



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2 Patentgesetz
anerkannt nach dem Abkommen über die
gegenseitige Anerkennung von Urheber-
scheinen und anderen Schutzdokumenten
für Erfindungen vom 18.12.1976

(19) **DD** (11) **243 182 A3**

4(51) C 09 B 67/50

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

(21)	WP C 09 B / 254 319 2	(22)	29.08.83	(45)	25.02.87
(31)	PV3139/83	(32)	04.05.83	(33)	CS

(71) Vyzkumny ustav organickich sintez Pardubice – Rybitvi, CS; NII organiceskich poluproduktov i krasitelej Moskva, SU
 (72) Smrcek, Vladimir A., SU; Ladyzenskij, Jan B., SU; Rakusan, Jan, CS; Stepanek, Frantisek, CS; Gorenko, Valentina N., SU; Zverina, Vladimir, CS; Poznjakevic, Arkadij L., SU; Velosovsky, Frantisek, CS; Astafjeva, Margarita V., SU; Novak, Antonin, CS; Stepanek, Ilja, CS

(89) 232848, CS

(54) Verfahren zur Herstellung der β -Modifikation von blauen Phthalocyaninpigmenten

(57) Das Verfahren zur Herstellung der β -Modifikation von Phthalocyaninpigmenten durch Zerkleinern des Kupferphthalocyanins in Glykolen, Polyglykolen oder Mischungen daraus in Gegenwart von Natriumchlorid besteht darin, daß das Kupferphthalocyanin zunächst in Glykolen bei 20–80 °C dispergiert und dann eine zusätzliche Menge an Glykolen zugegeben wird, wobei die Menge bis zu 95 Gew.-% der Anfangsmenge ausmacht; die Temperatur wird auf 90–150 °C erhöht, die Masse 1–3 Stunden lang gerührt, eventuell Wasser zugegeben und das Pigment angetrennt. Es handelt sich um eine effektive Methode zur Herstellung der β -Modifikation von blauen Phthalocyaninpigmenten, die für Anstrichstoffsysteme sowie zur Herstellung von polygrafischen Druckfarben ohne Verwendung von toxischen Lösungsmitteln geeignet sind.

Настоящее изобретение относится к области технологии получения голубых фталоцианиновых пигментов и, в частности, к способу получения голубых фталоцианиновых пигментов бета-модификации, пригодных для использования в различных лакокрасочных системах, и, в первую очередь, для изготовления полиграфических печатных красок.

Фталоцианиновые пигменты, используемые для изготовления полиграфических печатных красок, должны обладать высокими колористическими свойствами, поскольку на их основе готовятся печатные краски для 4-х цветной печати. Одновременно они должны обеспечивать определенные печатно-технологические свойства красок, в первую очередь, реологические свойства печатных красок.

Известные методы получения голубых фталоцианиновых пигментов бета-модификации для печатных красок заключаются в размоле технического фталоцианина меди в среде органического растворителя в присутствии диспергирующих тел. Обычно в качестве органического растворителя используются спирты и гликоли, в качестве диспергирующего тела - мелкоразмолотая неорганическая соль (хлористый натрий, сульфат натрия, сульфат алюминия и т.д.), а процесс диспергирования проводят в лопастных дисперсионных смесителях большой емкости. Получаемый таким образом голубой фталоцианиновый пигмент бета-модификации для улучшения печатно-технологических свойств подвергают дополнительной обработке растворителем (кондиционирование) или в специальной аппаратуре после выделения пигмента, или непосредственно в лопастном дисперсионном смесителе.

В качестве растворителя используется широкий ряд ароматических растворителей (хлорбензол, нитробензол, алкилбензолы) и хлорированные алканы (четырёххлористый углерод, дихлорметан, перхлорэтилен) и

ароматические амины. После окончания процесса эти растворители отделяются от реакционной массы (обычно дистилляцией или отгонкой с водяным паром), регенерируются и возвращаются в цикл.

Недостатком известного способа является высокая токсичность используемых для кондиционирования растворителей и связанная с этим необходимость тщательного их отделения и регенерации, что требует специального оборудования и значительных затрат.

Наиболее близким по техническому решению к предлагаемому изобретению является способ получения бета-модификации голубых фталоцианиновых пигментов, в котором диспергирование проводят в среде этиленгликоля с мелкоизмельченным хлористым натрием в присутствии анилина и едкого натрия, причем анилин берется в количестве 0,15 от веса фталоцианина меди.

