



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 25.08.78 (P. 209218)

Pierwszeństwo: 26.08.77 Republika
Federalna Niemiec

Zgłoszenie ogłoszono: 04.06.79

Opis patentowy opublikowano: 2.11.1981

Int. Cl.² C09C 3/08

CZYTELNIA

Urząd Patentowy
P. O. Box 11

Twórca wynalazku: _____

Uprawniony z patentu: Henkel Kommanditgesellschaft auf Aktien,
Düsseldorf (Republika Federalna Niemiec)

Sposób dyspergowania pigmentów i napelniaczy

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób dyspergowania pigmentów i wypełniaczy przez pokrywanie ich aminoalkanolami, ich solami, produktami oksyalkilowania oraz czwartorzędowania, w celu zwiększenia ich zdolności dyspergowania w organicznych i wodnych środowiskach oraz stosowane do tego środki.

Dyspergowanie pigmentów i napelniaczy w środowiskach, organicznych i wodnych, to znaczy rozpad aglomeratów utworzonych z pierwotnych ziaren pigmentu, jest przy wytwarzaniu wyrobów lakierowych i innych pigmentowanych środków powłokowych koniecznym etapem, które ze względu na potrzebny nakład czasu oraz energii stanowi poważny czynnik kosztów. Ten proces dyspergowania prowadzi się mechanicznie za pomocą różnych maszyn, jak zagniatarki, młyna walcowego albo młyna kulowego. W celu skrócenia tego etapu pigmenty względnie napelniacze traktuje się takimi związkami, organicznymi, które obniżają napięcie na granicy faz między ziarnami pigmentu i organicznym albo wodnym środowiskiem, i w ten sposób powinny ułatwić dyspergowanie pigmentów. Działanie ich powinno przy tym w miarę możliwości ograniczać się tylko do lepszego dyspergowania, bez wywierania ujemnych działań ubocznych.

Z opisu patentowego St. Zjedn. Am. 1 722 177 znane jest już traktowanie nieorganicznych pigmentów i napelniaczy, w celu zwiększenia ich

2

zdolności dyspergowania, kwasem stearynowym i kwasami żywicznymi jak również ich mydlami amonowymi. Temu samemu celowi służy podana we francuskim opisie patentowym 1 276 739 trójetanoloamina względnie jej sole. Poza tym proponowano już alifatyczne aminy jako środek służący do polepszania zdolności dyspergowania. Przy wyborze stosowanego środka należy brać pod uwagę to, że dużą liczbę spośród nich stanowią produkty obce dla lakieru, które obok pożądanego działania dyspergującego wykazują także niektóre niepożądane właściwości, jak rozpuszczalność w wodzie, siłę emulgowania. Wiele z nich prowadzi również do ujemnych zjawisk ubocznych, jak utraty połysku gotowej powłoki oraz opóźnienia wysychania przy powstawaniu błonki lakierowej.

Stwierdzono, że w doskonały sposób polepsza się zdolność dyspergowania w środowiskach organicznych i wodnych nieorganicznych albo organicznych pigmentów i napelniaczy, jeżeli potraktuje się je aminoalkanolami o wzorze ogólnym 1 względnie 2, w których R₁ oznacza grupę alkilową o 6—22 atomach węgla, R₂ oznacza atom wodoru albo grupę metylową, jednak najwyżej jedna grupa metylowa może być na każde ugrupowanie alkilenowe, grupy R₃ i R₄ są jednakowe albo różne i oznaczają atom wodoru, grupę alkilową o 1—4 atomach węgla albo grupę oksyalkilową o 1—4 atomach węgla, x oznacza liczbę 2—6, a y liczbę 1, 2 albo 3, oraz ich solami, zwłaszcza z kwasami organicznymi,

poza tym ich produktami oksyalkilowania, zwłaszcza tlenkiem etylenu i/albo tlenkiem propylenu, jak również produktami czwartorzędowania ich.

Zamiast aminoalkanoli o jednolitej długości łańcucha z równie dobrym skutkiem stosuje się mieszaniny aminoalkanoli o różnych długościach łańcucha, a mianowicie posiadających 8—24 atomów węgla. Szczególne znaczenie mają mieszaniny o łańcuchach zawierających 16—18 atomów węgla, jakie wytwarza się przy stosowaniu jako substancji wyjściowej w dużej mierze nierozgałęzionych olefin o 16—18 atomach węgla za stojącym na końcu podwójnym wiązaniem.

