



NORGE

[NO]

**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

[B] (11) UTLEGNINGSSKRIFT Nr. 138697

(51) Int. Cl.² C 09 B 67/00, C 09 C 3/00,
 //B 01 F 17/00, C 09 D 17/00

(21) Patentsøknad nr. C 08 G 63/46
 4832/72

(22) Inngitt 29.12.72

(23) Løpedag 29.12.72

(41) Alment tilgjengelig fra 03.07.73

(44) Søknaden utlagt, utlegningsskrift utgitt 17.07.78

(30) Prioritet begjært 30.12.71, Storbritannia, nr. 60731/71

(54) Oppfinnelsens benevnelse Pigmentdispersjon.

(71)(73) Søker/Patenthaver IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED,
 Imperial Chemical House,
 Millbank, London S.W.1,
 England.

(72) Oppfinner JAMES FREDERICK STANSFIELD,
 ARTHUR TOPHAM,
 begge: Blackley, Manchester,
 England.

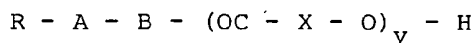
(74) Fullmektig Cand. mag. Johan H. Gørbitz,
 Bryn & Aarflot A/S, Oslo.

(56) Anførte publikasjoner Norsk patent nr. 131204

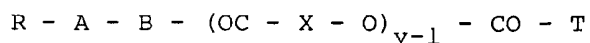
Denne oppfinnelse angår en pigmentdispersjon omfattende en findelt dispersjon av et pigment i en organisk væske.

Det er kjent fra norsk patent 131.204 å fremstille en pigmentdispersjon under anvendelse av et dispergeringsmiddel i hvilket en polyester avledet fra en hydroksykarboksylsyre, er bundet til et farvet radikal. Slike midler er beheftet med den ulempe at de bare kan anvendes til å dispergere pigmenter av en lignende farve eller en farve som dekker dispergeringsmidlets farve. Dessuten er pigmenter forholdsvis inerte stoffer som ofte anvendes under betingelser som krever betydelig stabilitet overfor lys, varme og luft, mens et passende dispergeringsmiddel med lignende farve ikke nødvendigvis vil være så stabilt. Dette kan føre til misfarvning eller mattning av pigmentets farve ved bruk. De foreliggende dispergeringsmidler som er farveløse, bortsett fra når de er kvartære ammoniumsalter med farvet anion, er ikke beheftet med disse ulemper og kan derfor anvendes i større utstrekning. Når det gjelder kvartære ammoniumsalter med farvet anion, kan man for disses vedkommende velge den aniondannende syre alt etter pigmentet.

Ifølge oppfinnelsen tilveiebringes en pigmentdispersjon omfattende en findelt dispersjon av et pigment med en partikkelstørrelse under 25 mikron i en organisk væske inneholdende oppløst deri et dispergeringsmiddel. Pigmentdispersjonen karakteriseres ved at dispergeringsmidlet har formelen:



eller



hvor R er en primær, sekundær eller tertiær aminogruppe eller et salt derav med en syre, eller en kvartær ammoniumsaltgruppe, A er et alkyl- eller hydroksyalkylradikal inneholdende fra 2 til 6 karbonatomer,

B er -N- eller -O- hvor T^1 er H eller et alkylradikal

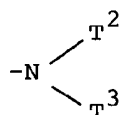
X er et toverdig, mettet eller umettet alifatisk radikal inneholdende minst 8 karbonatomer, og hvor det er minst 4 karbonatomer mellom -CO- og -O- gruppene,

T er et mettet eller umettet alifatisk radikal inneholdende fra 8 til 20 karbonatomer, og

y er et helt tall fra 2 til 20.

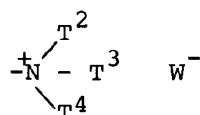
Som eksempler på radikaler som representeres av T^1 , kan nevnes metyl, etyl, n-propyl, n-butyl og oktadecyl. Som eksempler på radikaler representert ved A kan nevnes etylen, trimetylen, tetrametylen, heksametylen og β -hydroksytrimetylen.

De primære, sekundære og tertiære aminogruppene som representeres av R, har fortrinnsvis formelen



hvor T^2 og T^3 hver uavhengig er hydrogen, alkyl, substituert alkyl eller cykloalkyl. Saltene av nevnte aminogrupper er salter med farvede eller farveløse syrer.

