



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

251118

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 09 B 67/12

(22) Přihlášeno 21 06 85
(21) PV 4544-85

(40) Zveřejněno 16 10 86

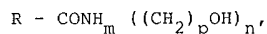
(45) Vydáno 15 04 88

(75)
Autor vynálezu

NEČAS MIROSLAV ing. CSc., PARDUBICE (ČSSR), SMRČEK VLADIMÍR ALEXEJEVIČ,
MOSKVA (SSSR), RAKUŠAN JAN ing. CSc., PŘELOUČ (ČSSR),
ARISTOV BORIS GRIGORJEVIČ, MOSKVA (SSSR), VENCL JOSEF ing. CSc.,
PARDUBICE (ČSSR), GRECHOVA NATALIA GERGIEVNA, MOSKVA (SSSR),
ZELENKA IVAN ing., BOHDANEČ (ČSSR), GORENKO VALENTINA NIKOLAJEVNA,
MOSKVA (SSSR)

(54) Pigmentový přípravek pro polygrafii

Pigmentový přípravek pro polygrafii
o velikosti částic 0,01 až 0,1 mikrometrů
obsahuje vztaženo na hmotnost ftalocyaninu
mědi 4 až 40 % sloučeniny nebo směsi slou-
čenin obecného vzorce



kde R je nasycený nebo nenasycený, lineár-
ní nebo rozvětvený alifatický zbytek
o počtu atomů uhlíku 12 až 24, m je 0 nebo
1, n je 1 nebo 2, přičemž $m + n = 2$ a p
je 2 až 4.

Vynález se týká pigmentového přípravku na bázi ftalocyaninu mědi vhodného pro polygrafii.

Bezrozpouštědlovým kontinuálním způsobem se ftalocyanin mědi vyrábí průmyslově reakcí močoviny, ftalanhydridu a chloridu měďného za zvýšené teploty a za katalického působení molybdenanu amonného například podle čs. AO 177 268, 210 288 atd. Produktem této výroby je surový ftalocyanin mědi v beta formě s krystaly o velikosti až 100 μm . Z nepigmentové formy se musí vyrobit produkt, vyhovující požadavkům na příslušné aplikační vlastnosti. Při zpracování ftalocyaninu mědi na formu vhodnou pro polygrafii (ofset, hlubotisk) musí být nejprve částice surového ftalocyaninu mědi zmenšeny na optimální velikost.

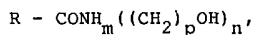
Tuto tzv. mikronizaci lze provádět mletím, například ve vodných suspenzích (US pat. 2 816 115, 2 999 862) popřípadě za přítomnosti povrchově aktivních látek (US pat. 3 775 149) nebo se pro zmenšení částic ftalocyaninu mědi použije hnětáků (US pat. 2 982 666) popřípadě s využitím práškovité dispergační směsi (čs. AO 2 387 764).

Nejlepší koloristické vlastnosti mají ftalocyaninové pigmenty o střední velikosti částic asi 0,05 μm . Takový pigment je ovšem z termodynamického hlediska nestabilní. Částice mají vysoké hodnoty volné povrchové energie, a proto mají tendenci snižovat tyto hodnoty tvorbou agregátů (J. Oil.Col. Chem. Assoc. 52, 289 (1969)). Přítomnost agregátů má za následek zhoršenou dispergovatelnost pigmentu v aplikačních systémech. Částice o optimální velikosti se musí proto stabilizovat, tj. zabránit tvorbě agregátů, což se provádí úpravou částic různými pomocnými látkami, například sloučeninami na bázi kyseliny abietové (V. Brit. pat. 900 757, 978 242, 1 100 103, Jap. pat. 5 154 620), solemi alifatických kyselin (US pat. 2 305 379), alifatickými aminy (Jap. pat. 45 20 991, 4 632 343) atd.

Dosavadní způsoby mikronizace a úpravy ftalocyaninu mědi neposkytují přípravky požadovaných parametrů. Tak například se při zpracování ftalocyaninu mědi nedaří odstranit odstínovou odchylku (produkt je zelenější než standard), která se u produktu získaného bezrozpouštědlovým kontinuálním způsobem často vyskytuje. S využitím známých pomocných látek se buď nepodaří dostatečně potlačit tvorbu sekundárních částic a tím se nevyužije vybarvovací vlastnost pigmentu, nebo výsledný produkt není oleofilní a v aplikačním prostředí se špatně smáčí.

Výzkumem bylo nyní zjištěno, že ftalocyaninu mědi vyrobeného kontinuálním bezrozpouštědlovým způsobem, lze postupem podle tohoto vynálezu vyrobit pigmentový přípravek, který nemá výše uvedené nedostatky a svými vlastnostmi vyhovuje požadavkům kladeným na modrou pigmentovou preparaci určenou pro výrobu ofsetových a hlubotiskových barev.

Pigmentový přípravek pro polygrafii o velikosti částic 0,01 až 0,1 mikrometrů připravitelný plastickým mletím ftalocyaninu mědi beta modifikace s práškovou dispergační směsí obsahující anorganickou sůl a organickou kapalinu, spočívá podle vynálezu v tom, že vztaženo na hmotnost ftalocyaninu mědi obsahuje 4 až 40 % hm. sloučeniny nebo směsí sloučenin obecného vzorce



kde R je nasycený nebo nenasycený, lineární nebo rozvětvený alifatický zbytek o počtu atomů uhlíku 12 až 24,

m je 0 nebo 1,

n je 1 nebo 2,

přičemž $m + n = 2$ a p je 2 až 4.