Do wytwarzania aminoalkanoli stosowanych w sposobie i środku według wynalazku wychodzi się z olefin o 8—24 atomach węgla i znajdujących się na końcach podwójnych wiązaniach. Chodzi tu w pierwszym rzędzie o mieszaniny olefin, które wytwarza się na drodze aluminocchemicznej i, które zawierają nierozgałęzione łańcuchy alkilowe o 12—20 atomach węgla. Z tych mieszanin o dużym udziale znajdujących się na końcu olefin stosuje się znajdujące się w handlu frakcje o różnorodnych udziałach długości łańcuchów. Szczególne znaczenie ma tu frakcja o długościach łańcuchów 16—18 atomów węgla.

W celu wytworzenia produktów stosowanych w sposobie według wynalazku olefiny najpierw epoksyduje się znanymi metodami, np. kwasem nadoctowym.

Dla wytworzenia stosowanych w sposobie według wynalazku produktów o wzorze ogólnym 1 otrzymane związki epoksydowe poddaje się reakcji z amoniakiem w obecności wody, w podwyższonej temperaturze i samoczynnie zwiększonym ciśnieniem. Amoniak stosuje się w 5—20-krotnym, korzystnie w 10—15-krotnym nadmiarze molowym w odniesieniu do stosowanego epoksydu, natomiast wodę stosuje się w 1—20-krotnym, korzystnie 5—15-krotnym nadmiarze molowym, także w odniesieniu do epoksydu. Reakcję prowadzi się w autoklawie wyposażonym w mieszadło, w temperaturze 160—220°C, zwłaszcza 190—210°C, przy czym ciśnienie ustala się na około 40—150 at. Reakcję prowadzi się w ciągu 0,25—10 godzin, zwłaszcza 0,5—1 godziny. Mieszaninę reakcyjną przerabia się w ten sposób, że rozdziela się fazę produktu od fazy amoniak/woda i fazę produktu oczyszcza znanymi sposobami, np. przez destylację.

W celu wytworzenia stosowanych w sposobie aminoalkanoli o wzorze ogólnym 2 otrzymane związki epoksydowe poddaje się reakcji z dwu-, trój- albo czteroaminami o wzorze ogólnym 3, w którym R_2 , R_3 , R_4 , x oraz y mają wyżej podane znaczenie.

Jako odpowiednie do reakcji związki aminowe stosuje się przykładowo takie jak etylenodwuamina, 1,3-propylenodwuamina, sześciometylenodwuamina, N-metylo-1,2-propylenodwuamina, N,N-dwuetyloetylenodwuamina, N,N-dwumetylo-1,3-propylenodwuamina, N-propylosześciometylenodwuamina, N-etanoloeetylenodwuamina, N,N-dwuetylanoeetylenodwuamina, dwuetylenotrójamina, dwu-1,3-propylenotrójamina, dwu-1,2-propylenotrójamina, dwusześciometylenotrójamina, N,N-dwu-

metylodwuetylenotrójamina oraz N-etylo-dwu-1,3-propylenotrójamina i trójetylenoczteroamina.

Aminy stosuje się w 1,0—15-krotnej ilości molowej w stosunku do związku epoksydowego i, jeżeli w temperaturze pokojowej są one ciekłe, można je stosować jednocześnie jako rozpuszczalnik. Ewentualnie dodatkowo stosuje się dalszy, katalitycznie czynny rozpuszczalnik, zwłaszcza wodę, etanol albo glicerynę. Reakcję prowadzi się w temperaturze 100—230°C, przykładowo w temperaturze wrzenia pod chłodnicą zwrotną stosowanej aminy albo stosowanego rozpuszczalnika. Jeżeli temperatura wrzenia dwu- albo trójaminy znajduje się poniżej temperatury potrzebnej do reakcji albo jeżeli należy stosować niżej wrzący katalizator, to reakcję prowadzi się w autoklawie w temperaturze 150—230°C, pod ciśnieniem.

