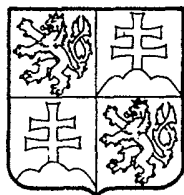


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

270 240

(11)

(13) B2

(51) Int. Cl.⁴
C 09 C 1/36

(21) PV 2413-88.Z

(22) Přihlášeno 08 04 88

(30) Právo přednosti od 10 04 87 DE (P 3712289.4)

(40) Zveřejněno 13 10 89

(45) Vydáno 04 03 91

(72) Autor vynálezu KIESER MANFRED dr., DARMSTADT (DE)

(73) Majitel patentu MERCK PATENT GESELLSCHAFT MIT
BESCHRÄNKTER HAFTUNG, DARMSTADT
(DE)

(54) Perleťově lesklé pigmentové přípravky

(57) Destičkovité perleťově lesklé pigmentové přípravky se zlepšenou tekutostí, přičemž jsou výchozí pigmenty potaženy 0,5 až 20 % hmot. nasycené monokarboxylové kyseliny s 10 až 25 atomy uhlíku nebo cyklohexanonové kondenzační pryskyřice se připravují smáčením destičkového pigmentu taveninou nasycené monokarboxylové kyseliny s 10 až 26 atomy uhlíku nebo cyklohexanonové kondenzační pryskyřice nebo roztokem těchto látek v organickém rozpouštědle a odpařením rozpouštědla nebo ochlazením.

Vynález se týká perleťově lesklých pigmentových přípravků se zlepšenou tekutostí.

Zlepšení tekutosti práškovitých látek všech druhů je předmětem mnoha pokusů a snažení. Protože se stanoví tekutost individuálních fyzikálních vlastností prášku, jako například hygroskopičnosti, tvaru a velikosti částic prášku, rozložení elektrostatického náboje a vzájemné adheze částic, byla často navržena velice individuální řešení pro speciální problémy.

Obvyklým a široce použitelným prostředkem ke zlepšení tekutosti prášků je přídavek pyrogenní kyseliny křemičité, také vysoce disperzní kyseliny křemičité o velikosti částic 10 nm. Pokus, který měl zlepšit za přídavku tohoto pomocného prostředku tekutost destičkovitých perleťově lesklých pigmentů, se však nezdařil. Při četných použitích se však používali destičkové perleťově lesklé pigmenty v suché práškovité formě a výrazná tendence těchto pigmentů ke tvorbě aglomerátů vede přitom ke značným problémům. Například v DE-A1 33 21 953 je navržena nákladná aparaturní přeměna bronzovacích strojů, aby se mohly také perleťově lesklé pigmenty použít při bronzovacím způsobu.

Je proto úkolem modifikovat práškovité perleťově lesklé pigmenty tak, aby měly zlepšenou tekutost a tak neměly sklony na trychtýřích, válcích a podobných přístrojích k ucpávání a tvorbě aglomerátů.

Tento úkol byl vyřešen tímto vynálezem. Bylo zejména zjištěno, že se potažením pigmentu monokarboxylovou kyselinou nebo cyklohexanonovými kondenzačními pryskyřicemi docílí značného zlepšení tekutosti.

Předmětem vynálezu jsou proto práškovité perleťově lesklé pigmentové přípravky se zlepšenou tekutostí, které se vyznačují tím, že pigmenty jsou potaženy 0,2 až 20 % hmot. nasycené monokarboxylové kyseliny s 10 až 26 atomy uhlíku nebo cyklohexanonovou kondenzační pryskyřicí.

Předmětem vynálezu je také způsob přípravy práškovitých perleťově lesklých pigmentových přípravků se zlepšenou tekutostí, který se vyznačuje tím, že se destičkový pigment smáčí taveninou nasycené monokarboxylové kyseliny s 10 až 26 atomy uhlíku nebo cyklohexanonové kondenzační pryskyřice nebo roztokem těchto látek v organickém rozpouštědle a suší se odpařením rozpouštědla nebo ochlazením.