Pro výrobu pigmentového přípravku podle tohoto vynálezu se jako surovina používá ftalocyanin mědi vyrobený bezrozpouštědlovým kontinuálním způsobem například podle čs. AO 177 268, 210 288. Surový ftalocyanin mědi se mikronizuje mletím s práškovitou dispergační směsí v lopatkovém hnětači při zvýšené teplotě například 45 až 85 °C. Používaná prášková dispergační směs obsahuje 60 až 95 % hm. anorganické soli, nejčastěji chloridu sodného, o velikosti částic 3 až 40 μm, a 5 až 40 % hm. organické kapaliny, nejčastěji polyetylen-glykolu.

Tuto směs je možno s výhodou vyrobit například podle čs. AO 238 764. Při zvýšené teplotě probíhá ve hnětači mikronizace ftalocyaninu mědi v plastickém stavu a tedy působením vysokých střížných sil. Částice ftalocyaninu mědi o velikosti 0,01 až 0,1 mikrometru se podle vynálezu upraví sloučeninu uvedeného vzorce, nebo může být použita směs těchto sloučenin a to se stejným účinkem.

Pomocné látky se aplikují buď přímo při mikronizaci ftalocyaninu mědi ve hnětači, nebo až po ukončeném plastickém mletí. Sloučeniny dříve uvedeného vzorce se mohou do hnětače dávkovat ve formě taveniny, po mikronizaci a rozplavení hnětané směsi ve vodě se mohou částice pigmentu upravovat roztokem sloučenin v organickém rozpouštědle, například v etanolu, kyselině octové atd., nebo vodnou emulzí příslušných pomocných látek.

Jestliže se částice ftalocyaninu mědi upravují v suspenzi je vhodné po aplikaci roztoku nebo emulze sloučenin uvedeného vzorce směs po určitou dobu zahřívát na teplotu například 45 až 95 °C, čímž se pomocné látky na povrchu částic zafixují a produkt se pak dobře separuje. Upravený ftalocyaninový pigment se pak usuší na vhodném typu sušárny. Pomocné látky aplikované podle tohoto vynálezu, zabráňují agregaci částic ftalocyaninového pigmentu po mikronizaci a nemají negativní vliv na koloristické vlastnosti výsledného přípravku.

Pigmentový přípravek vyrobený postupem podle vynálezu se velmi dobře disperguje v systémech používaných při výrobě hlubotiskových a ofsetových barev. Zamezení agregace částic po mikronizaci vede k optimálnímu využití barvicí schopnosti ftalocyaninových pigmentů. Pigmentový přípravek se dobře smáčí v aplikačních prostředcích. Odstínová odchylka změřená u výsledných nátisků je v toleranci podle evropské barevné škály.

Pigmentový přípravek podle vynálezu je ilustrativně charakterizován v následujících příkladech.

P ř í k l a d 1

Do lopatkového hnětače bylo předloženo 0,12 kg ftalocyaninu mědi vyrobeného kontinuálním způsobem podle čs. AO 210 288, obsah ftalocyaninu mědi byl 98,4 % hm., a 0,50 kg práškové dispergační směsi obsahující 75 % hm. chloridu sodného o střední velikosti částic 4 až 6 mikrometrů a 35 % hm. polyetylen-glykolu o střední molekulové hmotnosti 600. Směs byla hnětena při teplotě 75 °C po dobu 5 hodin, pak bylo do hnětače přidáno 0,041 kg směsi dietanolamidu kyseliny palmitové a dietanolamidu kyseliny olejové v poměru 1 : 1 a hněteno dále 1 hodinu při 85 °C. Upravený ftalocyaninový pigment byl za horka zfiltrován a promyt do negativní reakce na chloridové ionty ve filtrátu. Produkt byl usušen při 90 °C.

Získaný pigmentový přípravek je vhodný pro výrobu hlubotiskových a ofsetových barev, přičemž se v příslušných systémech velmi dobře disperguje a to bez použití energeticky náročných dispergačních zařízení. Stanovená odstínová odchylka byla $E = 1,8$ (podle metody CIE 1964), podle evropské škály je pro modrý pigment povoleno max. $\Delta E = 3,0$. Odstínová odchylka stanovená u přípravku vyrobeného ze stejné suroviny známými postupy byla $\Delta E = 5,3$.

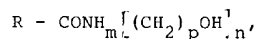
P ř í k l a d 2

V hnětači byl způsobem popsaným v příkladu 1 mikronizován ftalocyanin mědi po dobu 6 hodin. Směs pak byla rozplavena ve vodě a zahřáta na 80 °C. Za míchání byla do suspenze připuštěna emulze 0,048 kg dietanolamidu živočišných kyselin v 1 litru vody. Směs byla míchána při teplotě 80 °C po dobu 1 hodiny a pak zpracována postupem uvedeným v příkladu 1.

Pigmentový přípravek se dobře disperguje v toluenu a pojivu při výrobě hlubotiskové barvy. Dispergační tvrdost stanovená z hlubotiskových zkušebních nátisků, byla $D_H = 12$, dispergační tvrdost přípravku vyrobeného známými postupy byla $D_H = 50$. Odstínová odchylka $\Delta E = 1,6$. Přípravek je tedy vhodný pro pigmentace ofsetových i hlubotiskových barev.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Pigmentový přípravek pro polygrafii o velikosti částic 0,01 až 0,1 mikrometrů připravitelný plastickým mletím ftalocyaninu mědi beta modifikace s práškovou dispergační směsí obsahující anorganickou sůl a organickou kapalinu, vyznačený tím, vztaženo na hmotnost ftalocyaninu mědi obsahuje 4 až 40 % sloučeniny nebo směsi sloučenin obecného vzorce



kde R je nasycený nebo nenasycený, lineární nebo rozvětvený alifatický zbytek o počtu atomů uhlíku 12 až 24, m je 0 nebo 1, n je 1 nebo 2, přičemž $m + n = 2$ a p je 2 až 4.