Według korzystnego rozwiązania reakcję z aminami, w których grupy R_3 i R_4 nie oznaczają atomów wodoru, prowadzi się także bez ciśnienia, jeżeli ich temperatura wrzenia znajduje się poniżej pożądanej temperatury reakcji. Wówczas związek epoksydowy zadaje się 0,1—0,5 mola gliceryny albo glikolu, licząc na związek epoksydowy, doprowadza do temperatury reakcji 150—220°C i niżej wrzącą dwuaminę w 1,0—1,5-krotnej ilości molowej w stosunku do związku epoksydowego, dodaje się powoli tak, że temperatura opada nie więcej niż 10—20°C poniżej początkowo ustalonej temperatury reakcji. Następnie mieszaninę reakcyjną miesza się jeszcze przez 1—2 godziny w temperaturze wrzenia pod chłodnicą zwrotną. Po zakończeniu reakcji katalizator wymywa się wodą albo oddestylowuje. Czas prowadzenia reakcji może zmieniać się w szerokim zakresie i wynosi około 1—50, zwłaszcza 1—5 godzin. Mieszaninę reakcyjną przerabia się znanymi metodami, na przykład przez destylację.

Stosowane w sposobie według wynalazku sole aminoalkanoli z alifatycznymi kwasami karboksylowymi o 2—24 atomach węgla, na przykład takimi jak kwas octowy, masłowy, kapronowy, laurynowy, palmitynowy, behenowy, mirystoleinowy, olejowy, kwasy tłuszczowe oleju sojowego, kwas linolowy i kwas mlekowy, wytwarza się łatwymi metodami. Korzystne są zwłaszcza sole kwasu masłowego, kapronowego i kwasów tłuszczowych oleju sojowego.

Stosowane w sposobie według wynalazku produkty oksyalkilowania aminoalkanoli wytwarza się znanymi metodami drogą przyłączenia tlenków alkilenowych w obecności alkalicznych katalizatorów. W pierwszym rzędzie chodzi tu o przyłączenie tlenku etylenu i/albo 1,2-tlenku propylenu, zwłaszcza jednak tlenku etylenu. Stopień oksyalkilowania może zmieniać się w szerokim zakresie i wynosi na przykład w przypadku tlenku etylenu 2—50, zwłaszcza 5—35 moli tlenku etylenu na mol aminoalkanolu.

Stosowane w sposobie według wynalazku produkty czwartorzędowania aminoalkanoli wytwarza się w znany sposób drogą reakcji sąsiednich hydroksyamin, np. z chlorkiem benzylu, bromkiem etylu, chlorkiem metylu i siarczanem dwumetylowym.

W sposobie i środku według wynalazku do traktowania nieorganicznych albo organicznych pig-

mentów i napelniaczy w celu zwiększenia zdolności dyspersji ich w organicznych albo wodnych środowiskach stosuje się aminoalkanoły, ich sole, produkty oksyalkilowania albo produkty czwartorzędowania w ilości 0,1—5, zwłaszcza 0,2—2% wagowych, w stosunku do pokrywanego pigmentu względnie napelniacza. Na podstawie przeprowadzonego pokrycia ilość ta jest także ilością, którą nanosi się na pigment względnie napelniacz.

Jako substraty stosuje się przeważnie nieorganiczne pigmenty i napelniacze. Sposobem według wynalazku szczególnie dobre wyniki uzyskuje się w przypadku pigmentów takich jak dwutlenek tytanu i tlenek żelaza. Pokrywanie stosowanymi w sposobie według wynalazku aminoalkanolami, ich solami, produktami oksyalkilowania oraz produktami czwartorzędowania prowadzi się zarówno w ramach wytwarzania pigmentu, na przykład w procesie mielenia za pomocą młynów kulowych, dezintegratorów albo strumieniowych młynów parowych w ciekłej suspensji pigmentu, przez traktowanie wilgotnego płacka filtracyjnego pigmentu, jak również na już gotowy pigment względnie napelniacz. Przy tym nie ma tu żadnego znaczenia, czy pigmenty zostały poddane już nieorganicznej obróbce końcowej, co często ma miejsce na przykład w przypadku dwutlenku tytanu przez osadzenie tlenku glinu i/ albo dwutlenku krzemu.

