ČESKOSLOVENSKÁ SOCIALISTICKÁ REPUBLIKA
(19)

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

238764
(11) (B1)

(51) Int. Cl.[4]
C 09 B 67/04
C 09 B 67/12
C 09 B 67/50

(22) Přihlášeno 13 10 83
(21) PV 7509-83

(40) Zveřejněno 15 05 85

(45) Vydáno 15 04 87

(75)
Autor vynálezu

RAKUŠAN JAN ing. CSc., PŘELOUČ, CS, SMRČEK VLADIMÍR ALEXEJEVIČ, MOSKVA, SU, VELEŠOVSKÝ FRANTIŠEK ing., PARDUBICE, CS, LADYŽENSKIJ JAN BORISOVIČ, MOSKVA, SU, ŠTĚPÁNEK ILJA ing., PARDUBICE, CS, KOROBOV STANISLAV ALEXANDROVIČ, MOSKVA, SU, MURČEK VLASTIMIL ing., PARDUBICE, CS, TITOV VIKTOR VASILJEVIČ, MOSKVA, SU, RŮŽIČKA KAREL ing., PARDUBICE, CS, GOLUBEV VJAČESLAV MICHAJLOVIČ, MOSKVA, SU, KUSYN JAROSLAV ing., NOVÁK ANTONÍN RNDr. CSc., PARDUBICE, CS, POZNJAKEVIČ ARKADIJ LEONTĚVIČ, MOSKVA, SU, REJLEK ANTONÍN ing., ŠTĚPÁNEK FRANTIŠEK ing., ZVĚŘINA VLADIMÍR RNDr., PARDUBICE, CS, GORENKO VALENTINA NIKOLAJEVNA, MOSKVA, SU, NOVÝ JIŘÍ ing., PARDUBICE, CS, ASTAFJEVA MARGARITA VLADIMIROVNA, MOSKVA, SU

(54) Práškovitá dispergační směs pro plastické mletí ftalocyaninových pigmentů a způsob její přípravy

Práškovitá dispergační směs pro plastické mletí ftalocyaninových pigmentů na bázi anorganické soli a organické kapaliny, tvořená hmotnostně 95 až 60 % anorganické soli o velikosti částic 3 až 40 mikrometrů a 5 až 40 % na jejich povrchu naadsorbované organické kapaliny ze souboru zahrnujícího glykoly, jejich polymery, popřípadě isomery a nebo glycerin a způsob výroby práškovité dispergační směsi pro plastické mletí ftalocyaninových pigmentů tak, že se vodný roztok organických kapalin ze souboru zahrnujícího glykoly, jejich polymery, popřípadě isomery a/nebo glycerin a anorganické soli suší v pneumatické sušárně při teplotách procházející vzdušiny, popřípadě inertního plynu od 50 do 400 °C.

Vynález se týká práškovité dispergační směsi pro plastické mletí ftalocyaninových pigmentů a způsobu její přípravy.

Je znám způsob získávání směsí pro plastické mletí organických pigmentů mechanickým mísením předběžně jemně rozemleté minerální soli rozpustné ve vodě a organických kapalin mísitelných s vodou, v nichž se uvedená sůl nerozpouští. Předběžné mletí minerální soli na žádanou jemnost se uskutečňuje mechanicky pomocí různých dispergačních zařízení /dismembrátory, dezintegrátory, proudové mlýny atd./. Efektivnost plastického mletí organických pigmentů, zvláště ftalocyaninových, je ve značné míře dána rozměrem částic minerální soli a zvětšuje se při použití soli o velmi malém rozměru částic.

Příprava dispergační směsi pro plastické směsi se provádí smísením anorganické soli a organické kapaliny bezprostředně v zařízení pro plastické mletí organického pigmentu. Po ukončení procesu plastického mletí, za přítomnosti organických pigmentů, se reakční směs ředí vodou a organická kapalina /reakční prostředí/ se ve formě vodného roztoku oddělí od pigmentu filtrací nebo odstředěním. Oddělený vodný roztok minerální soli a organické kapaliny se regenerují, přičemž se odstraňuje směs vody a organického rozpouštědla od minerální soli tím, že vyloučená sůl se sušením a mechanickým mletím převede opět do žádaných rozměrů a vrátí do procesu. Směs vody a organická kapalina se vrací do procesu.

