



(19) **DANMARK**



(12) **FREMLÆGGELSESSKRIFT** (11) **147342 B**

DIREKTORATET FOR
PATENT- OG VAREMÆRKEVÆSENEN

(21) Patentansøgning nr.: 0285/79

(22) Indleveringsdag: 23 jan 1979

(41) Alm. tilgængelig: 25 jul 1979

(44) Fremlagt: 25 jun 1984

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 24 jan 1978 AT 518/78

(51) Int.Cl.³: **C 09 B 67/22**
C 09 C 1/36

(71) Ansøger: *BASF FARBEN + FASERN AG.; D-2000 Hamburg 70, DE.

(72) Opfinder: Egon *Liedek; DE, Peter *Dimroth; DE, Wolfgang *Ruff; DE, Gerhard *Berger; DE, Peter *Reiter; DE.

(74) Fuldmægtig: Patentbureauet Hofman-Bang & Boutard

(54) **Fremgangsmåde til fremstilling af blandingspigmentpræparater med høj glans og dækkeevne**

(57) Sammendrag:

285-79

Pigmentsammensætninger indeholdende en blanding af et organisk pigment og et ved reaktion mellem titandioxid og et farvegivende metaloxid dannet titandioxid-blandingspigment, f.eks. nikkel-titangult, chromtitangult eller bariumnikkeltitanat, fremstilles ved, at tilsætningen af titandioxid-blandingspigmentet foregår i forbindelse med dannelsen af det organiske pigment, f.eks. ved koblingen af et azofarvestof, eller ved formeringen, dvs. efterbehandlingen af pigmentet.

Pigmentsammensætningerne kan anvendes i lakker og formstoffer. Der opnås forbedret glans, dækkeevne og renhed i farven.

UK 147342 B

Opfindelsen angår en fremgangsmåde til fremstilling af pigmentpræparater med høj glans og dækkeevne, ved hvilken et organisk pigment tilsættes til et titandioxidblandingspigment, der er fremkommet ved reaktion mellem titandioxid og et farvegivende metaloxid, f.eks. nikkeltitangult eller chromtitangult. Den kemiske sammensætning af nikkeltitangult (tysk betegnelse "Nickelrutilgelb") og chromtitangult (tysk betegnelse "Chromrutilgelb") fremgår af Ullmann's Encyklopädie der techn. Chemie, 4. oplag, bind 18, side 608. Nikkeltitangult er således $(\text{Ti}_{0,85}\text{Sb}_{0,10}\text{Ni}_{0,05})\text{O}_2$, og chromtitangult er således $(\text{Ti}_{0,90}\text{Sb}_{0,05}\text{Cr}_{0,05})\text{O}_2$.

Det er kendt, at for eksempel nikkeltitangult eller chromtitangult, dvs. pigmenter, der blev fremstillet ved reaktion mellem titandioxid og farvegivende metaloxider, kan blandes med organiske pigmenter, og at disse blandinger finder anvendelse som pigmenter.

Den vanskelighed, der ofte optræder ved anvendelsen af sådanne pigmentblandinger i mange bindemidler, er især et utilstrækkeligt glansforhold. Dette viser sig frem for alt ved i høj grad indfarvede overtræk, f.eks. ved lakovertræk, der indeholder en pigmentandel på over 10 eller 20 pct. Netop sådanne, i høj grad indfarvede lakeringer i så kraftige farvetoner som muligt er dog især efterspurgt, og den mangel, der ligger i den utilstrækkelige glans, er tungtvejende i forbindelse med disse vigtige anvendelser.

I andre kendte tilfælde, herunder ved fælles tørformlinger eller behandlinger på kollergange, opnår man ofte pigmenter, der udviser utilstrækkelig ægthed over for vejrs og vind eller utilstrækkelig dækkeevne ved siden af andre coloristiske fejl.

Det er således opfindelsens formål at angive en fremgangsmåde af den før angivne art, hvor de fremkomne pigmentpræparater udviser forbedret glans, forbedret dækkeevne og forbedret

vejrægthed, i forhold til, hvad der opnås ved de kendte fremgangsmåder.

Fremgangsmåden ifølge opfindelsen er ejendommelig ved det i den kendetegnende del af kravet angivne.