Środki do traktowania nieorganicznych albo organicznych pigmentów i napelniaczy zawierające aminoalkanoły, ich sole albo produkty oksyalkilowania oraz produkty czwartorzędowania stosuje się bezpośrednio jako takie, jako wodne suspensje, ewentualnie z dodatkiem odpowiednich środków powierzchniowo czynnych, albo także w postaci roztworu w rozpuszczalnikach organicznych. Przy stosowaniu środków powierzchniowo czynnych do wytwarzania wodnych suspensji stosowanych w sposobie według wynalazku aminoalkanoli oraz ich pochodnych należy zwrócić szczególną uwagę na to, aby stosowane środki powierzchniowo czynne nie wywierały ujemnego wpływu na właściwości materiałów lakierowych oraz utworzonych zeń warstewek lakierowych.

Poniższe przykłady powinny bliżej objaśnić przedmiot wynalazku, nie ograniczając go w żaden sposób.

Przykład I. Jako pigment do pokrycia użyto wytworzony metodą siarczanową, poddany nieorganicznej obróbce końcowej przez osadzenie tlenku glinu, dwutlenek tytanu odmiany rutil (produkt handlowy „Bayertitan R-U-2”).

Do organicznego pokrycia zastosowano mieszaninę sąsiednich, pochodzących od nierozgałęzionych olefin ze znajdującym się na końcu podwójnym wiązaniem, hydroksyamin o łańcuchach alkilowych zawierających 16—18 atomów węgla, którą wytworzono w następujący sposób:

W autoklawie umieszczono 104 kg (0,376 kmola) epoksydowej mieszaniny nierozgałęzionych olefin o 16—18 atomach węgla i podwójnym wiązaniu przy węglu α, 9,4 kg (0,522 kmola) wody oraz 6,4 kg (0,206 kmola) metyloaminy. Podczas mieszania ogrzano całość do temperatury 220°C, przy czym ciśnienie wzrosło do 22 atm. W tych warunkach

utrzymywano mieszaninę reakcyjną przez 5 godzin, po czym oziębiono do temperatury 80°C, a następnie odciągnięto fazę wodną i odrzucono ją. Hydroksyaminę wysuszono pod zmniejszonym ciśnieniem i uwolniono od przedgonu pod ciśnieniem 0,2 tora aż do uzyskania temperatury cieczy w kolbie destylacyjnej 240°C. Wydajność: 14,4 kg przedgonu i 82,5 kg produktu, to jest 85% wydajności teoretycznej, o liczbie acetylowej 107.

Do pokrycia dwutlenku tytanu zastosowano roztwór 0,8 g otrzymanej hydroksyaminy w mieszaninie złożonej z 20 g etanolu i 180 g benzyny lekkiej o temperaturze wrzenia 60—95°C. 100 g dwutlenku tytanu mieszano intensywnie przez 30 minut z 200 g roztworu, a następnie oddestylowano rozpuszczalnik w temperaturze około 80°C pod ciśnieniem zmniejszonym przy użyciu strumieniowej pompy wodnej.

Pokryty w ten sposób pigment zbadano według poniższej metody, przy czym dla porównania użyto również niepokryty dwutlenek tytanu.

Mieszanki a) i b) przedstawione w tablicy 1 umieszczono w szerokoszyjnych kolbach o pojemności 250 ml, zawierających po 75 g perełek szklanych o średnicy 3 mm i dyspersowano je przez 60 minut na wytrząsarce tzw. Paint Conditioner, Typ 5100, firmy Red Devil/USA.

Tablica 1

Skład dyspersji względnie lakieru	a	b (ślepa próba)
Dwutlenek tytanu	18,126 g	18,000 g
Ilość materiału naniesionego, w % w stosunku do pigmentu	0,7	nic
Schnąca na powietrzu żywica alkidowa, zawierająca 48% oleju, jako 55% roztwór w mieszaninie ksylenu/benzyna lakowa (produkt handlowy)		
Alkydal F 48 (firmy Bayer)	24,0 g	24,0 g
Benzyna lakowa	10,0 g	10,0 g
Ksylene	1,4 g	1,4 g

W celu otrzymania gotowych lakierów każdy z powyższych zestawów zmieszano z 80 g mieszaniny o następującym składzie:

72,0 g żywicy alkidowej, jak w tablicy 1

2,0 g benzyny lakowej

1,4 g ksylenu

1,0 g oleju silikonowego (1% w ksylenie — typ AK 35 firmy Wacker)

1,46 g 1-etylopentanokarboksylanu-1 ołowiu (24% Pb)

0,46 g 1-etylopentanokarboksylanu-1 kobaltu (6% Co)

0,28 g 1-etylopentanokarboksylanu-1 manganu (6% Mn)

1,4 g metyloetyloketoksy (55% w benzynie lakowej)

80,0 g

Tak otrzymane lakiery zadano 14,2 g zdyspergowanej czarnej pasty o poniższym składzie i zhomogenizowano.