De kvartære aminogruppene representert ved R, har fortrinnsvis formelen:



hvor T^4 har samme verdier som T^2 og kan være den samme eller forskjellig, og W^- er et farveløst eller farvet anion.

Som eksempler på radikaler representert av T^2 , T^3 og T^4 kan nevnes alkyl som f.eks. metyl, etyl, n-propyl, n-butyl og oktadecyl, hydroksy-lavere alkyl som f.eks. β -hydroksyetyl og cykloheksyl.

Over alt her brukes uttrykket "lavere alkyl" for å betegne alkylradikaler som inneholder fra 1-4 karbonatomer.

De syrer som brukes for å danne salter med aminogruppene eller som inneholder anionet W^- , kan være enhver uorganisk syre eller farveløs eller farvet organisk syre, som f.eks. saltsyre, svovelsyre, eddiksyre, propionsyre, maursyre, metansulfonsyre, benzensulfonsyre, benzoesyre eller et organisk farvestoff inne-

holdende minst en sulfonsyre- eller karboksylsyregruppe, spesielt azo-, antrakinson- eller ftalocyaninfarvestoffer inneholdende minst en sulfon- eller karboksylsyregruppe, som f.eks. er beskrevet i tredje utgave av Colour Index som ble utgitt i 1971.

De dispergeringsmidler som er definert ovenfor, hvor R representerer en primær, sekundær eller tertiær aminogruppe og B er -N- , kan fremstilles ved at en polyester med formelen

$\text{H-(O-X-CO)}_y\text{-OH}$ eller $\text{T-CO-(O-X-CO)}_{y-1}\text{-OH}$ kondenseres sammen med en forbindelse med formelen R^5ABH hvor A har den ovenfor angitte betydning, og R^5 er en primær, sekundær eller tertiær aminogruppe.

Denne fremgangsmåte kan hensiktsmessig utføres ved å røre reaktantene sammen, fortrinnsvis ved en temperatur mellom 50 og 250°C og i en inert atmosfære. Om ønsket, kan reaksjonen utføres i en inert, organisk væske som derefter fjernes, f.eks. ved destillasjon, etter at reaksjonen er avsluttet.

Som eksempler på forbindelser med formelen R^5ABH , som kan anvendes ved fremgangsmåten, kan nevnes 3-dimetylaminopropylamin og 3-oktadecylaminopropylamin. Når de nevnte forbindelser inneholder to grupper (som i 3-oktadecylaminopropylamin) som begge kan reagere med polyesterene, er det resulterende produkt antagelig en blanding av to kondensater, men slike blandinger ligger også innenfor omfanget av oppfinnelsen.

De nevnte polyestere som anvendes ifølge oppfinnelsen, kan f.eks. oppnås ved å oppvarme en hydroksykarboksylsyre med formelen HO-X-COOH eller en blanding av slike syrer eller en blanding av en slik hydroksykarboksylsyre og en karboksylsyre T-COOH , fortrinnsvis i nærvær av en forestringskatalysator, fortrinnsvis ved en temperatur i området 160-200°C, inntil den ønskede molekylvekt er blitt oppnådd. Forestringsforløpet kan følges ved å måle produktets syretall. De foretrukne polyestere har syretall i området 10-100 mg KOH/g og spesielt i området 20-50 mg KOH/g. Vannet som dannes ved forestringsreaksjonen fjernes fra reaksjonsmediet. Dette kan hensiktsmessig gjøres ved å føre en strøm av nitrogen over reaksjonsblandingen, eller fortrinnsvis ved å utføre reaksjonen i nærvær av et oppløsningsmiddel, som f.eks. toluen eller xylen og å avdestillere vannet når det dannes. De resulterende polyestere kan isoleres på vanlig måte.

I de nevnte hydroksykarboksylsyrer inneholder radikalet representert med X fortrinnsvis fra 12 til 20 karbonatomer, og det er videre foretrukket at det er mellom 8 og 14 karbonatomer mellom karboksylsyren og hydroksygruppene. Det er også foretrukket at hydroksygruppen er en sekundær hydroksygruppe.

Som spesielle eksempler på slike hydroksykarboksylsyrer kan nevnes ricinolsyre, en blanding av 9- og 10-hydroksystearinsyrer (oppnådd ved sulfonering av oleinsyre fulgt av hydrolyse) og 12-hydroksystearinsyre, og spesielt de kommersielt tilgjengelige hydrogenerte ricinusoljefettsyrer som inneholder mindre mengder stearinsyre og palmitinsyre i tillegg til 12-hydroksystearinsyre.

