DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

PATENTSCHRIFT

(12) **Wirtschaftspatent**

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **243 037 A1**

4(51) **C 09 D 11/16**

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP C 09 D / 283 419 4	(22)	29.11.85	(44)	18.02.87

(71) VEB Robotron Büromaschinenwerk Sömmerda, 5230 Sömmerda, Weißenseer Straße 52, DD
(72) Tonk, Walter, Dipl.-Chem., DD

(54) Verfahren zum Reinigen von Farbstoff

(57) Bei der Erfindung handelt es sich um ein Verfahren zum Reinigen von Farbstoff, der in Tinten für den Tintenstrahldruck Verwendung findet. Die Aufgabe war es, technischen Farbstoff durch chemische und physikalische Verfahrensschritte zu entsalzen. Das Reinigungsverfahren wird in zwei Etappen durchgeführt. In der ersten Etappe wird der Farbstoff aus der wäßrigen Lösung durch Zuführung von verdünnter Schwefelsäure gefällt und abgefiltert. In der zweiten Etappe werden die noch vorhandenen metallischen Salze im alkalischen Bereich herausgefällt, wobei der Farbstoff gelöst bleibt, und die Salze herausgefiltert werden.

ISSN 0433-6461

3 Seiten

Patentansprüche:

1. Verfahren zum Reinigen von Farbstoff, der in Tinten für den Tintenstrahldruck Verwendung findet, **gekennzeichnet dadurch,** daß das Reinigungsverfahren in zwei Etappen abläuft, wobei
   — in der ersten Etappe der Farbstoff ausgefällt wird,
      · indem eine definierte Menge Farbstoff in Wasser gelöst und von dieser
      · Lösung der Salzgehalt gemessen wird und anschließend
      · der Lösung solange verdünnte Schwefeläusre zugesetzt wird, bis sich ein *p*H-Wert zwischen 4 und 5 eingestellt hat, und danach
      · aus der Lösung der körnig ausgefällte Farbstoff gefiltert wird
      · und nachfolgend durch eine salzsaure NaCl-Lösung aufgenommen und mehrmals darin gewaschen bzw.
      · mit verschiedenen Fällungsmitteln behandelt wird;
   — in der zweiten Etappe die Salze ausgefällt werden
      · indem der vorgereinigte Farbstoff in einem Gemisch von Wasser, Natriumhydroxid, Natriumcarbonat und Triethanolamin aufgelöst wird, bis sich ein *p*H-Wert von 9 eingestellt hat und über eine G4 Fritte abgezogen wird
      · und anschließend die ausgefällten Salze abgefiltert werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch,** daß die beiden Reinigungsetappen solange wiederholt werden, bis der für den Tintenstrahldruck benötigte Reinheitsgrad der Tinte erreicht ist.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung kann zur Reinigung von Farbstoffen, die zur Herstellung von Tinten für Tintenstrahldrucker Verwendung finden, benutzt werden.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Das Reinigen der Farbstoffe kann auf verschiedene Arten erfolgen. Eine Möglichkeit ist das Ultrafiltrationsverfahren, bei dem kolloide Stoffe von molekulardispersen Stoffen mit Hilfe von Membranfil tern getrennt werden können.
Nachteilig ist die aufwendige Filterreinigung. Der Filterungsprozeß läuft langsam ab, und darünber hinaus liegt keine gezielte Entsalzung vor. Es kann nur festgestellt werden werden, daß hauptsächlich Natriumsulfat und Natriumchlorid entfernt werden.
Eine weitere Reinigungsvariante ist die, bei der ein Chelatbildner verwendet wird. Die Lösung wird mit dem Chelatbildner gewaschen und danach das Chelat mit einem Filter wieder entfernt. Das Chelat kann der Tinte aber auch direkt zugesezt werden.
Nachteilig ist, daß die Tinte zusätzlich mit Fremdstoffen belastet wird, und außerdem werden mit diesem Verfahren nicht alle Metallsalze erfaßt. Mit einem Ionenaustauscher kann der Farbstoff ebenfalls gereinigt werden. Dazu wird der gelöste Farbstoff durch eine Austauschersäure geschickt. Dieses Verfahren ist jedoch aufwendig und damit teuer und muß wiederholt werden, bis der Farbstoff entsprechend gereinigt ist.
In der DE-OS 2930491 wird ein Verfahren zum Erzeugen fremdsalzfreier Tinten vorgestellt. Hier wird der Farbstoff mit Hilfe von speziellen organischen Aminen aus der Lösung gefällt und anschließend filtriert. Danach sind noch einige Verfahrensschritte auszuführen, die durch die Verwendung der Amine notwendig sind.
Dieses Verfahren ist technisch sehr aufwendig und kommt für eine großtechnische Produktion nicht in Frage. Sowohl von den verwendeten organischen Lösungsmitteln als auch von der benötigten Energiemenge her, ist diese Variante nicht kostengünstig zu gestalten.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, ein kostengünstiges Reinigungsverfahren für Farbstoffe zu schaffen, das einen hohen Effektivitätsgrad aufweist.

