrážejí. Přesrážené, promyté a vysušené barvivo vykazuje zvýšenou čistotu.

K tomu, aby antrachinonové pigmenty měly vyhovující koloristické vlastnosti, musí mít optimální velikost částic a dále musí být izometrické a monodisperzní. Jednou z možností jak dosáhnout těchto náročných požadavků, je úprava pigmentů podle tohoto vynálezu, která spočívá ve zpracování surového antrachinonového barviva z H_2SO_4 optimální koncentrace s následovnou řízenou krystalizací tohoto produktu v organickém rozpouštědle.

Optimální koncentrace používané H_2SO_4 pro zpracování surového antrachinonového barviva se podle tohoto vynálezu pohybuje v rozmezí 94 až 98 %, poměr hmotnostního množství surového barviva a 94 až 98% H_2SO_4 se podle vynálezu pohybuje od 1 : 8 do 1 : 10, poměr hmotnostního množství 94 až 98% H_2SO_4 a vody není větší než 1:10.

Pro řízenou krystalizaci se z řady organických rozpouštědel podle vynálezu nejlépe osvědčil dimethylformamid. Teplotní rozmezí řízené krystalizace z dimethylformamidu se pohybuje od 60 °C do 80 °C, přičemž optimum je při 70 °C.

Koncentrace surového antrachinonového barviva vnášeného do dimethylformamidu se pohybuje od 15 g do 40 g/l, optimum je při koncentraci 20 g/l. Doba zpracování v tomto rozpouštědle je 1 až 3 hodiny.

Charakteristickou vlastností antrachinonových pigmentů upravených podle vynálezu je jejich měkká textura, velmi dobrá vydatnost a téměř izometrický a monodisperzní tvar částic.

Příklad 1

Do trojhrdlé 100 ml baňky s míchadlem a teploměrem bylo předloženo 50 g 98% H_2SO_4 a za stálého míchání přidáváno 5 g provozního neupraveného 4,4'—diamino, 1,1'—diantrachinonylu v prášku a takto zpracováno 2 hodiny. Poté byl roztok barviva v H_2SO_4 vyléván za stálého míchání tenkým proudem do 500 ml destilované vody. Teplota vystoupila na 32 °C. Vyloučené barvivo filtrováno přes fritu S 3 a promýváno cca 2500 ml destilované vody do neutrální reakce. Sušeno 10 hodin při 60 °C a semleto 15 sekund v rychloběžném nožovém mlýnku. Získáno 4,85 g suroviny, která se použije pro zpracování řízenou krystalizací v dimethylformamidu.

Do 250 ml baňky se zábrusy, míchadlem a

teploměrem bylo předloženo 150 ml dimethylformamidu, zahřáto na 70 °C za stálého míchání vnášeno 3 g suroviny v prášku. Po jedné hodině míchání za této teploty se získaná suspenze zfiltruje za použití vakua přes fritu S 4 Ø 90 mm. Po odejití posledních podílů matečného louhu se koláč promyje 2 × 15 ml denaturovaného etanolu. Suší se 10 hodin při 60 °C a semele 15 sekund na rychloběžném nožovém mlýnku.

Získá se 2,95 g vzorku pigmentu 4,4'—diamino, 1,1'—diantra chinonylu těchto parametrů hodnocených proti typu:

specifický povrch podle BET: 65,2 m²/g
vydatnost a barevný odstín

- a) v olejovém nátěru:
90 : 100, nepatrně modřejší
- b) v PVC:
100 : 100, nepatrně modřejší
migrace 5 (shodná s typem)

Příklad 2

Pracovní postupy a zařízení jsou v tomto případě analogické jako v příkladu 1. Pro úpravu v 98% H_2SO_4 se použije 5 g flavanthronu, sumárního vzorce $C_{28}H_{12}N_2O_2$. Po reakci, filtraci, promytí, vysušení a semletí se získá 4,9 g suroviny, která se použije pro zpracování řízenou krystalizací v dimethylformamidu. Reakční podmínky, tj. navážka a doba zpracování, jsou stejné jako u příkladu 1, teplota je 75 °C.

Získá se 2,95 g vzorku pigmentu flavanthronu těchto parametrů hodnocených proti typu:

specifický povrch podle BET: 42,6 m²/g
vydatnost a barevný odstín:

- a) v olejovém nátěru:
95:100, nepatrně červenější
- b) v PVC:
95:100, o málo červenější
migrace 5 (shodná s typem)

Příklad 3

Pracovní postup a zařízení jsou stejné jako u příkladu 1. Pro úpravu v 98% H_2SO_4 se použije 5 g indanthronu (N,N'—dihydro—1, 2, 1',2'—antrachinonaznu) sumárního vzorce $C_{28}H_{14}N_2O_4$. Po reakci, filtraci, promytí, vysušení a semletí se získá 4,9 g suroviny v prášku, která se použije pro zpracování řízenou krystalizací v dimethylformamidu. Reakční podmínky, navážka, teplota a doba zpracování jsou stejné jako v příkladu 1.

Získá se 2,95 g vzorku pigmentu indanthronu těchto parametrů hodnocených proti typu:

specifický povrch podle BET: 72,2 m²/g
vydatnost a barevný odstín:

- a) v oleji: 85 až 90:100, nepatrně zelenější
- b) v PVC:
90 až 100 : 100, nepatrně zelenější,
migrace 5 (shodná s typem)

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob úpravy antrachinonových barviv do pigmentové formy zpracováním v kyselině sírové, vyznačený tím, že se použije kyselina sírová o koncentraci 94 až 98 % a takto přesrážené barvivo se dále zpracuje

řízenou krystalizací v dimethylformamidu v množství 15 až 40 g přesráženého barviva na 1 l dimethylformamidu při teplotě 60 až 80 °C.