De karboksylsyrer som kan anvendes sammen med hydroksykarboksylsyrene for å oppnå polyestrene er fortrinnsvis mettede eller umettede alifatiske karboksylsyrer, spesielt alkyl- og alkenylkarboksylsyrer inneholdende en kjede på fra 8-20 karbonatomer. Som eksempler på slike syrer kan nevnes laurinsyre, palmitinsyre, stearinsyre og oleinsyre.

De dispergeringsmidler hvor R representerer en primær, sekundær eller tertiær aminogruppe og B er -O-, kan fremstilles ved omsetning av et syreklorid av polyesteren med den ovenfor angitte formel med et salt av et amin med formelen HOAR^5 med en sterk syre hvor A og R^5 har tidligere angitte betydninger.

Denne fremgangsmåte kan hensiktsmessig utføres ved å oppvarme syrekloridet og det nevnte salt sammen, fortrinnsvis i nærvær av en katalysator som f.eks. p-toluensulfonsyre, og isolere det resulterende estersaltet. Om ønsket, kan dette salt omdannes til den frie base ved å behandle det med en base som f.eks. natriumhydroksyd.

Det nevnte syreklorid kan hensiktsmessig oppnås ved innvirkning av tionylklorid på syren. Som eksempler på de nevnte salter kan nevnes β -aminoetanol-, β -metylaminoetanol- og β -(dimetylamino)-etanolhydroklorid.

Alternativt kan dispergeringsmidler med de angitte formler hvor A er 2-hydroksypropylen og B er -O-, fremstilles ved omsetning av polyesteren med epiklorhydrin eller epibromhydrin og påfølgende behandling med et amin med formelen HR^5 , hvor R^5 har betydning som tidligere angitt.

Denne fremgangsmåte kan hensiktsmessig utføres ved å oppvarme nevnte polyester og epiklorhydrinet

eller epibromhydrinet sammen, fortrinnsvis i nærvær av et tertiært amin som katalysator, tilsette aminet med formelen HR^5 og igjen oppvarme for å fullføre reaksjonen.

Som eksempler på omtalte aminer kan nevnes ammoniakk, metylamin, dietylamin og oktadecylamin.

Den foretrukne polyester for anvendelse i de ovenstående fremgangsmåter er poly(hydroksystearinsyre).

De dispergeringsmidlene hvor R er en primær, sekundær eller tertiær aminogruppe kan omdannes til de tilsvarende salter ved å omrøre eller male dem sammen med en farveløs eller farvet syre eller et salt av den med en svak base (f.eks. et aromatisk amin som f.eks. p-dodecylanilin) eller med et metall (f.eks. aluminium) som danner bare et svakt basisk hydroksyd, i en inert væske, og reaksjonen utføres om ønsket ved en temperatur opp til kokepunktet for den organiske væske. Om ønsket, kan reaksjonsblandingen inneholde en liten mengde vann, idet dette i noen tilfeller kan virke som katalysator for reaksjonen. De resulterende aminsaltene kan så isoleres ved vanlige metoder, men, om ønsket, kan den resulterende oppløsning av saltet anvendes direkte for fremstilling av dispersjoner av faststoffer i organiske væsker.

De dispergeringsmidler hvor R er en kvartær aminogruppe, kan selv oppnås ved å behandle de tilsvarende dispergeringsmidler hvor R er en primær, sekundær eller tertiær aminogruppe med et kvartæriseringsmiddel, som f.eks. dimetylsulfat, idet reaksjonen fortrinnsvis utføres ved forhøyet temperatur, f.eks. mellom 50 og 250°C, og fortrinnsvis i nærvær av en organisk væske.

Pigmentdispersjonene i henhold til oppfinnelsen kan oppnås ifølge en av de konvensjonelle og velkjente metoder for fremstilling av dispersjoner. Således kan pigmentet, den organiske væsken og dispergeringsmidlet blandes i tilfeldig rekkefølge, og blandingen så utsettes for mekanisk behandling for å minske partikkelstørrelsen hos pigmentet, f.eks. ved maling i kulemølle, perlemølle eller grusmølle, inntil dispersjonen dannes. Behandlingen fortsettes inntil partikkelstørrelsen for pigmentet er mindre enn 25 mikron og fortrinnsvis mindre enn 10 mikron.