Det er ganske vist kendt, at man kan behandle azofarvestoffer ved udfældning på et farveløst fyldstof; der er ligeledes kendt, f.eks. fra dansk patentansøgning nr. 3086/71, at man kan udfælde et organisk pigment på et andet organisk pigment, idet man herved forbedrer transparensen af de fremkomne pigmentpræparater. For begge disse kendte fremgangsmåder gælder, at såvel de tekniske foranstaltninger som de formål, der opnås ved hjælp af disse, afviger fra de tekniske foranstaltninger, der anvendes i henhold til opfindelsen, og det formål, der opfyldes i henhold til opfindelsen. Det skal især fremhæves, at den forbedrede transparens, som opnås i henhold til kendt teknik, og som har relation til anvendelse af de kendte pigmenter til flerfarvetryk, står i et direkte modsætningsforhold til den forbedrede dækkeevne, som opnås ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen.

For på mere detaljeret måde at tydeliggøre forskellen mellem den fra dansk patentansøgning nr. 3086/71 kendte teknik og opfindelsen skal der her henvises til følgende sammenligning mellem disse to teknikker, hvilken sammenligning for overskuelighedens skyld er opdelt i tre afsnit:

- a) en sammenligning mellem de tekniske foranstaltninger, der anvendes i de to tilfælde,
- b) en sammenligning mellem de opnåede tekniske virkninger i de to tilfælde, og
- c) en bedømmelse af, om det er overraskende, at man opnår opfindelsens formål under anvendelse af de i henhold til opfindelsen anvendte tekniske foranstaltninger.

a): Opfindelsen angår en fremgangsmåde til fremstilling af et pigmentpræparat af et organisk pigment og en helt specifik kategori af uorganiske titandioxidblandingspig-
5 menter, mens den kendte teknik angår et pigmentpræparat, der består af et organisk pigment, der er overtrukket med et andet (vilkårligt) organisk pigment.

b): I henhold til opfindelsen opnår man et pigmentpræparat, der har overlegen glans, god vejrægthed og god dække-
10 evne, mens man i henhold til den kendte teknik opnår et pigmentpræparat, der udviser god transparens, glans, flyde-
evne og dispergerbarhed.

c): Den gode transparens, som udvises af de kendte pigment-
præparater, gør i første række de kendte pigmentpræparater
15 velegnede som trykkefarver til flerfarvetryk, hvor det er vigtigt, at det sluttelige farveindtryk fremkommer som den totale virkning af flere, over hinanden trykte farver, som
altså nødvendigvis må udvise god transparens. Dette skal
sammenholdes med, at man i henhold til opfindelsen opnår
et pigmentpræparat, der har god dækkeevne, og som således
20 er særligt velegnet til anvendelse af farver til plakatretryk, hvor også den gode vejrægthed har betydning (men som naturligvis er mindre velegnet til flerfarvetryk).
Da transparens og dækkeevne er to diametralt modsatte egenskaber, opnår man således i forbindelse med opfindelsen
25 overraskende den stik modsatte tekniske virkning af den, der opnås i henhold til kendt teknik. Vejrægtheden, der er en egenskab, som er helt uafhængig af glans og transparens, er ved de kendte præparater ikke særlig god, hvilket
dels skyldes pigmentsammensætningen (organisk/organisk) og
30 dels, at de kendte pigmentpræparaters ægthed ved oversprøjtning er relativt ringe. Derimod har det overraskende vist sig, at de pigmentpræparater, der fremstilles under anvendelse af fremgangsmåden ifølge opfindelsen, udviser en udmærket vejrægthed. At de forskellige pigmentegenskaber,

herunder transparens, dækkeevne, glans og vejrægthed, ikke nødvendigvis følges ad, kan også dokumenteres ved hjælp af farvetavler med påstrygninger af forskellige pigmentpræparater på transparent papir og ved iagttagelse af farvetavlen, herunder ved at holde den op mod lyset.

Det har således overraskende vist sig, at fremgangsmåden ifølge opfindelsen er en fremgangsmåde til formindskelse eller eliminering af de i det foregående angivne ulemper. Fremgangsmåden ifølge opfindelsen udmærker sig som anført ved, at

10 titandioxidblandingspigmentet allerede er tilsat eller bliver tilsat under det sluttelige trin ved fremstillingen af det organiske pigment. Ved det sluttelige trin forstås her den sidste arbejds gang ved fremstillingen af det organiske pigment, altså for eksempel ved et azopigment koblingen, ved et

15 kondensationspigment kondensationen, såsom f.eks. omsætningen af et azosyrechlorid med en amin i organisk medium eller omsætningen mellem en aminoindolenin og en amin eller en aktiv methylenforbindelse i suspension eller opløsning eller phthalyderingen ved fremstillingen af en phthalon, eller formeringen,

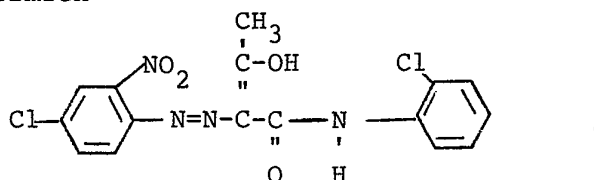
20 dvs. efterbehandlingen af pigmentet.

