



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 216 590

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 11 03 81
(21) PV 1770-81

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³
C 09 B 67/10

(40) Zveřejněno 31 12 81
(45) Vydáno 01 08 84

(75)

Autor vynálezu: NEČAS MIROSLAV ing. CSc., PARDUBICE
GUTWIRTH KAREL ing., BOHDANEČ
KADLECOVÁ JANA ing., PARDUBICE

(54)

Způsob přípravy neprášivých organických pigmentů

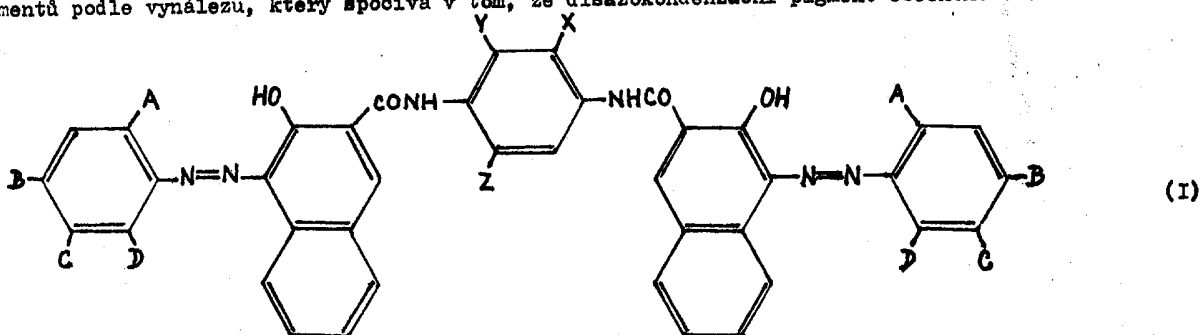
Způsob přípravy neprášivých fázem disazokondenzačních pigmentů se provádí ovlhčením pigmentového prášku roztokem esteru kyseliny nebo směsí esterů mastných kyselin o počtu uhlíků 6 až 22 v polárním, výhodně nízkoviskózním, rozpouštědle. Roztok se aplikuje v množství 5 až 80 % hmot. esterů na pigment a vzniklý produkt se usuší při teplotě 25 až 120 °C.

Vynález se týká způsobu přípravy organických neprášivých pigmentů s využitím esterů mastných kyselin.

Pigmenty v neprášivé, respektive granulované formě, se vyznačují nízkým sytným objemem a zejména potom podstatným zlepšením manipulace při jejich aplikaci. Složení preparací tohoto druhu a způsoby výroby neprášivých (granulovaných) forem chrání proto řada patentů, jako např. NSR pat. 2 221 846, 2 417 118, 2 834 250, 2 849 611, brit. pat. 1 467 930, čs. pat. 190 453, 190 416, 193 030, 144 646, pol.pat. 98 732, jap.přihl. 96 633/77, 40 829/79 atd.

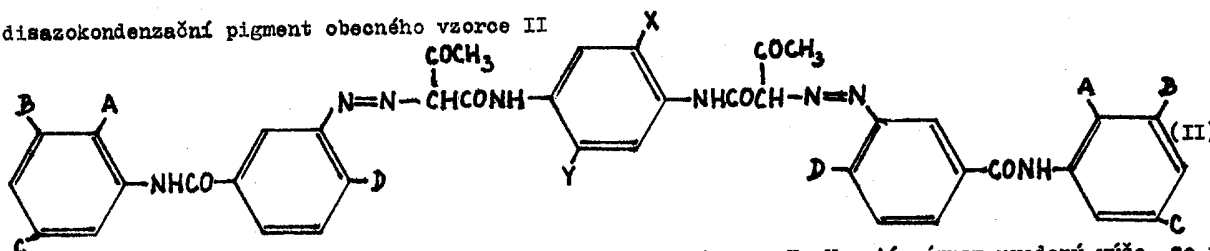
Při přípravě pigmentů v neprášivé úpravě se používají nejrůznější pomocné látky a pojiva, jako např. minerální oleje, vosky, syntetické nebo přírodní pryskyřice, kalafuna, deriváty celulózy, manitol, glucitol, sorbitol, estery kyseliny fosforité nebo fosforečné, estery arylkarboxylových kyselin aj. Pomocné látky ovšem v řadě případů omezují použití upravených pigmentů pouze na určité aplikace. To se velice výrazně projevuje zejména u organických pigmentů určených pro vybarvování polymerů ve hmotě, kdy systém pigment-pomocná látka-polymer je při zpracování často vystaven vysokým teplotám (až 300 °C), při kterých se většina pomocných látek rozkládá a podstatně zhoršuje jak koloristické, tak i mechanické a další vlastnosti vybarvovaného produktu.