18 g sadzy (Sadza płomieniowa 101. Degussa — tzw. Lamp Black)

180 g żywicy alkidowej, jak w tablicy 1

60 g benzyny lakowej

26 g ksylenu.

Podbarwione lakiery rozprowadzono na płytkach szklanych na grubość 100 μm za pomocą linii do przeciągania i po wyschnięciu oznaczono wartość reemisji na urządzeniu pomiarowym do farb PM Q II firmy Zeiss przy 420 nm. Większa wartość reemisji jest równoznaczna z większą możliwością rozjaśniania, co uwarunkowane jest lepszym zdyspergowaniem białego pigmentu. Dla porównania zastosowano dwutlenek tytanu pokryty 0,7% aminy kwasów tłuszczowych oleju koksowego o liczbie acetylowej 285 — próba c.

Uzyskane wartości reemisji przedstawione są w tablicy 2

Tablica 2

La- kier	Pokrycie	Wartość reemisji przy 420 nm
a	0,8% hydroksyaminy	31,6
b	bież (ślepa próba)	30,8
c	0,7% aminy kwasów tłuszczowych oleju koksowego (próba porównawcza)	31,0

Z otrzymanych wartości wynika, że pokrycie pigmentu 0,8% hydroksyaminy, czyli zgodnie z wynalazkiem, wywołuje poważny wzrost luminancji i w związku z tym zdyspergowania, natomiast przyjęta dla porównania amina kwasów tłuszczowych oleju koksowego wykazywała tylko nieznaczną skuteczność.

Przykład II. 64,7 g (0,616 kmola) dwuetanoloaminy ogrzano przy mieszaniu w strumieniu azotu do temperatury 150°C, a następnie w ciągu 1 godziny dodano 135,3 kg (0,474 kmola) epoksydowanej mieszaniny nierozgałęzionych olefin o 16—18 atomach węgla i podwójnym wiązaniu znajdującym się przy węglu α , po czym mieszano w temperaturze 150°C przez 4 godziny. Po oddestylowaniu przedgonu w ilości 23,9 kg otrzymano produkt końcowy w ilości 168,5 kg, co odpowiada 91,1% wydajności teoretycznej, o liczbie acetylowej 154.

Odpowiednio do danych przykładu I dwutlenek tytanu odmiany rutyl pokryty 0,7% wagowego otrzymanej hydroksyaminy, po czym zbadano.

Wartość reemisji przy 420 μm wynosiła 31,7, a w przypadku ślepej próby 30,8.

Przykład III. W autoklawie umieszczono 35 kg (66 kmoli) hydroksyaminy wytworzonej sposobem według przykładu I, 4,7 kg wody oraz 7,1 kg izopropanolu. Całość ogrzano do temperatury 110°C i przy mieszaniu podniesiono chlorkiem metylu ciśnienie do 5 atm. Po upływie 6 godzin przy ciśnieniu 5 atm i temperaturze 110°C liczba ami-

nowa spadła ze 106 na 1,2. Po rozprężeniu i ochłodzeniu odciągnięto mieszaninę rozpuszczalników w temperaturze 100°C, pod zmniejszonym ciśnieniem.

5 Analogicznie do danych przykładu I dwutlenek tytanu odmiany rutyl pokryty 0,7% wagowego otrzymanego produktu czwartorzędowania i zbadano. Pigment pokryty dał wartość reemisji 31,4 przy 420 μm , a ślepa próba 30,8.

10 Przykład IV. 283 g (1 mol) wytworzonej sposobem według przykładu I hydroksyaminy zobojętniono 278 g (1 mol) wytworzonego z oleju sojowego kwasu tłuszczowego o liczbie kwasowej 202, a liczbie jodowej 140.

15 Odpowiednio do danych przykładu I dwutlenek tytanu odmiany rutyl pokryty 0,5% wagowego otrzymanej soli kwasu tłuszczowego i hydroksyaminy, po czym zbadano.

Pokryty pigment dał wartość reemisji 31,4 przy 420 μm , natomiast ślepa próba 30,8.