Jako výchozí látka pro perleťově lesklé pigmentové přípravky, potažené způsobem podle vynálezu, se mohou použít všechny obvyklé perleťově lesklé pigmenty, jako například vizmutoxychlorid, sídla potažená vizmutoxychloridem nebo destičkovité oxidy kovů, obzvláště destičkovité oxidy železa. Obzvláště výhodně se však použijí perleťově lesklé pigmenty na bázi sídlových šupin potažených oxidy kovů, obzvláště oxidem titanitickým a/nebo oxidem železa. Všechny tyto pigmenty jsou známé a jsou připravené podle známých metod nebo také získatelné v obchodě, například pod ochrannou značkou Iriodin ty E. Merck, Darmstadt. Popis těchto pigmentů a některých způsobů příprav je možno například nalézt v německých patentních spisech 14 67 468, 19 59 998, 20 09 566, 22 14 545 a 25 22 572, evropských patentních spisech 14 382 a 68 311 a US-Patentu 4,373,963.

K potažení těchto pigmentů se použijí nasycené monokarboxylové kyseliny o délce řetězce 10 až 26 atomů uhlíku nebo cyklohexanonové kondenzační pryskyřice. Jako potřebné množství se ukázalo 0,2 až 20 % hmot., vztaženo na hmotnost pigmentu, přičemž je výhodné množství 0,5 až 10 % a obzvláště 1 až 5 %. Jako karboxylové kyseliny jsou výhodné kyseliny s 12 až 18 atomy uhlíku. Kromě nebo místo volných kyselin se mohou také použít soli, přičemž obzvláště výhodné jsou alkalické a amonné soli.

Pod pojmem cyklohexanonové kondenzační pryskyřice se rozumí polymery na bázi cyklohexanonu, které mají zpravidla teplotu měknutí 65 až 95 °C, obzvláště 75 až 85 °C.

Potahovací prostředek se může použít jak ve formě taveniny, tak také ve formě roztoku. Jako rozpouštědlo se při tom s výhodou použijí snadno těkavá organická rozpouštědla, která se po smáčení pigmentového povrchu mohou snadno odstranit odpařením. Obzvláště se použijí rozpouštědla o teplotě varu 40 až 80 °C, jako například dichlormethan, methanol, aceton, ethylacetát nebo ethanol.

Nanášení vrstvy se provádí jednoduchým smícháním složek. Například se může pigment dát do bubnového, kuželového nebo kotoučového míšiče a smíchá se s taveninou nebo roztokem potahovacího prostředku. Jestliže se použije potahovací prostředek ve formě roztoku, může se také pigment v tomto roztoku dispergovat a rozpouštědlo se odpaří nebo oddestiluje. Také je vhodné sušení rozprašováním této suspenze.

Po odstranění rozpouštědla nebo ochlazení nanášeného prostředku naneseného jako tavenina je pigment jako volně tekoucí prášek, který se může dobře zpracovat. Zlepšení tekutosti se může zjistit velice jednoduše měřením výšky násypného kužele. K tomu se pigmentový prášek nasype kovovým štem na masivní kovový válec, přičemž je na kovový válec připevněn násypný kužel. Čím horší jsou tekuté vlastnosti prášku, tím strmější je bok tohoto kužele a tím vyšší a ostřejší je násypný kužel. Při tomto měření pigmentu podle vynálezu se zjistí, že výška násypného kužele se oproti neupraveným pigmentům značně sníží.

Silně snížená tendence ke tvorbě aglomerátů, která se jinak může pozorovat u jemně práškovitých pigmentů, se ukazuje také v zesíleném prášení pigmentových přípravků. Zvlhčením přípravků těžko tekavým organickým rozpouštědlem, obzvláště změkčovadlem obvykle používaným v průmyslu plastických hmot, se však může toto znemožnit. Pro použití, u kterých by mohlo rušit zesílené prášení, se proto pigmentové přípravky ještě zvlhčí 0,5 až 7 % hmot., obzvláště 1 až 4 % hmot., tohoto přípravku.

Jako taková rozpouštědla přicházejí v úvahu například estery kyseliny ftalové s lineárními, rozvětvenými nebo také cyklickými alkoholy až se 12 atomy uhlíku, jako například dyektylftalát (di-2-ethylhexylftalát), diisononylftalát, diisodecylftalát, dibutylftalát, diisobutylftalát a dicyklohexylftalát, alifatické estery dikarboxylové kyseliny, jako například estery adipové, sebakové nebo azelainové kyseliny, estery mastné kyseliny, estery citronové kyseliny a jiná změkčovadla, jaká jsou uvedena např. v Kirk-Othmer, svazek 15, str. 720 až 789. S výhodou se použijí estery kyseliny ftalové a obzvláště dioktylftalát. Mohou se také použít směsi různých změkčovadel.