Výzkumem bylo nyní zjištěno, že uvedené nedostatky se odstraní způsobem přípravy neprášivých organických pigmentů podle vynálezu, který spočívá v tom, že disazokondenzační pigment obecného vzorce I

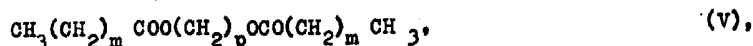


kde A, B, C, D jsou vodík, metyl, chlor, metoxyl, trifluormetyl, nitro, CONH_2 , karbomety a X, Y, Z jsou vodík, metyl, chlor, kyano,

nebo disazokondenzační pigment obecného vzorce II



kde A, B, C, D jsou vodík, metyl, chlor, D je chlor nebo karbomety a X, Y mají význam uvedený výše, se v práškovém stavu ovlhčuje za míchání roztokem esteru mastné kyseliny nebo směsí esterů mastných kyselin obecného vzorce



kde $m=4$ až 20, $n=0$ až 12 a $p=1$ až 4,

v polárním organickém rozpouštědle o teplotě varu 55 °C až 180 °C, v množství hmotnostně 5 až 80 % esteru nebo směsí esterů na pigment vzniklý produkt se vysuší při teplotě 25 až 120 °C.

Neprášivé produkty lze podle vynálezu připravovat na bázi pigmentů obecného vzorce (I), jako jsou např. Pigment Red 144, Pigment Red 166, Pigment Red 220, Pigment Brown 23 atd., nebo lze použít pigmentů typu (II)

Příprava neprášivých forem diazokondenzačních pigmentů obecného vzorce (I) nebo (II) se provádí podle vynálezu zpětným vlhčením pigmentového prášku roztokem esteru mastné kyseliny nebo směsí esterů mastných kyselin v organickém polárním, s výhodou nízkovroucím, rozpouštědle. Přitom mohou být použity estery mastných kyselin o počtu uhlíků 6 až 22, jako např. metyl, etyl, propyl, butyl, pentyl, hexyl, 2-etylhexyl estery kyseliny kapronové, kaprylové, kaprinové, palmitové, stearové, estery kyselin o počtu uhlíků 6 až 20 s etylenglykolem, butylenglykolem a to jak monoestery, tak i diestery nebo jejich směsi atd. Pojivo (ester nebo směs esterů) se aplikuje v množství hmotnostně 5 až 80 % na pigment, s výhodou 5 až 40 %, a to rozpouštěno v polárním organickém rozpouštědle o teplotě varu 55 až 100 °C, např. v acetonu nebo etanolu. Množství rozpouštědla musí být voleno případ od případu podle typu upravovaného pigmentu.

Zpětné vlhčení pigmentového prášku se provádí ve vhodném míchacím nebo hnětacím zařízení a vzniklý produkt se usuší při teplotě 25 až 120 °C. Polární organické rozpouštědlo se usuší při teplotě 25 až 120 °C. Polární organické rozpouštědlo může být před sušením produktu vymyto vodou a teprve vodná pasta se usuší ve vhodné sušárně.

Organický pigment upravený do neprášivé formy podle vynálezu se vyznačuje malým sytným objemem a může být použit v řadě aplikací, např. ve vypalovacích lačích, olejových nátěrech, při barvení termoplastů (např. polyvinylchloridu, polystyrenu atd.) a taktéž pro vybarvování polyolefinů (polyetylen, polypropylen) ve hmotě.

Postupy přípravy neprášivých azokondenzačních pigmentů podle vynálezu a vlastností získaných produktů jsou ilustrativně ukázány v příkladech. Procenta jsou míněna hmotnostně, pokud není jinak uvedeno.

Příklad 1

Do granulárního bubnu bylo předloženo 120 g práškového 2,5-bis-[1(2,5-dichlorbenzenazo)-2-hydroxy-3-naftoylamino] -1,4-dichlorbenzen (Pigment Red 144). Během 35 minut bylo do bubnu nadávkováno za otáčení 110 g 18% roztoku etylesteru kyseliny palmitové v etanolu. Během přidávání roztoku docházelo ke smáčení pigmentu za vzniku granulí, které byly poté usušeny při teplotě 90 °C. Bylo získáno 140 g červeného neprášivého produktu o sytném objemu 1,9 l/kg (neupravený pigment 10,4 l/kg). Koloristické vlastnosti neprášivého pigmentu byly hodnoceny v olejovém nátěru, v alkydu, ve vypalovacím laku, v polyvinylchloridu, v polyetylen a v polypropylen. Snížení vydatnosti odpovídalo obsahu pojiva a oproti neupravenému pigmentu nedošlo ke změně barevného odstínu. U všech aplikací byly zjištěny velmi dobré odolnosti proti rozpouštědlům jakož i stálosti na světle. Migrace v PVC byla 5, test filtrovatelnosti v polypropylen měl hodnotu 480 MPa/kg.

Příklad 2

Způsobem jako v příkladu 1 byla provedena příprava neprášivého pigmentu na bázi Pigment Red 166 s využitím n-butyl-stearátu jako pojiva (množství 15 % na pigment). Produkt měl opět velmi dobré koloristické vlastnosti ve všech aplikacích uvedených v příkladu 1.

Příklad 3

Postupem jako v příkladu 1 byl do neprášivé formy upraven Pigment Red 144, přičemž bylo jako pomocné látky použito diesteru etylenglykolu a kyseliny stearové v množství 10 % na pigment. Koloristické hodnocení bylo příznivé.