Недостатком данного способа является, во-первых, необходимость использования высокотоксичного анилина, являющегося ядом крови, во-вторых высокие производственные затраты, связанные с необходимостью полного отделения анилина от продуктов реакции и выделением его из сточных вод.

С целью улучшения санитарно-технических условий производства, исключения контакта с высокотоксичными ароматическими и хлорированными алифатическими растворителями и удешевления процесса, предлагается настоящий способ получения голубых фталоцианиновых пигментов бета-модификации. Согласно предложенному изобретению, эта цель достигается путем проведения процесса диспергирования в два этапа - этап собственного диспергирования при температуре 20-80°C и этап обработки - кондиционирования, на котором вязкость реакционной массы снижается в 5-10 раз добавлением дополнительного количества первоначального органического растворителя,

повышением температуры в смесителе и постоянным перемешиванием реакционной массы.

Способ получения бета-модификации голубых фталоцианиновых пигментов путем размола фталоцианина меди в среде гликолей, полигликолей или их смеси в присутствии хлористого натрия согласно изобретению заключается в том, что фталоцианин меди сначала диспергируют в гликоле при температуре 20-80°C, затем добавляют дополнительное количество гликолей, причем они берутся в количестве до 95% от веса их первоначального количества, повышают температуру до 90-150°C и реакционную смесь перемешивают в течение 1-3 часов, затем -звентуально- добавляют 10-кратное количество воды от веса взятого в реакцию фталоцианина меди и выделяют пигмент.

Суть предлагаемого изобретения проиллюстрирована следующими примерами.

Пример 1.

В лопастной дисперсионный смеситель (емкостью 1 литр) загружают 80 вес. частей фталоцианина меди и 320 вес. частей мелкоизмельченной поваренной соли. Сухие компоненты гомогенизируют в течение 10 минут. Затем добавляют 100,8 вес. частей диэтиленгликоля и доводят массу до пластического состояния. Процесс диспергирования проводят при температуре 65-70°C в течение 5-ти часов, после чего к реакционной массе добавляют небольшими порциями 50,4 вес. частей диэтиленгликоля и повышают температуру в смесителе до 115°C. При этой температуре перемешивают массу 2 часа, добавляют в смеситель 400 мл воды, перемешивают, и пасту в виде водно-диэтиленовой суспензии выгружают из смесителя, разбавляют, фильтруют, промывают от ионов хлора горячей водой, отжимают на фильтре и сушат при температуре

70-80°C. Получают пигмент с хорошими колористическими и реологическими свойствами.

Пример 2.

Синтез пигмента проводят аналогично примеру 1, количество диэтиленгликоля для уменьшения вязкости реакционной массы составляет 30% от первоначальной загрузки, температура кондиционирования 130°C.

Получают продукт со свойствами, близкими по свойствам пигменту, полученному по примеру 1.

Пример 3-9

Процесс проводится аналогично примерам 1 и 2, но в качестве органического растворителя используются гликоли и их смеси, перечисленные в таблице 1.

Таблица 1.

Пример	Название гликоля
3.	триэтиленгликоль
4.	полиэтиленгликоль с м.м. 300
5.	полигликоль с м.м. 600
6.	полигликоль с м.м. 1.000
7.	полигликоль с м.м. 1.500
8.	полигликоль с м.м. 6.000
9.	смеси гликолей из примеров 4-8 в любом соотношении

Использование изобретения позволяет получать голубые фталоцианиновые пигменты бета-модификации, обладающие хорошими колористическими и реологическими свойствами, снижает экономические затраты на производство пигментов,

улучшает санитарно-технические и гигиенические условия производства.

В таблице 2 приведено технико-экономическое сравнение методов получения голубых фталоцианиновых пигментов бета-модификации по предлагаемому изобретению и по способу с использованием анилина.

Таблица 2

Наименование показателей	Предлагаемый способ	Сравниваемый способ
Использование высокотоксичных растворителей	нет	есть
Удельные капиталовложения (в %)	95	100
Относительная себестоимость 1 тонны пигмента (в %)	95,6	100

Формула изобретения

Способ получения бета-модификации голубых фталоцианиновых пигментов путем размола фталоцианина меди в среде гликолей, полигликолей или их смеси в присутствии хлористого натрия, отличающийся тем, что фталоцианин меди сначала диспергируют в гликоле при температуре 20-80°С, затем добавляют дополнительные количество гликолей, причем их количество составляет до 95% от веса первоначального количества, повышают температуру до 90-150°С, перемешивают массу в течение 1-3 часов, добавляют -эвентуально- воду и выделяют пигмент.