Wesen der Erfindung

Technische Aufgabe
Aufgabe der Erfindung ist es, technischen Farbstoff durch chemische und physikalische Verfahrensschritte für den Tintenstrahldruck durch Entsalzen brauchbar zu machen.
Merkmale der Erfindung
Erfindungsgemäß wurde die Aufgabe dadurch gelöst, indem das Reinigungsverfahren zweistufig ausgeführt wird, wobei in der ersten Stufe der Farbstoff durch Zugabe von verdünnter Schwefelsäure ausgefällt, und der ausgefällte Farbstoff anschließend herausgefiltert wird. Die gelösten Salze bleiben in der Lösung zurück. Der in salzsaurer Natriumchlorid-Lösung aufgenommene Farbstoff wird darin gewaschen.
In der zweiten Stufe wird der vorgereinigte Farbstoff in einem Gemisch von Wasser, Natriumhydroxid, Natriumcarbonat sowie Triethanolamin gelöst. Die Lösung wird so eingerichtet, daß sich ein *p*H-Wert von 9 einstellt. Bei diesem *p*H-Wert löst sich der Farbstoff und kann von den Verunreinigungen getrennt werden.
Der Reinigungsvorgang kann so oft wiederholt werden, bis der geforderte Reinheitsgrad erreicht ist.
Es besteht auch die Möglichkeit, wenn der Farbstoff in gefällter Form vorliegt, andere Waschflüssigkeiten zu benutzen, die ganz spezielle Metallsalze fällen.

Ausführungsbeispiel

Für das Drucken mit einem Tintenstrahldrucker werden Tinten benötigt, die so beschaffen sind, daß die feinen Düsen der Druckköpfe nicht verstopft werden. Besonders gefährdet sind die Düsen in längeren Druckpausen, wenn sich durch Verdunstung der Lösungsmittel Salzkristalle im Düsenbereich bilden können. Durch Entsalzen des Farbstoffes muß der Reinheitsgrad der Tinte so erhöht werden, daß das Verstopfen der Düsen durch Metallsalze verhindert wird.
Bei der Erfindung handelt es sich um eine Reinigung des Farbstoffes, der die Handelszeichnung Columbiaechtschwarz trägt. Die Erfindung kann jedoch auch für weitere fällbare Azofarbstoffe angewandt werden.
Der Reinigungsvorgang vollzieht sich erfindungsgemäß in zwei Etappen. In der ersten wird eine definierte Menge Farbstoff in destilliertem Wasser aufgelöst. Mit einem Meßgerät (Leitwertmeßgerät) wird der Salzgehalt der Lösung bestimmt. Durch Zusetzen von verdünnter Schwefelsäure wird ein *p*H-Wert zwischen 4 und 5 eingestellt und der Farbstoff fällt aus. Wenn zusätzlich erhitzt wird, ist das Fällungsprodukt grobkörnig und kann leicht abgefiltert werden. Die Metallionen (Mg^{++}, Be^{++}, K^{+}, $Fe^{++(+++)}$, Sn^{++}, Cd^{++} usw.) bilden mit dem Säurerest gut lösliche Salze, die in der Lösung verbleiben. Nach dem Filtern wird der Farbstoff von einer salzsauren NaCl-Lösung aufgenommen, mehrmals gewaschen und vorsichtig mit destilliertem Wasser gespült.
In der zweiten Etappe wird der vorgereinigte Farbstoff in Wasser, Natriumhydroxid, Natriumcarbonat und Triethanolamin gelöst und über eine G4-Fritte abgezogen. Die Zugabe des alkalischen Lösungsvermittlers wird mit Hilfe eines *p*H-Wert-Meßgerätes kontrolliert und solange fortgesetzt, bis sich ein *p*H-Wert von 9 eingestellt hat. Im alkalischen Bereich fallen nunmehr die Salze (Ca^{++}, Ba^{++}, Sr^{++}) aus und der Farbstoff bleibt gelöst. Beim Filterungsvorgang werden diese unlöslichen Salze im Filter zurückgehalten. Der gereinigte Farbstoff bleibt in der Lösung zurück und kann gleich als Tinte verwendet werden. Der Gehalt an Triethanolamin darf aber nicht zu hoch liegen, da sonst die Viskosität unnötig erhöht wird.
Mit einem Leitwertmeßgerät kann der Salzgehalt nach der Reinigung bestimmt und falls nötig die Reinigungsetappen wiederholt werden, bis der Reinigungsgrad für den Tintenstrahldruck ausreichend ist.
Mit diesem Reinigungsverfahren ist es auch möglich, Tinte, die bei einem geschlossenen Tintenkreislaufsystem als sogenannter Tintensumpf nach einem längeren Zeitraum im Tintenvorratsbehälter zurückbleibt und deren physikalische Parameter ein weiteres qualitätsmäßiges gutes Drucken nicht zulassen, zu reinigen. Der gereinigte Farbstoff kann dann wieder in Tinten für Tintenstrahldrucker verwendet werden.
Der nach der zweiten Etappe gereinigte Farbstoff wird nochmals mit Schwefelsäure umgefällt und abgefiltert. Der Farbstoff kann nunmehr getrocknet und auf einer Feinwaage abgewogen werden, um definierte Mengen für das Auflösen des Farbstoffes zu erhalten.