

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

KLASA 22 (1)

IZDAN 1 MARTA 1939.

PATENTNI SPIS BR. 14732

»Montecatini« Societa Generale per l'Industria Mineraria ed Agricola, Milano, Italija.

Postupak za dobivanje pigmenata serije ftalcijanina.

Prijava od 4 septembra 1937.

Važi od 1 septembra 1938.

Naznačeno pravo prvenstva od 3 jula 1937 (Italija).

Bojne materije reda ftalcijanina, kako se dobivaju po metodama opisanim u raznim patentima, u opšte uzev ne upotrebljavaju se za praktične svrhe, bez naročito prethodnog tretiranja usitnjavanja, radi povećavanja sjaja bojene materije. U ovu svrhu predlagano je fino mlevenje u prisustvu substrata (na pr. barijum sulfata i t. d.) ili ako se radi o čistoj kristalizovanoj bojnoj materije, predlagano je, da se ova rastvori u koncentrovanoj sumpornoj kiselini, a zatim opet staloži u amorfnom stanju tako, što se kiseli rastvor sipa u vodu i led. U ovom se slučaju dobija jedna pasta, koja se, pošto se ispere do neutralne reakcije i pošto joj se eventualno dodaju stabilizujuće materije ili disperziona sredstva, može direktno upotrebiti ili se može prevesti u prah sušenjem i mlevenjem.

Nadeno je da se mogu dobiti jako koncentrovane bojne materije sa odličnim tonom boje, kada se amorfni ftalcijanini tretiraju sa sumpornom kiselinom podesne koncentracije, ne rastvarajući pri tom brojnu materiju u kiselini. Za vreme ovog tretiranja održava se sobna temperatura ili preimućstvom još i niža a ne treba da pređe 40—50° C. Suspenzija bojne materije u kiselini ispočetka je vrlo žitka, zatim postaje postepeno sve gušća i kraj reakcije je naznačen time, što se kao krajnji proizvod nagradi jedna veoma gusta zagasito zelena pasta, koja se sastoji iz sulfata i ftalcijanina.

Kada se ovako dobivena masa, ili prvenstveno cedena izdvojena kisela pasta hidrolizuje, tako što se sipa u vodu i led,

dobiva se jedna bojna materija u obliku jako obojenih bistro plavih mikrokristala. Na ovaj način dobivena mikrokristalna bojna materija ima odlične fizičke i optičke osobine i bolja je od amornog proizvoda kako u pogledu intenziteta tako i u pogledu jasnoće tona boje. U ostalom rezultat ponašanja ftalcijanina prema sumpornoj kiselini mogao se predvideti zbog navodno prisutnih dvovalentnih i trovalentnih azotovih atoma u konjungovanoj vezi; ali ovo do sada nije konstatovano i novost je u odnosu na upotrebu ove vrlo važne reakcije pri spravljanju bojnih materija, čije su fizičke i optičke osobine znatno bolje od osobina bojnih materija, dobivenih taloženjem rastvora sumporne kiseline u vodi. Mikrokristalastoj pasti bojne materije mogu se pre sušenja dodati i stabilizujuće materije i disperziona sredstva na pr. metalni rezinati, i t. d. i pri tome se dobija jedan veoma mekani sjajni prah sa velikom moći bojenja.

Primer 1. 100 težinskih delova amornog i dobro samlevenog bakar ftalcijanina, umešaju se na običnoj temperaturi u 1000—1500 težinskih delova sumporne kiseline od 60° BÉ. Unosi se postepeno i dobro izmeša ispočetka dosta žitka zagasito plava obojena suspenzija. Masa postaje postepeno sve gušća, dok boja sumpornog jedinjenja bojne materije postaje zagasito zelena. Posle 2—4 časovnog neprekidnog mešanja na sobnoj temperaturi, dobija se jedna gusta pasta, koja se sipa sporo u toliku količinu hladne vode, eventualno uz dodatak leda, da na kraju unošenja aciditet bude 5 do 10% sumporne

kiseleine. Sulfat bojne materije hidrolizuje, izdvaja se u mikrokristaliničnom obliku jedna vrlo sjajno plava i zelenkasto providna bojna materija. Suspenzija se ispira dekantacijom više puta s vodom sve do neutralne reakcije.

