



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

237 685 ✓

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 18 08 83
(21) PV 6035-83

(51) Int. Cl. 4

C 09 B 67/22

(40) Zveřejněno 13 08 84

(45) Vydáno 01 06 87

(75)
Autor vynálezu

LUSTIG JIŘÍ ing.,
CHLOST MILAN ing.,
ZNAMENÁČEK MILAN ing.,
MUŽÁK ZDENĚK ing.,
ŠTASTNÝ LADISLAV ing., PARDUBICE,
ABSOLON OTTO dr., PRAHA

(54)

Způsob přípravy pigmentových směsí

Způsob přípravy pigmentových směsí,
v nichž alespoň jeden pigment je připra-
vován azokopulací. Podstata vynálezu spo-
čívá v tom, že kopulace probíhá v při-
tomnosti jemné vodné disperze druhého
pigmentu, jehož množství je takové, aby
bylo dosaženo požadovaného odstínu pig-
mentové směsi.

Vynález se týká nového způsobu přípravy směsných pigmentů, vykazujících vysokou a stálou homogenitu, optimální texturu, vydatnost i brilanci.

Dosavadními způsoby přípravy jsou požadované odstíny dosahovány mísením pevných prášků v mísících zařízeních nejrůznějších typů, často po jejich předchozím semletí za sucha. Jednotlivé pigmenty mohou být míseny i ve formě svých jemně semletých dispersí ať již vodných nebo v prostředí látek, které se stávají součástí formulace např. nátěrových hmot. Běžně jsou používána organická rozpouštědla typu toluenu, nitrocelulosity, alkydu, lněného oleje, minerálního oleje, dibutylftalátu a pod. Neméně známá je i praxe, kdy jemně dispergované pigmenty zapracované v polymerním nosiči se mísí vzájemně ve formě prášků či granulí. Takto jsou připravovány zelené odstíny mísením žlutých a modrých pigmentů, hnědé odstíny mísením oranžového pigmentu a sazí a pod. Byly publikovány i způsoby současné přípravy dvou pigmentů v rámci jejich chemické přípravy, např. azokopulací jedné diazoniové soli se směsí dvou pasivních komponent, naftolů či arylidů. Je při tom možno postupovat i naopak, že na jednu pasivní komponentu je kopulována směs různých komponent aktivních. Jsou známy i způsoby přípravy směsných laků použitím různých kovů při jejich přípravě. Takto prováděná příprava směsných odstínů je provázena řadou technologických obtíží, které často zhoršují výsledné aplikační vlastnosti. Při mísírenské úpravě nebývá zaručena dokonalá homogenita, použité jednotlivé pigmenty bývají v různém stupni aglomerace, což má za následek různě rychlou sedimentaci v nátěrových hmotách. Při výrobě směsných pigmentů v dosud známém postupu při použití např. dvou různých pasivních komponent bývá obtížné stanovit podmínky reakce tak, aby vyhověly optimu obou pasivních komponent, např. v aciditě prostředí při kopulaci. Samozřejmě pak nejde tento postup použít tam, kde jsou oba pigmenty zcela různé chemické konfigurace, např. kde druhým pigmentem je derivát

ftalocyaninu, antrachinonu, saze apod.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob přípravy pigmentových směsí, v nichž alespoň jedna složka je nemetalizovaný azopigment připravovaný azokopulací podle tohoto vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že kopulace, při které tento nemetalizovaný azopigment vzniká se provádí v přítomnosti vodné disperse pigmentu druhého, jehož množství je takové, aby bylo dosaženo požadovaného odstínu pigmentové směsi.

Při postupu dle vynálezu slouží jeden pigment, který je předmět za přítomnosti povrchově aktivních látek na jemnou vodnou dispersi s průměrnou velikostí částic pod $1\ \mu\text{m}$, jako kopulační prostředí k přípravě pigmentu druhého. Postup přípravy přitom může být alternativně modifikován různými způsoby. Vodná disperze prvního pigmentu může být přidána k roztoku či dispersi pasivní kopulační komponenty, či může být postupováno naopak a pasivní komponenta může být připravována ve vodné pigmentové dispersi. V některých případech může být postupováno i tak, že vodná disperze pigmentu je přidávána k roztoku diazoniové soli či naopak. Po provedené kopulaci je získán směsný pigment žádaného odstínu, který je proti přípravě mísícími postupy zcela homogenní a vykazuje jak měkkou texturu se snadnou dispergovatelností, tak zvýšenou vydatnost i brávilancí.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení.

Příklad 1.

19,8 g 3-nitro-4-toluidinu se rozmíchá přes noc ve 35 ml kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 9 mol/l s přídavkem 0,8 g karborafinu. Druhý den se přidá 100 g ledu a diazotuje se postupným přidáváním 52 ml roztoku dusitanu sodného o koncentraci 2,5 mol/l. Po skončené diazotaci se roztok překleruje. Mezitím se do suspence 23,4 g acetoacetanilidu v 700 ml vody přidá disperze ftalocyaninu mědi (C.I.Pigm.Blue 15:1) jemně rozemletá ve vodě za přídavku 3 g anioaktivního dispergátoru na částice menší než $1\ \mu\text{m}$. Dále se přidají 4 ml roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 10 mol/l, hodnota pH se upraví přídavkem kyseliny octové na 6,0 a teplota se upraví na $35\ ^\circ\text{C}$. Při této teplotě se počne do modré suspence acetoacetanilidu připouštět roztok diazotovaného 3-nitro-4-toluidinu. Hodnota pH se udržuje postupným přidáváním roztoku hydroxidu sodného v rozmezí