Udøvelsen af sluttrinnet i nærværelse af nikkeltitangult og/eller chromtitangult, dvs. alment af pigmenter, der blev fremstillet ved reaktion mellem titandioxid og farvegivende metaloxider, gennemføres herved på kendt måde.

25 I mange tilfælde kan det vise sig at være fordelagtigt at ændre visse enkeltheder ved reaktionsforløbet inden for opfindelsens omfang, f.eks. ved at arbejde ved højere temperaturer, med større fortynding og især under tilsætning af additiver, såsom for eksempel imiderne af phthalsyre, trimellithsyre eller pyromellithsyre,

30 af aminer eller polyaminer eller af uopløselige, lavmolekylære eller højmolekylære, pulverformede kondensationsprodukter, emulgatorer eller rekrySTALLISATIONSINHIBITører.

Som organiske pigmenter kan man gøre brug af farvestoffer af de mest forskellige farveklasser, f.eks. fra azorækken (såsom f.eks. Pigment Yellow 3, Pigment Yellow 13, Pigment Yellow 16, Pigment Yellow 81, Pigment Yellow 83, 5 Pigment Orange 5, Pigment Orange 34, Pigment Orange 38, Pigment Red 3, Pigment Red 48/3, Pigment Red 112, Pigment Red 175, Pigment Red 144, Pigment Red 170) eller polycycliske pigmenter (såsom f.eks. Pigment Yellow 109, Pigment Yellow 138, Pigment Yellow 108, Pigment Yellow 10 139, Pigment Yellow 112, Pigment Yellow 110, Pigment Orange 43, Pigment Red 216, Pigment Red 149, Pigment Red 179, Pigment Red 123, Pigment Red 178, Pigment Red 200, Pigment Violet 19, Pigment Violet 23) eller metalkomplekser (såsom phthalocyaniner eller Pigment Yellow 117). 15 alle de angivne pigmenter drejer det sig om numre fra Color-Index). Pigment Yellow 3 (eller C.I. Pigment Yellow 3, hvor C.I. er en forkortelse for Color-Index) har konstitutionsformlen



hvilket fremgår af Color-Index, som står til rådighed 20 for enhver sagkyndig på dette felt, og hvorefter også konstitutionsformlerne for de øvrige, ovenfor angivne organiske pigmenter fremgår.

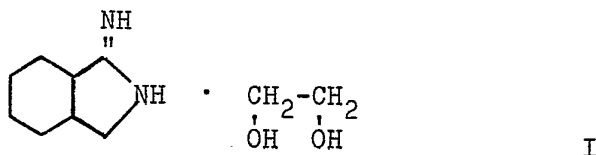
Som titandioxidblandingspigmenter kommer for eksempel nikkeltitangult, chromtitangult eller bariumtitanat i betragtning. 25

Oparbejdningen af de således fremstillede pigmentpræparater foregår på konventionel måde, f.eks. ved frasugning, vaskning og tørring. Eventuelt kan der også foretages en efterbehandling, sådan som denne for eksempel lejlighedsvis gennemføres ved organiske pigmenter. 30

De således fremstillede pigmentpræparater er fremragende vel-
egnet til farvning af lakker, såsom for eksempel PVC eller
polystyren, eller til fremstilling af trykkefarve. De til-
svarende farvninger udviser i forhold til de præparater, der
5 fremstilles ved simpel mekanisk blanding af tørpulveret sva-
rende til de samme komponenter, bedre glans, bedre vejragt-
hed og bedre dækkeevne, især i kraftige udfarvninger.

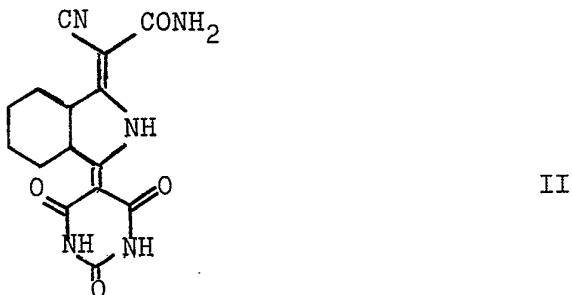
EKSEMPEL 1

- (a) Til 35 g ammoniakopløsning (ca. 25 pct.) tildryppes
12,4 g (0,11 mol) cyaneddikesyreethylester, og der
10 røres ved 60°C over 2 timer. Derpå fortyndes med 150
ml vand, der tilsættes 12,8 g barbitursyre, og der
efterrøres i 2 timer ved 60°C (pH ca. 9). Derpå
tilsættes 0,1 mol diiminoisoindoleninglycoladdukt
med formel I, opløst i glycol og methanol, og pH
15 indstilles på 3 med H₂SO₄.