Når de nevnte dispergeringsmidler anvendes i form av deres salter, er det ikke nødvendig å bruke de på forhånd dannede

saltene, siden disse kan dannes in situ samtidig som dispersjonen dannes ved å blande sammen pigmentet, den organiske væske, det passende dispergeringsmiddel inneholdende en primær, sekundær eller tertiær aminogruppe og syre, og utsette blandingen for mekanisk behandling. Det er ikke nødvendig at alle amino-gruppene eller hele aminogruppen omdannes til saltform, siden det har blitt funnet at blandinger av de frie basene og saltene er like effektive dispergeringsmidler.

Alternativt kan pigmentet behandles for å redusere partikkelstørrelsen uavhengig eller sammen med enten den organiske væske eller dispergeringsmidlet, og den andre ingrediens eller ingrediensene kan så tilsettes hvorefter dispersjonen kan oppnås ved å omrøre blandingen. Som et ytterligere alternativ kan en organisk væskeoppløsning av dispergeringsmidlet emulgeres i en vandig fase ved kjente midler, som f.eks. omrøring med høy hastighet, i nærvær av ett eller flere overflateaktive midler og den resulterende emulsjon tilsettes til en vandig oppslemning av pigmentet, hvorefter den organiske væske og vannet fjernes ved filtrering og tørring av resten av pigment og dispergeringsmiddel. Denne resten kan derefter dispergeres i et organisk medium.

Det er foretrukket at mengden dispergeringsmiddel i dispersjonene er slik at den tilsvarende mellom 5 og 50 vekt%, og fortrinnsvis mellom 10 og 30 vekt%, basert på vekten av pigmentet, og dispersjonene inneholder fortrinnsvis fra 5-70 vekt% pigment basert på totalvekten av dispersjonen.

De organiske væskene som anvendes for fremstilling av dispersjonene, kan være enhver inert organisk væske som de nevnte dispergeringsmidler er i det minste delvis løselige i ved omgivelsestemperaturen og som er stabile under de etterfølgende betingelser for bruk av dispersjonen. Om ønsket kan det anvendes blandinger av organiske væsker. Foretrukne organiske væsker er hydrokarboner og halogenerte hydrokarboner som f.eks. benzen, toluen, xylen, petroleter, n-heksan, cykloheksan, klorbenzen, karbotetraklorid og perkloretylen. Andre organiske væsker kan imidlertid brukes, som f.eks. estere som alkydharpikser og varmebehandlede linfrøoljer som brukes til litografisk fernissmedium. Fremfor alt er det foretrukket at den organiske væske er en hovedsakelig alifatisk petroleumfraksjon. Vanligvis vil valget av organiske væsker eller blandinger av væsker avhenge av hva de fremstilte dispersjonene skal brukes til.

Pigmentene er uorganiske eller organiske pigmenter, og kan være av hvilken som helst klasse av anerkjente pigmenter. Som eksempler på uorganiske pigmenter kan det nevnes titandioksyd, kjønrrøk, sinkoksyd, berlinerblått, kadmiumsulfid, jeroksyder, rød sinober, ultramarin og krompigmenter omfattende bly-, sink-, barium- og kalsiumkromater og de forskjellige blandinger og modifikasjoner av dem, som f.eks. er tilgjengelige i handelen som grønn-gule til røde pigmenter under navnene primula-, sitron-, middels organsje-, skarlagenrød- og rødfarver.

Som eksempler på organiske pigmenter kan nevnes pigmenter av azo-, tioindigo-, antrakinson-, antantron-, isodibenzantron- eller trifendioksazinseriene, kypfarvepigmenter, ftalocyanin-pigmenter som f.eks. kobberftalocyanin og dets kjernehalogenerte derivater og kobbertetrafenyl- og oktafenylftalocyaniner, kinakridonpigmenter og farvelakker av sure, basiske og beisende farvestoffer. Slike pigmenter er f.eks. beskrevet i 2. utgave av Colour Index som ble publisert i 1956 under headingen "Pigments" og i etterfølgende autoriserte tillegg til den. Foretrukne pigmenter er kjønrrøk og spesielt kobberftalocyanin og dets kjernehalogenerte derivater.