Příklad 4

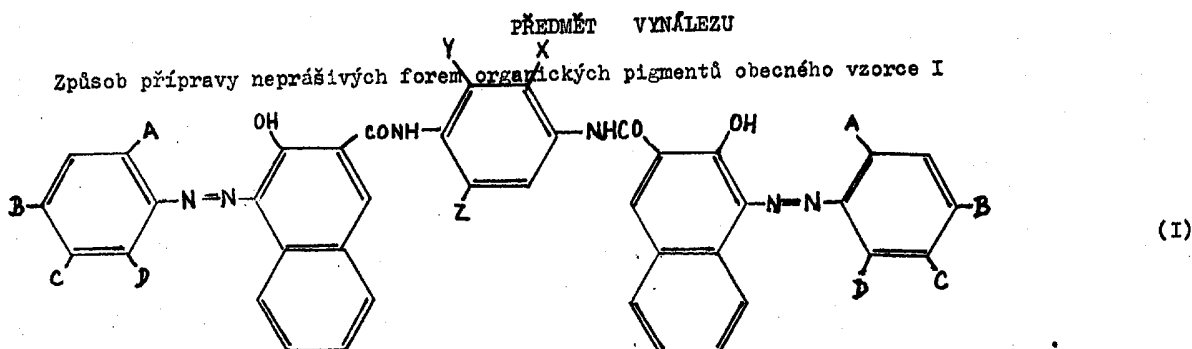
Zhomogenizováním 80 g práškového pigmentu Pigment Red 166 a 180 g 4,5% roztoku etylstearátu v etanolu byla připravena pasta, která byla protlačena nudličkovacím zařízením. Vzniklé nudličky byly usušeny při 85 °C. Produkt měl velmi dobré aplikační vlastnosti a dobrou dispergovatelnost v dibutylftalátu, polyvinylchloridu a polypropylen.

Příklad 5

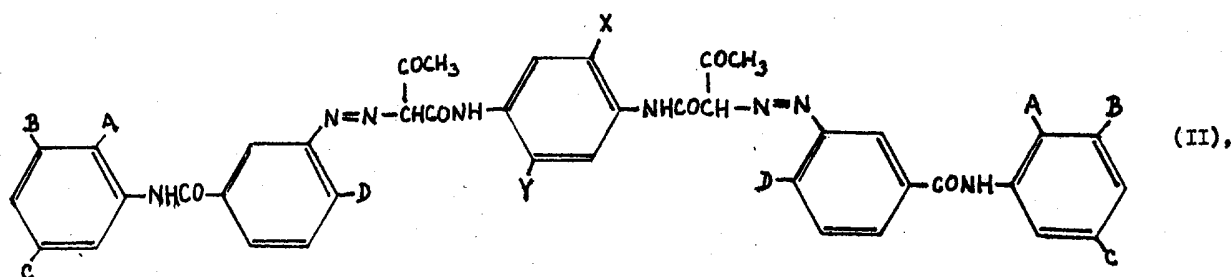
Postupem uvedeným v příkladu 1 lze připravit neprášivé pigmenty Pigment Yellow 93, Pigment Yellow 94, Pigment Yellow 95 a Pigment Yellow 128 s využitím metyl-, etyl-, butyl-, hexyl-, esteru kyseliny palmitové nebo stearové, monoesteru nebo diesteru etylenglykolu s kyselinou kaprylovou, palmitovou nebo stearovou. Granulované produkty mají dobré koloristické vlastnosti a sytný objem 4 až 7krát nižší než práškové pigmenty.

Příklad 6

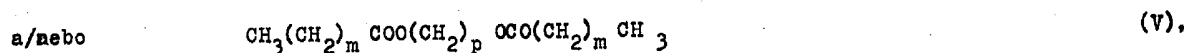
Postupem jako v příkladu 4 byla s použitím Pigment Red 166 a roztoku etylstearátu připravena etanolická pasta, z níž byl etanol vymyt smícháním pasty s vodou a filtrací suspenze na vakuové nuči. Vodná pasta byla zpracována jako v příkladu 4, produkt měl sytný objem 2,0 l/kg a vyhovující aplikační vlastnosti.



kde A,B,C,D jsou vodík, metyl, chlor, metoxyl, trifluormetyl, nitro, CONH_2 a X,Y,Z jsou vodík, metyl, chlor, kyann, nebo obecného vzorce II



kde A,B,C jsou vodík, chlor, metyl, D je chlor nebo karbomethoxy a X, Y mají význam uvedený výše, vyznačený tím, že práškový pigment se ovlhčuje za míchání roztokem esteru mastné kyseliny nebo směsí esterů obecného vzorce



kde $m = 4$ až 20 , $n = 0$ až 12 a $p = 1$ až 4 ,

v polárním rozpouštědle o teplotě varu 55 až 100°C v množství hmotnostně 5 až 80% esteru nebo směsi esterů na pigment a vzniklý produkt se usuší při teplotě 25 až 120°C .