Tato rozpouštědla se mohou nanést analogicky jako potahovací prostředek jednoduchým smícháním nebo postřikáním. To se může provést společně s potahovacím prostředkem nebo také po nanesení vrstvy.

Takto získané perleťově lesklé pigmentové přípravky se mohou použít pro všechny obvyklé účely, obzvláště však tam, kde při zpracování záleží na dobré tekutosti.

Příklad 1

Do roztoku 1 g kyseliny stearové ve 100 ml dichlormethanu se vmíchá 50 g sídového pigmentu potaženého oxidem titaničitým o velikosti částic 10 až 60 μm a rozpouštědlo se odstraní. Získá se dobře tekoucí, silně prášivý pigmentový přípravek.

Příklad 2

Pracuje se jako v příkladu 1, použije se však roztok 2,5 g kyseliny stearové ve 100 ml dichlormethanu.

Příklad 3

Pracuje se jako v příkladu 1, použije se však roztok 1 g kyseliny myristové ve 100 ml dichlormethanu.

Příklad 4

Pracuje se jako v příkladu 1, použije se však 1 g ketonové pryskyřice (Carbigen K 90) ve 100 ml dichlormethanu.

Příklad 5

Pracuje se jako v příkladu 3, avšak k dichlormethanovému roztoku se ještě přidá 1 g dibutylftalátu. Získá se dobře tekoucí, málo prášivý perleťově lesklý pigmentový přípravek.

Příklad 6

Suchý perleťově lesklý pigmentový přípravek získaný podle příkladu 3 se zvlhčí za intenzivního míchání 1 g dibutylftalátu. Získá se dobře tekoucí, málo prášivý perleťově lesklý pigmentový přípravek.

Příklad 7

50 g perleťově lesklého pigmentu použitého v příkladu 1 se zahřívá za míchání na 80 °C a smíchá se s 0,75 g kyseliny myristové o teplotě 80 °C. Po ochlazení na teplotu místnosti se získá dobře tekoucí, silně prášivý perleťově lesklý pigmentový přípravek.

Příklad 8

Pracuje se analogicky podle příkladu 1, avšak použije se slídový pigment potažený oxidem titaničitým o velikosti částic 5 až 25 µm.

Příklad 9

Do roztoku 1 g kyseliny laurové ve 100 ml dichlormethanu se vmíchá 50 g slídového pigmentu potaženého oxidem železitým o velikosti částic 10 až 60 µm a rozpouštědlo se odstraní. Získá se dobře tekoucí, silně prášivý pigmentový přípravek.

Příklad 10

Pracuje se analogicky podle příkladu 9, avšak místo kyseliny laurové se použije směs 0,5 g kyseliny myristové a 0,5 g kyseliny laurové.

Příklad 11

Analogicky podle příkladu 1 se potáhne 100 g destičkovitého oxidu železa připraveného podle způsobu dle US-PS 4,373,963 2 g kyseliny laurové.

Příklad 12

V lopatkovém míšlči se zahřeje 10 kg slídového pigmentu potaženého oxidem železa a oxidem titanu na 80 °C a přidá se 200 g roztavené kyseliny myristové a míchá se asi 30 minut. Získá se silně prášivý, dobře tekoucí perleťově lesklý pigmentový přípravek.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1.

Práškovité perleťově lesklé pigmentové přípravky se zlepšenou tekutostí, vyznačené tím, že pigmenty jsou potaženy 0,2 až 20 % hmot. nasycené monokarboxylové kyseliny s 10 až 26 atomy uhlíku nebo cyklohexanonové kondenzační pryskyřice.

2.

Pigmentové přípravky podle bodu 1, vyznačené tím, že povlak obsahuje ještě 0,5 až 7 % hmot., vztaženo na hmotnost pigmentu, organického rozpouštědla používaného obvykle jako změkčivadlo.

3.

Způsob přípravy práškovitých perleťově lesklých pigmentových přípravků se zlepšenou tekutostí, vyznačený tím, že se desítkový perleťově lesklý pigment smáčí taveninou nasycené monokarboxylové kyseliny s 10 až 26 atomy uhlíku nebo cyklohexanonové kondenzační pryskyřice nebo roztokem těchto látek v organickém rozpouštědle a suší se odpařením rozpouštědla nebo ochlazením.

4.

Způsob podle bodu 3, vyznačený tím, že se pigment současně s úpravou nebo po této úpravě zvlhčí těžko těkavým organickým rozpouštědlem obvykle používaným jako změkčovadlo pro plastické hmoty.