Nedostatkem známého způsobu přípravy dispergační směsi pro plastické mletí organických pigmentů, jsou provozní potíže a vysoké náklady procesu dělení ternární směsi voda-organická kapalina - minerální sůl, který zahrnuje odpařování roztoků, filtraci, sušení a následné mletí minerální soli a rektifikaci. Obzvláště náročným technickým stadiem je opětovné získávání jemně rozemleté minerální soli o velmi malém rozměru částic. Známý způsob vyžaduje značné investiční náklady a nároky na pracovní síly a energii.

Nyní byla nalezena práškovitá dispergační směs pro plastické mletí ftalocyaninových pigmentů a způsob její přípravy, které částečně odstraňují výše uvedené nedostatky.

Práškovitá dispergační směs pro plastické mletí ftalocyaninových pigmentů na bázi anorganické soli a organické kapaliny ze souboru zahrnujícího glykoly, jejich polymery, popřípadě isomery a glycerin, spočívá podle vynálezu v tom, že je tvořena hmotnostně 95 až 60 % chloridu sodného o velikosti částic 3 až 40 mikrometrů a 5 až 40 % na jejich povrchu naadsorbované organické kapaliny.

Způsob výroby práškovité dispergační směsi pro plastické mletí ftalocyaninových pigmentů spočívá podle vynálezu v tom, že se vodný roztok organických kapalin a anorganické soli suší v pneumatické sušárně při teplotách procházející vzdušiny, popřípadě inertního plynu od 50 do 400 °C, přičemž se odstraní voda a získá se hotová práškovitá směs obsahující 95 až 60 % jemně dispergované anorganické soli, která obsahuje naadsorbovanou organickou kapalinu a umožňuje tak jednostupňové dávkování do procesu mletí organických pigmentů. Další výhodou práškovité dispergační směsi podle vynálezu je, že samotný proces její přípravy se provádí v jednom zařízení, odpadá stadium mletí a klasifikace minerální soli, odpadá regenerace organického rozpouštědla, snižují se investiční a energetické náklady a snižuje se počet obsluhujícího personálu.

Níže uvedené příklady ilustrují způsob přípravy práškovité dispergační směsi podle vynálezu a její použití při plastickém mletí ftalocyaninových pigmentů.

P ř í k l a d 1

Na rozprašovací sušárně s odstředivým rozprašováním byl při teplotě teplotního média u vstupu 200 °C a na výstupu 80 °C vysušen roztok ternární směsi chlorid sodný, polyetylenglykol o molekulové hmotnosti 600 - voda s poměrem hmotnostních dílů odpovídajícím 14 : 6 : 80, v procesu sušení se odstranila voda, vytvořil se bílý, sypký prášek tvořený ze směsi NaCl a polyglykolu s molekulovou hmotností 600 v poměru hmotnostních dílů 70 : 30. Průměrný rozměr částeček NaCl činil 4 až 6 mikrometrů při velmi úzkém rozmezí velikosti částic. Dispergační směs byla vyzkoušena v procesu plastického mletí ftalocyaninu mědi. Kvalita získaného pigmentu odpovídala kvalitě pigmentu získávaného dosud známým postupem.

P ř í k l a d 2

Postup je stejný jako v příkladu 1, ale jako sušícího zařízení se použije sušárna s fluidní vrstvou. Získaná dispergační směs má průměrnou velikost částic NaCl 8 až 12 mikrometrů při úzkém rozmezí velikosti částic.

P ř í k l a d 3

Postup stejný jako v příkladu 1, ale jako sušící zařízení se použije filmová rotující odparka s mechanickým odstraňováním vysušené dispergační směsi, pracující jak při atmosférickém tlaku, tak při tlaku nižším než atmosférický.