20 Przykład V. 283 g (1 mol) wytworzonej według przykładu I hydroksyaminy zadano 2,4 g 30% metanolowego roztworu metanolanu sodowego, ogrzano do temperatury 100°C i przez krótki czas usunięto metanol pod zmniejszonym ciśnieniem. Następnie dodano 220 g (5 moli) tlenu etylenu i przez 3 godziny ogrzewano w temperaturze 158°C, przy czym ciśnienie końcowe wynosiło około 4 atm. Wydajność wynosiła 490 g.

30 Ten produkt oksyetylowania hydroksyaminy odpowiednio do danych przykładu I naniesiono w ilości 1% wagowej na handlową, lekko niebieskawą czerwień żelazową typu 120 F, firmy Bayer AG.

Sprawdzenie zdolności dyspergowania przeprowadzono w następujący sposób:

a) Przygotowanie barwnej pasty.

W zlewce o pojemności 250 ml o średnicy 6 cm, a wysokości 11 cm odważono 100 g wodnego roztworu 1% hydroksyetylocelulozy (Natrosol 250 HR, firmy Hercules), dodano 60 g pokrytego pigmentu i wymieszano ręcznie za pomocą bagietki.

40 Zdyspergowanie przeprowadzono za pomocą osadzonego na wałku kółka zębatego o średnicy 4 cm, które zanurzono w paście pigmentowej centralnie na odległość około 1 cm od dna zlewki. Dyspergowanie trwało 5 minut przy szybkości 1200 o/minutę.

b) Przygotowanie farby dyspersyjnej.

Mieszaninę złożoną z

45 g wody

50 45 g metylohydroksypropylocelulozy, 2% w wodzie, typ Culminal PK 82, Henkel

8 g sześciometafosforanu sodowego, 10% w wodzie

140 g dwutlenku tytanu, typ RN 56, Kronos

Titangesellschaft, Leverkusen

12 g kalcytu, typ BLP2, Omya, Köln

18 g mikrotalku, typ At ekstra, Norwegian Talc

320 g szpatu ciężkiego, typ EWO 423, normal,

R Alberti, Bad Lauterberg

60 1 g środka konserwującego, Dehygant B, Henkel

3 g środka przeciw pienieniu, Dehydran C, Henkel

65 12 g octanu eteru jednoetylowego glikolu etylowego zdyspergowano przez 20 minut za pomocą

mieszadła szybkoobrotowego typ Dissolver przy szybkości obrotów około 5000 o/minutę, a następnie wprowadzono

350 g wodnej dyspersji tworzywa sztucznego — 55% dyspersja kopolimeru octanu winylu Mowilith DM 5, Hoechst.

45 g roztworu metylohydroksypropylocelulozy — jak wyżej.

c) Podbarwienie

100 g farby dyspersyjnej b) i 10 g barwnej pasty a) umieszczono w zlewce z tworzywa sztucznego o pojemności 250 ml i wymieszano ręcznie za pomocą bagietki szklanej. Podbarwioną pastę rozprowadzono na płytce szklanej za pomocą skrzynki przesuwnej o wysokości szczeliny 150 μ m i szerokości 6 cm.

W taki sam sposób postępowano z nietraktowaną czerwień żelazową.

Po wyschnięciu błonek oznaczono ich wartość reemisji za pomocą urządzenia pomiarowego do farb PMQ II firmy C. Zeiss, przy 420 nm. Niższa wartość reemisji jest równoznaczna z większą możliwością barwienia barwnej pasty. Uzyskano następujące wartości reemisji:

pokryta czerwień żelazowa	— 22,3
niepokryta czerwień żelazowa	— 23,8.

Przykład VI. Odpowiednio do danych przykładu V wytworzoną sposobem według przykładu I hydroksyaminę poddano reakcji z 35 molami tlenu etylenu na mol hydroksyaminy.

Tak otrzymany produkt oksyetylowania hydroksyaminy odpowiednio do danych przykładu I naniesiono w ilości 1,2% wagowego na handlową, lekko niebieskawą czerwień żelazową typu 120, firmy Bayer AG. Badanie zdolności dyspergowania przeprowadzono w farbie dyspersyjnej w sposób podany w przykładzie V. Po wyschnięciu błonek zmierzono wartość reemisji przy 420 μ m i uzyskano dla czerwieni pokrytej wartość 22,1 a dla czerwieni niepokrytej 23,8.

