



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

262125 ✓
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 09 B 67/14

(22) Přihlášeno 17 03 87
(21) (PV 1800-87.U)

(40) Zveřejněno 15 07 88

(45) Vydáno 15 05 89

(75)

Autor vynálezu

GEMZOVÁ IVA ing., PARDUBICE

(54) Způsob čištění ftalocyaninu mědi před jeho převáděním na gama modifikaci

1

2

Způsob čištění ftalocyaninu mědi, před jeho převáděním na gama modifikaci, který spočívá v rafinaci ftalocyaninu zahříváním v 1 až 20% kyselině sírové v přítomnosti zinku nebo železa po dobu 10 až 300 minut při teplotě 50 až 100 °C.

Vynález se týká způsobu čištění ftalocyaninu mědi před jeho převáděním na gama modifikaci působením kyseliny sírové.

Obsahem AO 257 712 je způsob přípravy gama modifikace ftalocyaninu mědi ze surového nebo rafinovaného ftalocyaninu mědi působením 20–70 °C teplé kyseliny sírové, jejíž koncentrace je v suspenzi ftalocyaninu 55,5–60 %, po dobu 7 až 72 hodin. Doba převodu surového nebo rafinovaného ftalocyaninu v gama modifikaci za popsaných podmínek je tím delší, čím více vedlejších látek reakci brzdících surový nebo rafinovaný ftalocyanin mědi obsahuje. Běžný způsob rafinace zředěnými kyselinami nebo louhy nezbaví surový ftalocyanin látek v těchto prostředích nerozpustných a tyto látky, přestože jsou přítomné v malých množstvích, prodlužují dobu reakce a zvyšují množství kyseliny sírové k reakci potřebné. Výskyt vedlejších látek v prostředí navíc působí nepříznivě na fyzikální a tím i koloristické vlastnosti vznikajících gama modifikací.

Nyní byl nalezen způsob přípravy gama modifikace vyšší koloristické kvality, který nejméně třikrát zkracuje dobu přípravy gama modifikace v porovnání se způsobem výše popsaným a navíc umožňuje snížit spotřebu kyseliny sírové. Zpracování některých výrobních operací surového ftalocyaninu na 100% gama modifikaci je tímto novým způsobem přípravy přímo podmíněno.

Tento nový způsob přípravy gama modifikace je předmětem vynálezu. Podle tohoto vynálezu se gama modifikace připravuje tak, že se 300–400 hmotnostních dílů surového ftalocyaninu mědi zahřívá v 1% až 20% kyselině sírové s 1 až 10 hmotnostními díly zinku nebo železa po dobu 10 minut až 5 hodin při teplotě 50 až 100 °C a zpracuje se v gama modifikaci působením 20–70 °C teplé kyseliny sírové, jejíž koncentrace je v suspenzi 52 až 60 %, buď přímo, nebo po odfiltrování a promytí vodou, případně po vysušení.

Koloristické vlastnosti připravených gama modifikací jsou tím lepší, čím dokonaleji jsou odstraněny rušivé vedlejší látky. Lepší koloristické vlastnosti gama modifikací se projeví lepšími koloristickými vlastnostmi pigmentů beta modifikací, připravených z těchto gama modifikací zahříváním v organických rozpouštědlech, např. v monoetanolaminu.

Způsob podle tohoto vynálezu je dále objasněn v příkladech.

Příklad 1

360 g surového ftalocyaninu mědi se vnese za míchání do 4 000 ml 5% kyseliny sírové 88 °C teplé a po rozmíchání se vnese postupně ještě 4,5 g zinkového prášku. Po ukončení pění suspenze (za 15 minut) se suspenze míchá při postupném chladnutí na teplotu 75 °C. Po ochlazení na teplotu

45–55 °C se suspenze zfiltruje a koláč se promyje vodou. Promytý koláč přečištěného ftalocyaninu se rozmíchá v chladné zředěné kyselině sírové, aby koncentrace kyseliny v suspenzi byla 59%. Na 300 g přečištěného ftalocyaninu přitom připadá 1 000 ml minimálně 96% kyseliny sírové ve formě 59% kyseliny sírové. Po 24 hodinách stání v uzavřené nádobě při normální teplotě se kyselina sírová v suspenzi gama modifikace ftalocyaninu mědi naředí na koncentraci 30%, suspenze se zfiltruje a gama modifikace se promyje vodou do neutrální reakce filtrátu. Koláč gama modifikace se použije pro další zpracování nebo se suší při 105 °C. Získaná 100% gama modifikace je v porovnání s gama modifikací připravenou ze surového ftalocyaninu nebo ze ftalocyaninu přečištěného vyvařením v 5% kyselině sírové bez zinku vydatnější, méně zeleňavého odstínu a podstatně vyšší čistoty odstínu.

Příklad 2

360 g surového ftalocyaninu mědi vyrobeného kontinuální bezrozpouštědlovou technologií se vnese za míchání do 4 000 ml 3% kyseliny sírové zahřáté na 85 °C, přidá se 6 g práškového železa a míchá se při teplotě 85 °C 45 minut a potom dále při chladnutí suspenze. Po vychladnutí suspenze na 50 °C se suspenze zfiltruje a promyje vodou. Promytý koláč přečištěného ftalocyaninu se rozmíchá ve zředěné kyselině sírové při teplotě 50 °C tak, aby koncentrace kyseliny v suspenzi byla 58,8 %. Po 10 hodinách míchání suspenze 50–60 °C teplé se koncentrace kyseliny sírové v suspenzi upraví vodou na 26%, suspenze se odfiltruje a promyje vodou do neutrální reakce filtrátu a koláč se použije pro další zpracování nebo se usuší při 105 °C. 100% gama modifikace má lepší koloristické vlastnosti než gama modifikace získaná z ftalocyaninu rafinovaného vyvařením v 3% kyselině sírové bez železného prášku.

Příklad 3

360 g surového ftalocyaninu mědi se vnese za míchání do 900 ml 6% kyseliny sírové 40 °C teplé, za míchání se suspenze zahřeje na 85 °C a přidají se 2 g zinkových pilin. Po ukončení pění suspenze se suspenze míchá při postupném chladnutí až na normální teplotu, přidávkem zředěné kyseliny sírové se upraví koncentrace kyseliny sírové v suspenzi na 58% tak, aby celý objem suspenze obsahoval 1 000 ml minimálně 96% kyseliny sírové a ponechá se stání v uzavřené nádobě bez míchání 20 hodin. Potom se kyselina sírová naředí na koncentraci asi 30% vodou a suspenze se zfiltruje a promyje vodou. Koláč gama modifikace se použije pro další zpracování nebo se usuší.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob čištění ftalocyaninu mědi před jeho převáděním na gama modifikaci působením kyseliny sírové o koncentraci 55,5 až 60 % v suspenzi ftalocyaninu, vyznačený tím, že se 300 až 400 hmotnostních dílů su-

rového ftalocyaninu mědi zahřívá v 1% až 20% kyselině sírové s 1 až 10 hmotnostními díly zinku nebo železa po dobu 10 minut až 5 hodin při teplotě 50 až 100 °C.