P ř í k l a d 4 a 5

Způsob analogický jako v příkladu 1, ale jako anorganická sůl se použije odpovídající množství síranů sodného a uhličitanu sodného při stejném poměru anorganické soli, polyetylenglykolu s molekulovou hmotností 600 a vody.

P ř í k l a d 6 až 13

Číslo příkladu	Organická kapalina	Anorganická sůl	Poměr organické kapaliny a anorganické soli
6	trietylenglykol	NaCl	1:4
7	polyetylenglykol s mol. hmotností 300	NaCl	1:3
8	polyetylenglykol s mol. hmotností 1 000	NaCl	1:2,5
9	polyetylenglykol s mol. hmotností 1 500	NaCl	1:2,4
10	polyetylenglykol s mol. hmotností 6 000	NaCl	1:2
11	glycerin a polyetylenglykol s mol. hmotností 600	Na_2SO_4	1:4
12	glycerin a polyetylenglykol s molekulovou hmotností 600	Na_2CO_3	1:2,7
13	směsi rozpouštědel z příkladu 7 až 12 v libovolném poměru nebo kterékoliv rozpouštědlo z příkladů 7 až 12	směs NaCl, Na_2SO_4 a sody v libovolném poměru nebo libovolná anorganická sůl z příkl. 7 až 12	libovolně v rozmezí od 1:2 do 1:6

P ř í k l a d 14

Obdobně jako v příkladu 1 až 8 lze postupovat, jestliže se sušící proces provádí v inertní atmosféře, výhodně dusíku.

P ř í k l a d 15

Aplikace směsi připravené podle předchozích příkladů v procesu mletí organických pigmentů se provádí tak, že se do lopatkového hnětače naváží vysokoprocentní ftalocyanin mědi, získaný z nepřetržité výroby suchým způsobem podle čs. AO 290 288/1 hm. díl/ a práškovitá dispergační směs /4 hm. díly/, tvořená z velmi jemného chloridu sodného a polyetylenglykolu podle příkladu. Práškovité komponenty se hnětou po dobu 15 až 20 min při teplotě 60 až 65 °C. Za tuto dobu získá hmota vhodně viskozitní plastické vlastnosti a dále se postupuje obvyklým způsobem plastického mletí. Celková doba plastického mletí, tomu odpovídající náklady na elektrickou energii jsou menší o 30 %, technologický proces je jednodušší a má menší nároky na aktivní čas obsluhy než dříve známý způsob. Získá se modrý ftalocyaninový pigment beta-modifikace analogický vlastnostmi pigmentu, který se získá dříve známým postupem.

P ř í k l a d 16

Postupuje se obdobně jako v příkladu 15 s tím rozdílem, že jako ftalocyanin mědi se použije nízkochlorovaný ftalocyanin mědi, obsahující 4,2 hmotnostního procenta organicky vázaného chloru. Postupem se získá modrý ftalocyaninový pigment, stabilní v aromatických rozpouštědlech, mající nazelenalý odstín. Pigment je vhodný pro barvení polyvinylchloridu užívaného při výrobě kabelů.

P ř í k l a d 17

Postupuje se obdobně jako v příkladu 15, ale jako dispergační směs se použije směs z příkladu 3, a použije se ftalocyanin mědi, získaný známým způsobem v prostředí trichlorbenzenu ze směsi 96 hmot. dílů ftalanhydridu a 4 hmotnostní díly 4-terc.butylftalanhydridu. Získaný modrý ftalocyaninový pigment je stabilní v aromatických rozpouštědlech s vysokou vybarvovací schopností a má výrazně červenavý odstín. Tento pigment je zvláště výhodný pro polygrafický průmysl. Obdobně lze postupovat, použije-li se místo ftalocyaninu mědi, získaného v prostředí trichlorbenzenu, ftalocyanin připravený suchým způsobem, ze směsi 96 hmotnostních dílů ftalanhydridu a 4 hmotnostní díly 4-terc.butylftalanhydridu.