Dispersjonene ifølge oppfinnelsen er flytende eller halvflytende preparater som inneholder pigmentet i findelt og oppsmuldrert form og kan anvendes for ethvert formål som dispersjoner av disse spesielle pigmenter vanligvis brukes til. Således er pigmentdispersjoner av spesiell verdi ved fremstilling av trykksverte ved innblanding av dispersjonene i de andre komponenter som vanligvis brukes ved fremstilling av slik sverte. Dispersjonene er også av verdi ved fremstilling av malinger, hvorfor dispersjonene innblandes i vanlige alkyd- eller andre harpikser.

Oppfinnelsen illustreres av de følgende eksempler, hvor deler og prosenter er etter vekt.

En polyester ble fremstilt som følger:

Polyester A

En blanding av 348 deler xylen og 3350 deler av en handelskvalitet 12-hydroksystearinsyre (med syre- og hydroksyltall på henholdsvis 182 mg KOH/g og 160 mg KOH/g omrøres i 22 timer ved 190-200°C, idet vannet som dannes ved reaksjonen skilles fra xylenet i destillatet som så returneres til reaksjonsmediet.

138697

8

Efter at 152 deler vann har blitt oppsamlet, fjernes xylenet ved oppvarming til 200°C i en nitrogenstrøm. Den resulterende, blekt ravgult farvede væske har et syretall på 35,0 mg KOH/g.

Eksempel 1

En blanding av 1600 deler polyester A og 102 deler 3-dimetylaminopropylamin omrøres i 2 1/2 time ved 160°C under tilbakeløp og i nitrogenstrøm. 10 volumdeler av blandingen destilleres så av, temperaturen heves til 190°C i løpet av 20 minutter og holdes ved $190-200^{\circ}\text{C}$ i 2 timer og 45 minutter. Den resulterende, svakt ravgule, viskøse væske blir delvis fast ved kjøling.

Infrarød analyse av produktet viser bånd ved 1655 og 1540 cm^{-1} som tilsvarer nærværet av en -CONH-gruppe. Titrering av produktet med perklorisyre, med eller uten formaldehyd, viser nærvær av 0,577 ekvivalenter av en tertiær aminogruppe pr. 1000 g av produktet. Syretallet for produktet er 12,3 mg KOH/g.

Eksempel 2

13,5 deler dimetylsulfat tilsettes til 183 deler av produktet fra eksempel 1 ved 44°C , idet temperaturen for blandingen stiger til 72°C . Blandingen omrøres så i 1 1/2 time ved $90-100^{\circ}\text{C}$. Produktet er en blekt ravgul væske som danner en gummi ved avkjøling.

Infrarød analyse av produktet viser bånd ved 750, 1015, 1062 og 1240 cm^{-1} på grunn av nærvær av CH_3SO_4^- -anionet, og bånd ved 1545 og 1660 cm^{-1} på grunn av CONH-gruppen.

Eksempel 3

En blanding av 900 deler av polyester A og 300 deler 3-oktadecylaminopropylamin av handelskvalitet omrøres i 5 1/2 time ved $160-165^{\circ}\text{C}$ i en inert atmosfære. Blandingen avkjøles så og gir et blekt, ravgult fast stoff bestående hovedsakelig av en blanding av forbindelser med formlene

polyesterkjede - $\text{CONH}(\text{CH}_2)_3\text{NH}$ -oktadecyl

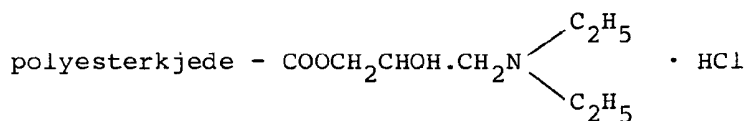
og polyesterkjede - CON $\begin{cases} \text{oktadecyl} \\ (\text{CH}_2)_3\text{NH}_2 \end{cases}$

Infrarød analyse viser nærværet av bånd ved 3310, 1645 og 1550 cm^{-1} tilsvarende CONH-gruppen. Titrering med perklorsyre i eddiksyre viser at produktet inneholder 1 ekvivalent amino- eller substituert aminogruppe i 1455 g. Syretallet for produktet er 5,7 mg KOH/g.

Eksempel 4

En blanding av 160 deler polyester A, 0,39 deler dodecyl-dimetylamin og 9,2 deler epiklorhydrin omrøres i 3 timer ved 150-155°C, hvorved produktets syretall har sunket til 4,05 mg KOH/g.