4 až 6. Připouštění diazoniové soli trvá 30 až 60 minut. Po skončené kopulaci se reakční směs vyhřeje na 65°C, barvivo se odfiltruje, promyje teplou vodou a suší. Získá se 48 g zeleného pigmentu, který je proti zelenému pigmentu získanému rozemletím 12 g ftalocyaninu mědi (CI P.B.15:1) se 36 g pigmentu (CI P.Y.1) značně jasnější s vydatností o 35% až 40% vyšší při použití v olejovém nátěru i alkydovém laku. Textura tohoto nového pigmentu je velmi měkká, odstín nezáleží na době a intenzitě roztírání v pojidle, jako je tomu u pigmentu mísenému z prášků. V alkydovém laku ani dlouhým stáním nesedimentuje zatímco u laku připraveného ze žlutého a modrého mícháním, časem sedimentuje modrý pigment a homogenitu je nutno obnovit důkladným novým rozmícháním.

Příklad 2.

13,6 g 4-aminobenzamidu se diazotuje po rozpuštění v 70 ml vody a 50 ml roztoku kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 5 mol/l pomocí 40 ml roztoku dusitanu sodného o koncentraci 2,5 mol/l. Po přidání karborafinu a rozmíchání se roztok diaza překlenuje. Mezitím se připraví disperse 29,4 g 3-hydroxy-2-(2-metoxyfenyl)karbamidu a 0,5 g ftalocyaninu mědi v 900 ml vody, rozemletá s přísávkem 5 g neionogenního dispergátoru na velikost částic pod 1 μm. K dispersi se přidá 8 g hydrogenuhlitanu sodného, pH se upraví na 9 až 10,5 a počne se při 20 až 30°C přidávat roztok diazoniové soli. Hodnota pH se udržuje v rozmezí 9 až 10,5 přidáváním roztoku hydroxidu sodného. Po skončené kopulaci se pigment odfiltruje, promyje a suší. Získá se homogenní pigment odstínu borda, který není možno ve stejné homogením stavu připravit pouhým mísením příslušných práškových pigmentů (CI P.R.210 a CI P.B.15:1).

Příklad 3.

Roztok diaza se získá diazotací 19,8 g 3-nitro-4-toluidinu jako v příkladu 1. Mezitím se rozpustí 19,4 g 2-naftolu ve 170 ml vody pomocí 15 ml roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 10 mol/l za přísávkem 1 g oleje pro tureckou červen. Po rozpuštění se přidá 1 g křemelinu a roztok se překlenuje do disperse 40 g CI Pigment Red 210, předemleté s 12 g neionogenního dispergátoru ve 200 ml vody na částice menší 1 μm. Roztok diaza se v průběhu 20 až 30 minut za míchání nakape do červené suspence 2-naftolu při 20 až 25°C. Alkalita

v průběhu kopulace zvolna klesá z pH 12 na pH 8. Ke konci se udržuje nad pH 8 přidavkem roztoku hydroxidu sodného. Reakční směs se po kopulaci vyhřeje na 65°C, pigment se odfiltruje a suší. Získá se 80 g jasně červeného pigmentu velmi měkkého zrna. Pigment byl po aplikaci v olejovém nátěru posouzen proti směsnému pigmentu, získanému semletím CI P.R.210 a 40 g CI P.R.3 jako značně jasnější a o 40% vydatnější.

Příklad 4.

Roztok diaza se získá diazotací 19,8 g 3-nitro-4-toluidinu jako v příkladu 1. Připraví se roztok 19,4 g 2-naftolu ve vodě za přidavku hydroxidu sodného jako v příkladu 3. Roztok naftolátu se napustí za míchání do roztoku 10 g hydrogenuhlíčitanu sodného ve 200 ml vody, do kterého byla přidána disperse 4 g jemně umletých sazí ve vodě za přidavku dispergátoru. Kopulace do černé suspence 2-naftolu se provede připouštěním roztoku diaza jako v příkladě 3. Vzniklý hnědý homogenní pigment se odfiltruje, promyje a suší.

Příklad 5.

Do roztoku diaza připraveného ze 13,6 g 4-aminobenzamidu jako v příkladu 2 se přidá disperse připravená semletím 40 g ftalocyaninu mědi (CI P.B.15) ve vodě za přidavku 15 g neionogenního dispergátoru. Do této disperse se při 10 až 15°C napustí zvolna roztok 31,0 g 3-hydroxy-2(N-(2-metoxyfenyl)karbamidu rozpuštěného v 600 ml vody při 90°C za přidavku 22 ml roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 10 mol na l. Po skončené kopulaci se přidá roztok 10 g pryskyřičného mýdla, po rozmíchání 6 g chloridu vápenatého a reakční směs se 1 hod. vaří. Pigment se odfiltruje, promyje a suší. Má modrofialový odstín, měkkou texturu a výborné stálosti v organických rozpouštědlech.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

237 685

Způsob přípravy pigmentových směsí, v nichž alespoň jedna složka je nemetalizovaný azopigment připravovaný azo-kopulací vyznačující se tím, že kopulace, při které tento nemetalizovaný azopigment vzniká, probíhá v přítomnosti vodné disperse pigmentu druhého, jehož množství je takové, aby bylo dosaženo požadovaného odstínu pigmentové směsi.