Derpå røres der i 2 timer ved 60 °C. Det hele suges fra,
vaskes med varmt vand og tørres.

Man opnår 23 g af et gult, ægte brilliant og uopløseligt
pigment med formel II, hvilket dog i lak i kraftige
20 farvninger udviser en dårlig glans.

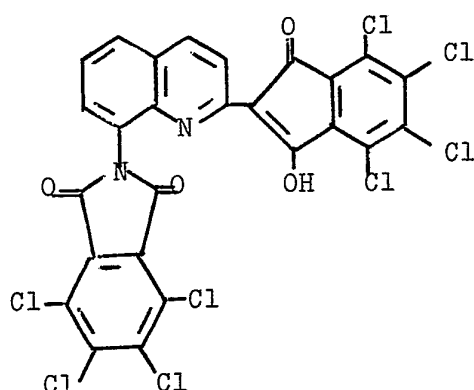


- (b) Man går frem som i eksempel 1a, men tilsætter dog før tilsætningen af opløsningen af diiminoisoindolenin-glycoladduktet desuden 71 g af en 45 pct. nikkel-titangult-suspension. Man opnår 56 g af et gult pigmentpulver.
- (c) Man går frem som i eksempel 1a, men tilsætter dog før tilsætningen af opløsningen af diiminoisoindolenin-glycoladduktet desuden 71 g af en chromtitangult-suspension i form af "Sicoægtgult 4GF". Man opnår 56 g af et gult pigmentpulver.
- Produkterne i henhold til 1(b) og 1(c) frembringer en lake-ring, hvis glans er bedre end glansen af en lakering, ved hvilken man anvendte en mekanisk blanding af pulverpigmentet i henhold til 1(a) og nikkeltitangult eller chromtitangult i tilsvarende andele.

EKSEMPEL 2

- (a) 75 g aminoquinaldindihydrochlorid blandes med 500 g phenol, 30 g potaske tilsættes i portioner, således at fugtigt pH-papir viste pH 6-7. I kolberne indblæses N_2 , og det hele opvarmes til $135^{\circ}C$, hvorved der over en bro afdestillerer H_2O . Efter $\frac{1}{2}$ time ved $135^{\circ}C$ tilsættes 270 g tetrachlorphthalsyreanhydrid i portioner. Det hele omrøres i 1 time ved $140^{\circ}C$, opvarmes derpå i 3 timer til $180^{\circ}C$ og omrøres i 6 timer ved $180 - 185^{\circ}C$. Kolbeindholdet afkøles til $80^{\circ}C$, der tildryppes 50 ml alkohol, det hele frasuges, vaskes med vand og tørres. Man opnår 225 g af pigmentet med formlen:

8

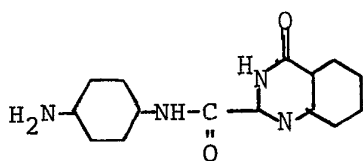


- (b) Man går frem som i eksempel 2(a), men sammen med tetrachlorphthalsyreanhydrid tilsættes dog 422 g nikkeltitangult som 45 pct. pasta og 600 g phenol. Man opnår 412 g af et blandingspigment, der indeholder ca. 50 pct. af pigmentet med formel I og 50 pct. af pigmentet nikkeltitangult.

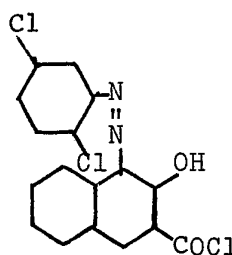
Produktet (b) repræsenterer et pigment, der i højt indfarvede lakeringer frembringer en bedre glans end et mængdemæssigt tilsvarende pigment af en mekanisk tørblending af pigmentet i henhold til eksempel 2(a) og tørt nikkeltitangult.