P ř í k l a d 18

Do lopatkového hnětače se naváží 36 hm. dílů vysokoprocentního ftalocyaninu mědi, získaného způsobem nepřetržitého zapékání bez rozpouštědel, 4 hmotnostní díly deflokulujícího činidla vzorce $Pc(SO_2NHCH_2CH_2OH)$, kde Pc značí zbytek ftalocyaninu mědi, a 160 hmotnostních dílů dispergační směsi, zhotovené podle příkladu 9. Směs komponent se podrobí plastickému mletí, tak jak je uvedeno v příkladu 15. Získaný modrý ftalocyaninový pigment beta-modifikace neflokuluje v lakařských systémech a je vhodný pro použití v emailech schnoucích na vzduchu.

P ř í k l a d 19

Do lopatkového hnětače se naváží 37 hmotnostních dílů ftalocyaninu mědi, získaného kondenzací 95 % mol ftalanhydridu v nepřetržitém bezrozpouštědlovém způsobu a 3 hmotnostní díly deflokulačního činidla vzorce $Pc(CH_2\text{-}N(CH_2CH_2OH)_{1,5}$, kde Pc značí zbytek Cu ftc. a 160 hm. dílů dispergační směsi podle příkladu 9. Směs komponent se podrobí plastickému mletí, tak jak je uvedeno v příkladu 15. Získaný modrý ftalocyaninový pigment je stabilní vůči aromátům, neflokuluje v toluenových barvivech pro hlubotisk, má intenzívně červenavý odstín a vysokou barvící sílu.

P ř í k l a d 20

Do lopatkového mísiče se naváží 60 dílů hmotnostních vysokoprocentního ftalocyaninu mědi, očištěného zpracováním 5% kyselinou sírovou a obsahujícího 14,5 atomů chloru, který byl získán z ftalanhydridu libovolným známým způsobem, a 170 dílů hmotnostních dispergační směsi, získané podle příkladu 1. Suché práškovité komponenty se smísí při teplotě 70 až 80 °C během 15 až 25 minut, až se vytvoří plastická viskozitní hmota. Proces plastického mletí se provádí dále po dobu 3,5 hodiny, při téže teplotě. Získaná hmota se rozředí v hnětači vodou, vyjme, filtruje, promyje od komponent dispergační směsí a suší. Získaný zelený ftalocyaninový pigment je i co do vlastností identický pigmentu získanému plastickým mletím s postupným dávkováním všech komponent. Celková doba procesu dispergace (a z toho vyplývající náklady na energii a práci) se snižují v porovnání se známými způsoby o 25 až 40 %. Proces je technologicky dokonalejší a jednodušší pro obsluhu.

P ř í k l a d 21

Analogicky jako v příkladu 20, jenže jako vysokochlorovaný ftalocyanin mědi se použije vyčištěný ftalocyanin mědi, obsahující v molekule 16 atomů chloru a získaný za použití tetrachlorftalodinitrilu. Získaný zelený ftalocyaninový pigment vykazuje, co se týká koloristických vlastností, takové parametry jako pigment získaný plastickým mletím při malých dávkách komponent a přitom se náklady na energii a pracovní síly snižují o 25 až 40 %, ve srovnání se známým způsobem.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Práškovitá dispergační směs pro plastické mletí ftalocyaninových pigmentů na bázi anorganické soli a organické kapaliny, vyznačená tím, že je tvořena hmotnostně 95 až 60 % anorganické soli o velikosti částic 3 až 40 mikrometrů a 5 až 40 % na jejich povrchu naadsorbované organické kapaliny ze souboru zahrnujícího glykoly, jejich polymery, popřípadě isomery a/nebo glycerin.

2. Způsob výroby práškovité dispergační směsi pro plastické mletí ftalocyaninových pigmentů, vyznačený tím, že se vodný roztok organických kapalin ze souboru zahrnujícího glykoly, jejich polymery, popřípadě isomery a/nebo glycerin a anorganické soli suší v pneumatické sušárně při teplotách procházející vzdušiny, popřípadě inertního plynu od 50 do 400 °C.