En blanding av 50 deler av ovenstående produkt og 2,17 deler dietylamin omrøres i 19 timer ved 100°C. Titrering av det oppnådde produkt med perklorsyre viser at 78,5% av dietylaminet har reagert med klormetylgruppen til et produkt som hovedsakelig består av:



Eksempel 5

En blanding av 3 deler blyulfokromat, 0,2 deler kobber-ftalocyanin-disulfonsyre, 1,3 deler av produktet fra eksempel 1 og 5,5 deler av en petroleumfraksjon som koker ved 100-120°C, males i kulemølle i 16 timer til en flytende, findelt og vel oppsmuldet dispersjon av pigmentet som er egnet for bruk i malinger eller i gravyrtrykksverte. Lignende dispersjoner oppnås når ovenstående pigment erstattes av et av de følgende:

- a) Kobberpolyklorftalocyanin
- b) "Tioxide RCR", som er en belagt form av rutil titandioksyd.
- c) Fosfomolybdowolframmatet fra C.I. "Basic Blue 7" (C.I. 42595).
- d) 4:10-dibromantantron
- e) Indantron.

Eksempel 6

En blanding av 3 deler kobberklorftalocyanin, 1,3 deler av produktet fra eksempel 1, 0,2 del av 1-naftylamin-5-sulfonsyre og 5,5 deler av en petroleumfraksjon som koker ved 100-120°C, males

i kulemølle i 16 timer til en flytende, findelt og vel oppsmuldret dispersjon av pigmentet. Lignende dispersjoner oppnås når 0,2 del av 1-naftylamin-5-sulfonsyre erstattes av 0,2 del av de følgende:

- a) kommersielt tilgjengelig blanding av 1-naftylamin-6- og -7-sulfonsyrer.
- b) sulfanilsyre
- c) N-benzylsulfanilsyre
- d) 2-naftylamin-6-sulfonsyre
- e) metanilsyre
- f) p-toluensulfonsyre
- g) naftalen-2-sulfonsyre.

Eksempel 7

En blanding av 3 deler av en harpiksfelt kalsiumtoner av 1-(2'-sulfo-4'-metylfenylazo)-2-naftol-3-karboksylsyre [dvs. nevnte farvestoff samutfelt med harpiks (abietinsyre) som kalsiumsaltet], 1,5 deler av produktet fra eksempel 1 og 5,5 deler av en petroleumfraksjon som koker ved 100-120°C, males i kulemølle i 16 timer og gir en flytende, findelt og vel oppsmuldret dispersjon av pigmentet.

Lignende dispersjoner oppnås når det ovenstående pigment erstattes av bariumtoneren av 1-(2'-sulfo-4'-metyl-5'-klorfenylazo)-2-naftol-3-karboksylsyre eller produktet fra eksempel 1 erstattes av produktet fra eksemplene 3 eller 4.

Eksempel 8

En blanding av 3 deler av β -formen av kobberftalocyanin, 0,2 del kobberftalocyanintrisulfonsyre, 1,3 deler av produktet fra eksempel 1 og 5,5 deler av en petroleumfraksjon som koker mellom 100 og 120°C, males i kulemølle i 16 timer og gir en flytende, findelt og vel oppsmuldret dispersjon av pigmentet, som er egnet for bruk i malingsmedia hvor det er liten eller ingen tendens hos pigmentet til å klumpe seg.

Eksempel 9

En blanding av 0,2 del kobberftalocyanindisulfonsyre, 1,3 deler av produktet fra eksempel 1 og 5,5 deler av en petroleumfraksjon som koker ved 100-120°C, males i kulemølle i 16 timer, hvorved det dannes en lyseblå oppløsning. 3 deler av β -formen av kobberftalocyanin tilsettes og malingen fortsettes i

2 timer. Det oppnås en flytende, findelt og vel oppsmuldret dispersjon.

Lignende resultater oppnås dersom den 0,2 del av den ovenstående disulfonsyren erstattes med 0,2 del av kondensasjonsproduktet av 1 mol fosgen og 2 mol 4'-amino-4-hydroksy-3-metylazo-benzen-5-karboksylsyre eller med 0,2 del av den frie syreformen av C.I. "Yellow R" (C.I. 40000) og/eller 3 deler av det ovenstående pigment erstattes med 3 deler av det pigment som oppnås ved å koble tetrazotert 3:3'-diklorbenzidin med 2 mol acetoacetanilid.