EKSEMPEL 3

- (a) Til 1000 dele N-methylpyrrolidon tilsættes 28 dele af aminen I, og derpå tilsættes 37,8 dele af syrechloridet II:



I



II

- 5 Efter tilsætning af 0,5 dele imidazol røres der natten over, der tilsættes 250 ml vand, og der opvarmes 1 time til 90°C, frasuges, vaskes og tørres. Man opnår 59 dele af et orangerødt pigment.
- 10 (b) Man går frem som i eksempel 3(a), men tilsætter dog før tilsætningen af syrechloridet II 60 dele tørt nikkeltitangult. Man opnår 119 dele af et orange-rødt pigment.
- 15 (c) Man går frem som i eksempel 3(a), men tilsætter dog før tilsætningen af syrechloridet II 60 dele tørt chromtitangult. Man opnår 120 dele af et orangerødt pigment.

20 Sammenligning mellem en blanding fra eks. 3(a) med nikkeltitangult eller chromtitangult i en 10 pct. lakering med det i henhold til eksempel (b) og (c) fremstillede pigment viser, at blandingerne fra 3(a) udviser en dårligere glans end de i eksempel 3(b) og 3(c) beskrevne pigmenter.

EKSEMPEL 4

124,8 dele aminoterephthalsyredimethylester bliver som sæd-
vanligt diazoteret og koblet ved tilsætning af en findelt
suspension af 82,2 dele di-acetoacet-p-phenylendiamin,
5 hvorved pH til sidst indstilles på 7. Man efterrører end-
nu koblingssuspensionen 10 timer ved pH 7, suger fra, va-
sker grundigt med vand og alkohol og tørrer det fremkomne
gule pulver (195 g) i vakuum ved 50°C. Man inddeler mæng-
derne i tre lige store dele (a, b og c). Man rører del
10 a i 1 l butanol under tilsætning af 150 ml vand i 2 timer
under tilbagesvaling, suger fra og tørrer. Man opnår 54
g gult pulver.

Man indrører del b i 1 l butanol under tilsætning af 144 g
nikkeltitangult som 45 pct. vandig suspension og 50 ml
15 vand i 2 timer under tilbagesvaling, suger fra og tørrer.
Man opnår 121 g gult pulver, der i en 20 pct. lakindfarvning
frembringer en bedre glans end en blanding af del a med
kommercielt nikkeltitangult.

Man indrører del c i 1 l butanol under tilsætning af 144 g
20 chromtitangult (45 pct. vandig suspension) under tilsætning
af 50 ml vand i 2 timer under tilbagesvaling, suger fra
og tørrer. Man opnår 119 g af et gult pulver, der udviser
en højere glans ved højprocentig lakindfarvning end den
samme blanding af del c og chromtitangult.

25 EKSEMPEL 5

11,2 g 4-chlor-2-nitranilin sammenrøres med 30 ml vand,
derpå tilsættes 22,6 ml 30,5 pct. saltsyre, der efter-
røres, og der indstilles på 0°C med is og vand. I denne suspen-
sion inddryppes en opløsning af 4,664 g natriumnitrit,
30 opløst i 14 ml vand, der efterrøres, og nitritoverskuddet
ødelægges med amidosulfonsyre. Denne opløsning inddryppes

med henblik på kobling i en suspension, som fremstilles ved, at man opløser 13,99 g aceteddike-o-chloranilid i 13,73 g 50 pct. natronlud og 535 ml vand, at man derpå blander med 25,65 g nikkeltitangult og derefter igen
5 udfælder den opløste koblingskomponent med 17,47 ml 60 pct. eddikesyre og 35 ml vand. Efter udkoblingen bliver pigmentsuspensionen efterrørt, frasuget og vasket til neutralitet, og pressekagen tørres ved 60°C.

Det således fremkomne, gule blandingspigment, der indeholder
10 50 dele organisk og 50 dele uorganisk pigment, udmærker sig i forhold til de tilsvarende, mekanisk blandede pigmenter ved en højere renhed i farvetonen og en højere glans.

Produkter med lignende egenskaber fremkommer, når man i stedet for nikkeltitangult anvender chromtitangult; farvetonen er forskudt i retning af rødt.
15

EKSEMPEL 6

Af 33,4 ml 96 pct. svovlsyre og 5,8 g natriumnitrit fremstilles på kendt måde en nitrosylsvovlsyre, hvori 15,02 g 2,4-dinitroanilin indføres portionsvis ved 20°C. Efter 90 minutters omrøring indføres opløsningen i isvand, nitritoverskuddet ødelægges med amidosulfonsyre, og i opløsningen indrøres 1,35 g kokosaminacetat. Denne opløsning inddryppes med henblik på kobling i en suspension, som fremstilles ved, at man opløser 12,7 g β -naphthol med 3,7 g ætsnatron i
20 150 ml vand, at man inddrypper denne opløsning i 150 ml vand og 3,2 ml koncentreret svovlsyre og blander den således fremkomne suspension med 106,52 g nikkeltitangult. Efter udkoblingen bliver pigmentsuspensionen kogt, filtreret og vasket til neutralitet, og pressekagen tørres ved 60 °C.