Przykład VII. W autoklawie umieszczono 14,9 kg wody, 14,1 kg ciekłego amoniaku i 15,7 kg epoksydowanej mieszaniny nierozgałęzionych olefin o 16—18 atomach węgla i podwójnym wiązaniu znajdującym się przy węglu α . Podczas mieszania ogrzano całość do temperatury 200°C i w tej temperaturze utrzymywano przez 2 godziny. Po oziębieniu do temperatury 50°C odciągnięto i odrzucono fazę wodną, a fazę aminową wysuszono w temperaturze 150°C pod ciśnieniem 1 tora.

Odpowiednio do danych przykładu I dwutlenek tytanu odmiany rutil pokryto 0,7% wagowego otrzymanej hydroksyaminy, po czym zbadano.

Wartość reemisji wynosiła przy 420 μ m 31,5, podczas gdy ślepa próba wykazała wartość 30,8.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób dyspergowania pigmentów i napełniania czy przez pokrywanie ich aminoalkanolami, ich solami, produktami oksyalkilowania oraz czwartorzędowania, w celu zwiększenia ich zdolności dyspergowania w organicznych i wodnych środowiskach, **znamienny tym**, że traktuje się je aminoalkanolami albo ich mieszaniną o wzorze ogólnym 1, względnie 2, w których R_1 oznacza grupę alkilową o 6—22 atomach węgla, R_2 oznacza atom wodoru albo grupę metylową, przy czym na grupę alkilenową może być najwyżej jedna grupa metylowa, grupy R_3 i R_4 są jednakowe albo różne i oznaczają atom wodoru, grupę alkilową o 1—4 atomach węgla albo grupę oksyalkilową o 1—4 atomach węgla, X oznacza liczbę 2—6, a Y liczbę 1, 2 albo 3, oraz ich solami zwłaszcza z organicznymi kwasami, poza tym produktami ich oksyalkilowania zwłaszcza tlenkiem etylenu i/albo tlenkiem propylenu, jak również produktami czwartorzędowania w ilościach 0,1—5 procent wagowych, korzystnie 0,2—2 procent wagowych w stosunku do traktowanego pigmentu albo napełniacza, w postaci wodnych suspencji, ewentualnie z dodatkiem środków powierzchniowo-czynnych albo także w postaci roztworu w rozpuszczalnikach organicznych.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosuje się aminoalkanole w postaci mieszanin o różnych długościach łańcucha o 8—24 atomach węgla.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosuje się aminoalkanole w postaci mieszanin o nierozgałęzionych łańcuchach o 16—18 atomach węgla.

4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako sole mieszanin aminoalkanoli stosuje się pochodne alifatycznych kwasów karboksylowych o 2—24 atomach węgla.

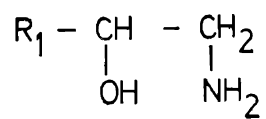
5. Sposób według zastrz. 4, **znamienny tym**, że stosuje się sole kwasu masłowego, kapronowego i kwasów tłuszczowych oleju sojowego.

6. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako produkty oksyalkilowania mieszanin aminoalkanoli stosuje się produkty przyłączenia tlenu etylenu o stopniu oksyalkilowania 2—50, korzystnie 5—35 moli tlenu etylenu na mol aminoalkanoli.

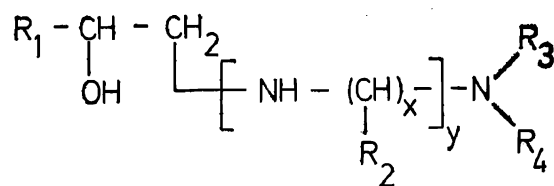
7. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako produkty czwartorzędowania mieszanin aminoalkanoli stosuje się związki powstające w wyniku reakcji mieszanin aminoalkanoli z chlorkiem benzylu, bromkiem etylu, chlorkiem metylu albo z siarczanem dwumetylu.

8. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako pigment stosuje się dwutlenek tytanu.

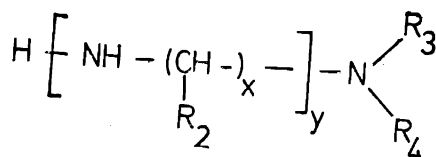
9. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako pigment stosuje się tlenek żelaza.



WZÓR 1



WZÓR 2



WZÓR 3