Ovako dobivena pasta može se upotrebiti neposredno ili se može sušiti i mleti, pošto se eventualno dodaju stabilizovani stabilizatori ili sredstva za disperziju.

Primer 2. 100 delova amorfnog niktalacijanina tretiraju se kao u primeru 1 sa 1500 delova sumporne kiseline od 60° Bé. Pri tome se dobija zelenkasto plava bojna materija sa vrlo sjajnim tonom boje i velikom moći bojenja.

Primer 3. 100 delova amorfnog ftalcijanina tretiraju se sa 1500 delova sumporne kiseline od 60° Bé na temperaturi od 0—20° C, kao u prethodnom primeru. Pasta bojne materije ispira se do neutralnosti i razblaži sa 4000 zapreminskih delova sa vodom. Meša se i zagreje do približno 50° C i pomeša se sa vrelim rastvorom, koji se sastoji iz 20 težinskih delova kolofoniuma, 20 zapreminskih delova natrium hidroksida od 36° Bé i 200—500 delova vode. Pošto se doda rezinatni rastvor, smeša se zagreje na 70—80° C i doda se toliko delova 10% rastvora aluminijum sulfata, dok plavi lakmus pokazuje slabo kiselu reakciju. Zatim se rastvor uz stalno mešanje zagreje do ključanja i kuva oko 20 minuta. Kada se kuvanje završi i pošto se eventualno doda voda u meri dvogube zapremine, cedi se i ispira, sve dok se filtrat ne oslobodi rastvornih sulfata. Zatim se suši na 70—80° C, melje i proseje.

Samo se po sebi razume, da količina rezinatnog dodatka može da varira ili da se mogu upotrebiti druge dispergujuće materije, na pr. sulforicinati i. t. d.

Ovako dobiveni prah veoma je mek, ima malu specifičnu težinu, ima veliku moć bojenja i vrlo sjajan ton boje.

Primer 4. 1500 težinskih delova sumporne kiseline od 60° Bé pomešaju se na 0—20° C sa 100 težinskih delova sprasenog sirovog bakar ftalcijanina, kakav se dobija direktnom fuzijom ftalanhidrida ili njegovih derivata u prisustvu bakra ili ba-

krovih jedinjenja i organskih amida kiselina ili drugih pomoćnih materija, sa naknadnom ekstrakcijom sa toplom hlorovodoničnom kiselinom i toplim razblaženim natrium hidroksidom. Pošto se meša 4 sata, viskozna se masa postepeno razblaži sa ledenom vodom, ne prekoračavajući sobnu temperaturu, dok koncentracija sumporne kiseline ne spadne na 40—50%. Masa se tada cedi na poroznom kamenu i pere sa približno hiljadu delova 40—50%-ne sumporne kiseline; kisela pasta umeša se u 10—15000 delova vode i dekantira se i pomeša više puta i tako ispira sve do neutralne reakcije. Ako se neutralna pasta dalje tretira sa rezinatima po gore pomenutim primerima, dobija se bojna materija u obliku vrlo mekog, sjajnog i intenzivnog praška.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za dobivanje pigmenata serije ftalcijanina, naznačen time, što se amorfni ftalcijanini tretiraju sa sumpornom kiselinom podesne koncentracije, tako da se nagrade odgovarajuća jedinjenja sa H_2SO_4 , koja ostaju kao suspenzije u kiselini.

2. Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se tretiranje kiselinom vrši na niskoj temperaturi.

3. Postupak po zahtevu 1 i 2, naznačen time, što se kisela pasta sulfata nagradene bojne materije cedi i ispira kiselinom iste koncentracije.

4. Postupak po zahtevu 1, 2 i 3, naznačen time, što se sulfat bojne materije hidrolizuje vodom pri čemu postaju bojne materije mikro-kristalne strukture, koje više ne sadrže sumpornu kiselinu.

5. Postupak po zahtevu 1, 2, 3 i 4, naznačen time, što se pasta pigmenata prevodi sušenjem, mlevenjem i prosejavanjem u lak i sjajan prah.

6. Postupak po zahtevu 1, 2, 3 i 4, naznačen time, što se pasta pigmenata dodavanjem stabilizirajućih i disperzionih sredstava, kao na pr. metalnih rezinata, sa naknadnim sušenjem, prevodi u lak i sjajan prah.