Det således fremkomne, orange farvede blandingspigment, der indeholder 20 dele organisk og 80 dele uorganisk pigment,
30

udmærker sig i forhold til de tilsvarende, ad mekanisk vej blandede pigmenter ved højere trykkeevne, højere glans og højere renhed i farvetonen.

- 5 Man opnår farvetoneintensivere produkter med lignende egenskaber, når andelen af organisk pigment forøges i pigmentblandingen. Der fremkommer produkter med lignende egenskaber, når man i stedet for nikkeltitangult anvender chromtitangult.

EKSEMPEL 7

- 10 20 ml vand, 0,01 g af en mættet fedtalkoholester og 7,74 g m-nitro-p-toluidin sammenrøres; derpå blandes der med 10 ml vand og 14,16 ml 30,5 pct. saltsyre. Efter afkøling diazoteres der med 3,54 g natriumnitrit, opløst i vand, og der efterrøres.
- 15 Denne opløsning inddryppes med henblik på kobling i en suspension, som er fremstillet ved, at man opløser 7,6 g β -naphthol i 50 ml vand og 4,35 g natronlud (50 pct.) og at man igen udfælder i en suspension af 15,64 g chromtitangult i 75 ml vand og 1,48 ml koncentreret svovlsyre. Under kob-
- 20 lingen holder man pH på 8 ved tilløb af en opløsning af 7,1 g natronlud (50 pct.), 0,425 g calcineret soda og 25 ml vand.

Efter afsluttet kobling koger man pigmentsuspensionen, der suges fra og vaskes til neutralitet, og pressekagen tørres ved 60°C.

- 25 Det på denne måde fremstillede, røde blandingspigment indeholder 50 pct. organisk og 50 pct. uorganisk pigment og udmærker sig i forhold til de tilsvarende, ad mekanisk vej blandede pigmenter frem for alt ved en højere glans og højere renhed i farvetonen. Produkter med lignende egenskaber frem-
- 30 kommer, når man i stedet for chromtitangult anvender nikkeltitangult.

EKSEMPEL 8

20,38 g 2,3-oxynaphthoesyre-o-toluidid opløses varmt i 356 g
1,63 pct. natronlud og fortyndes med 350 ml vand, og op-
løsningen blandes med 1,7 g af et ester-sulfonat. Efter
5 udfældning af koblingskomponenten med 102 g 5,23 pct.
saltsyre blandes suspensionen med 77,61 g nikkeltitangult
og 10,5 g calciumcarbonat. Med henblik på kobling lader
man i denne suspension en med 4,93 g natriumnitrit på kendt
måde diazoteret opløsning af 13,75 g 2,4,5-trichloranilin
10 i 202 g af en 5,05 pct. saltsyre og 65,68 g eddikesyre
(80 pct.) dryppe til. Med henblik på udkobling opvarmes
pigmentsuspensionen til 40°C, hvorpå der koges. Efter
filtrering og vask til neutralitet tørres pressekagen ved
60°C. Man opnår en rød pigmentblanding, der indeholder 30
15 dele organisk og 70 dele uorganisk pigment. Det således
fremkomne blandingspigment udmærker sig i forhold til de
tilsvarende, ad mekanisk vej blandede pigmenter ved høje-
re dækkeevne, højere glans og højere renhed af farvetonen.

Farvetoneintensivere produkter med lignende egenskaber frem-
20 kommer, når man forøger andelen af organisk pigment i pig-
mentblandingen.

Produkter med lignende egenskaber fremkommer, når man i
stedet for nikkeltitangult anvender chromtitangult.

EKSEMPEL 9

25 20,94 g acetoacetylamin-2,4-dimethylbenzen opløses med
12 g ætsnatron i 150 ml vand og fældes igen ved inddrypning
i 184 ml eddikesyre (11,75 pct.) og 1,03 g kokosaminacetat, og
denne suspension blandes med 76,76 g nikkeltitangult.
Med henblik på kobling inddrypper man hurtigt i denne sus-
30 pension en saltsyreopløsning af tetrazoteret 4,4'-diamino-
3,3'-dichlordiphenyl, der på sædvanlig måde blev fremstillet

af 12,66 g 4,4'-diamino-3,3'-dichlordiphenyl, 32,98 g
saltsyre (37,2 pct.), 7,04 g natriumnitrit og 400 ml isvand.
Efter afsluttet kobling bliver pigmentsuspensionen kogt i
30 minutter og filtreret, pressekagen vaskes til neutralitet
5 og tørres ved 60°C.

Det således fremkomne blandingspigment, der indeholder
30 dele organisk og 70 dele uorganisk pigment, udmærker
sig i forhold til de ad mekanisk vej blandede pigmenter ved høje-
re dækkeevne, højere glans og højere renhed i farvetonen.

10 EKSEMPEL 10

6,66 g 1-(p-tolyl)-3-methylpyrazolon-(5) opslæmmes sammen
med 18,21 g nikkeltitangult i 350 ml vand. Derpå tilsættes
en saltsur opløsning af tetrazoteret 4,4'-amino-3,3'-
dichlordiphenyl, der på sædvanlig måde blev fremstillet
15 af 10,84 g 4,4'-diamino-3,3'-dichlordiphenyl, 21,2 ml kon-
centreret saltsyre (37 pct.), 5,96 g natriumnitrit og 500
ml isvand, inden for ca. 1 time til den vandige opslæmning
af koblingskomponenterne, hvis temperatur holdes på 30°C,
og reaktionsblandingen omrøres så længe, at man ikke mere
20 kan påvise nogen tetrazolopløsning. Pigmentsuspensionen
fracfiltreres og vaskes med vand til neutralitet, og presse-
kagen tørres ved 60°C.

Man opnår et orangefarvet blandingspigment, der indeholder
60 dele organisk og 40 dele uorganisk pigment. Den således
25 fremkomne pigmentblanding udmærker sig i forhold til de
tilsvarende mekanisk blandede pigmenter ved højere dække-
evne, højere glans og højere renhed i farvetonen.

Produkter med højere glans og lignende egenskaber frem-
kommer, når andelen af organisk pigment i blandingspig-
30 mentet reduceres.

Produkter med lignende egenskaber fremkommer, når man i
stedet for nikkeltitangult anvender chromtitangult.

EKSEMPEL 11

Til en suspension af 28 g nikkeltitangult, 2,8 g kokos-aminacetat i 90 ml isvand og 10,06 ml saltsyre (37,2 pct.) lader man hurtigt en 80-90°C varm opløsning af 12,5 g
5 1-amino-4-methyl-5-chlorbenzen-2-sulfonsyre, 2,25 g ætsnatron og 110 ml vand løbe til, man afkøler med is til 3-5°C og diazoterer ved tilsætning af 3,9 g i vand opløst natriumnitrit. Efter 20 minutters omrøring indrøres denne suspension med henblik på kobling hurtigt i en opløsning af
10 10,4 g 2,3-hydroxynaphthoesyre, 5 g ætsnatron og 0,55 g soda i 850 ml vand.

Efter afsluttet kobling røres suspensionen i 30 minutter, derpå koges den i 30 minutter, og natriumsaltet forlækkes ved tilsætning af 8,2 g strontiumchlorid (6-hydrat). Efter
15 kort opkogning bliver det forlakkede azofarvestof filtreret og pressekagen bliver vasket til neutralitet og tørret ved 60°C.

Det således fremkomne, røde blandingspigment, der indeholder 50 dele organisk og 50 dele uorganisk pigment, udmærker sig i
20 forhold til de tilsvarende mekanisk blandede pigmenter ved højere glans og højere renhed i farvetonen.

EKSEMPEL 12

Af 73,28 ml svovlsyre (96 pct.) og 8,28 g natriumnitrit fremstilles på kendt måde nitrosylsvovlsyre, hvori man portionsvis ved 20°C indfører 25,6 g 4-aminophthalsyreimid.
25 Efter 2 timers omrøring indføres opløsningen i isvand, der omrøres i 45 minutter, og nitritoverskuddet ødelægges med amidosulfonsyre. Den således fremkomne suspension inddryppes med henblik på kobling ved 10-20°C i en suspension,
30 som fremstilles ved, at man opløser 19,45 g 2,6-dihydroxy-4-methyl-3-cyanpyridin med 4,96 g ætsnatron i 400 ml vand,

og at denne opløsning inddryppes i en suspension af 65,18 g nikkeltitangult, 11,2 ml saltsyre (37,2 pct.) og 175 ml vand. Efter afsluttet kobling blandes pigmentsuspensionen med 0,44 g af et ester-sulfonat, der koges kort op og fil-
5 treres, og pressekagen vaskes til neutralitet og tørres ved 60°C.

Det således fremstillede, gullige, røde blandingspigment, der indeholder 40 dele organisk og 60 dele uorganisk pigment, udmærker sig i forhold til de tilsvarende, ad mekanisk vej
10 blandede pigmenter ved højere dækkeevne, højere glans og højere renhed af farvetonen.

Produkter med højere glans og med lignende egenskaber fremkommer, når andelen af organisk pigment i blandingspigmentet forøges.

15 Der fremkommer produkter med lignende egenskaber, når man i stedet for nikkeltitangult anvender chromtitangult.

EKSEMPEL 13

Af 16,34 g koncentreret svovlsyre og 2,88 g natriumnitrit fremstiller man på kendt måde en nitrosylsvovlsyre, der
20 fortyndes med 47,99 ml koncentreret svovlsyre. Til denne opløsning tilføres 6,38 g 3,3'-5,5'-tetrachlorbenzidin, der efterrøres, udhældes på is og frasuges, og nitritoverskuddet ødelægges med amidosulfonsyre. Denne opløsning inddryppes med henblik på kobling i en suspension, der er
25 fremstillet ved, at man opløser 5,95 g 2,6-dioxy-4-methyl-3-cyanpyridin i 150 ml vand og 1,799 g ætsnatron, at man ved tildrypning af 8,98 ml koncentreret saltsyre fortyndet med vand udfælder koblingskomponenterne, og at man derpå blander med 51,03 g nikkeltitangult. Efter afsluttet kob-
30 ling indrøres 1,28 g sorbitantrioleat, opløst i vand, i pigmentsuspensionen, pigmentsuspensionen koges, der frasuges, vaskes til neutralitet og tørres ved 60°C.

Det således fremkomne, røde blandingspigment, der består af 20 dele organisk og 80 dele uorganisk pigment, udmærker sig i forhold til de tilsvarende, ad mekanisk vej blandede pigmenter ved højere glans, højere renhed i farvetonen og højere farvestyrke.

Produkter med lignende egenskaber fremkommer, når man i stedet for nikkeltitangult anvender chromtitangult.

EKSEMPEL 14

223 g 1-aminoanthraquinon diazoteres i saltsyre/vand med natriumnitrit, nitritoverskuddet ødelægges med amidosulfonsyre, og diazoopløsningen klares med blegejord. Med henblik på koblingen inddryppes den ovenfor beskrevne diazoopløsning i den vandige suspension af 121,6 g barbitursyre, natriumacetat og 362 g nikkeltitangult eller chromtitangult; pigmentsuspensionen filtreres, og pressekagen vaskes til neutralitet og tørres ved 60°C.

Det således fremkomne gule blandingspigment udmærker sig i forhold til den ad mekanisk vej fremstillede blanding af 50 dele organisk og 50 dele uorganisk pigment ved højere dækkeevne og forbedret glans. En efterbehandling af det således fremkomne blandingspigment i organiske opløsningsmidler fører i lakindfarvninger til en yderligere forbedring af dækkraft og glans.

EKSEMPEL 15

20,92 g 2-aminoterephthalsyredimethylester diazoteres i saltsyre/vand med natriumnitrit på sædvanlig måde og inddryppes i en suspension, der er fremstillet ved opløsning af 23,42 g 1-acetamino-4-acetoacetylaminobenzen i natronlud og udfældning i en eddikesur nikkeltitangultsuspension

(56,59 g). Pigmentsuspensionen bliver kogt i 30 minutter og filtreret, og pressekagen bliver vasket til neutralitet og tørret ved 60°C.

5 Man opnår et gult blandingspigment, der indeholder 60 dele organisk og 40 dele uorganisk pigment.

Dette blandingspigment udviser i lakudfarvninger i forhold til de tilsvarende mekanisk blandede pigmenter bedre glans og højere dækkeevne.

10 Produkter med lignende egenskaber fremkommer, når man i stedet for nikkeltitangult anvender chromtitangult.

P a t e n t k r a v :

15 Fremgangsmåde til fremstilling af blandingspigmentpræparater med høj glans og dækkeevne, ved hvilken et organisk pigment tilsættes til et titandioxidblandingspigment, der er fremkommet ved reaktion mellem titandioxid og et farvegivende metaloxid, f.eks. nikkeltitangult eller chromtitangult,
k e n d e t e g n e t ved, at titandioxidblandingspigmentet tilsættes under dannelsen af det organiske pigment eller under formeringen deraf, hvorefter præparatet isoleres.
20

Fremdragne publikationer:

DK ansøgning nr. 3086/71

DE offentliggørelsesskrift nr. 2131617.