Eksempel 10

En blanding av 3 deler kobberpolyklorftalocyanin, 1,5 deler av produktet fra eksempel 2 og 5,5 deler av en petroleumfraksjon som koker ved 100-120°C, males i kulemølle i 16 timer og gir en findelt, vel oppsmuldret dispersjon av pigmentet.

En lignende dispersjon kan oppnås når det ovenstående pigment erstattes med en harpiksfelt kalsiumtoner av 1-(2'-sulfo-4'-metylfenylazo)-2-naftol-3-karboksylsyre.

Eksempel 11

En blanding av 0,39 del av p-dodecylanilinsaltet av en kobberftalocyanindisulfonsyre, 1,11 deler av produktet fra eksempel 1 og 5,5 deler av en petroleumfraksjon som koker ved 100-120°C, omrøres i 30 minutter ved 20°C. Til den resulterende, blå oppløsning tilsettes 3 deler av β -formen av kobberftalocyanin, og blandingen males i kulemølle i 16 timer og gir en flytende, findelt og vel oppsmuldret dispersjon av pigmentet.

Eksempel 12

En blanding av 1600 deler av polyester A og 204 deler 3-dimetylaminopropylamin omrøres i 30 minutter ved 160°C under tilbakeløp og i en nitrogenstrøm. Temperaturen i blandingen heves så til 190°C i løpet av 30 minutter, vannet som dannes ved reaksjonen, destillerer av og temperaturen holdes så ved 190-200°C i 2 3/4 timer. Den oppnådde lyst ravgule, viskøse væske avsetter seg som voks ved avkjøling.

Produktet har en ekvivalent ved titrering med perklorisyre på 1008 og syretallet er 4,0 mg KOH/g.

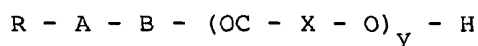
Eksempel 13

En blanding av 0,32 deler av et aluminiumsalt av en kobberftalocyanintrisulfonsyre som inneholder 1,1% aluminium, 1,18 deler av produktet fra eksempel 12, 5,5 deler av en petroleum-fraksjon som koker ved 100-120°C, og 0,03 del vann omrøres i 1 time ved 20°C. Til den oppnådde, blå oppløsning tilsettes 3 deler av β -formen av kobberftalocyanin, og blandingen males i kulemølle i 16 timer og gir en flytende, findelt og vel oppsmuldet dispersjon av pigment.

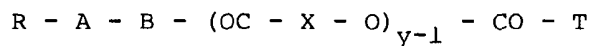
Aluminiumsaltet som anvendes i dette eksempel, oppnås ved å oppløse 50 deler kommersielt tilgjengelig natriumsalt av kobberftalocyanintrisulfonsyre i 2000 deler vann ved 100°C, 23,6 deler av en konsentrert, vandig oppløsning av saltsyre tilsettes, derefter tilsettes en oppløsning av 50 deler aluminiumsulfat i vann, det utfelte, faste stoff filtreres av, vaskes med vann og det faste stoffet tørres.

P a t e n t k r a v

1. Pigmentdispersjon omfattende en findelt dispersjon av et pigment med en partikkelstørrelse under 25 mikron i en organisk væske inneholdende oppløst deri et dispergeringsmiddel, k a r a k t e r i s e r t v e d at dispergeringsmidlet har formelen:



eller



hvor R er en primær, sekundær eller tertiær aminogruppe eller et salt derav med en syre, eller en kvartær ammoniumsaltgruppe, A er et alkylen- eller hydroksyalkylenradikal inneholdende fra 2 til 6 karbonatomer,

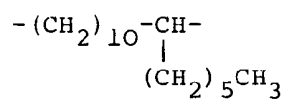
B er $\begin{array}{c} \text{N} \\ | \\ \text{T} \end{array}$ eller -O- hvor T¹ er H eller et alkylradikal,

X er et toverdig, mettet eller umettet alifatisk radikal inneholdende minst 8 karbonatomer, og hvor det er minst 4 karbonatomer mellom -CO- og -O- gruppene,

T er et mettet eller umettet alifatisk radikal inneholdende fra 8 til 20 karbonatomer, og

y er et helt tall fra 2 til 20.

2. Pigmentdispersjon som angitt i krav 1,
k a r a k t e r i s e r t v e d a t i formlene for dispergerings-
midlet har gruppen X formelen:



og gruppen T har formelen:

