

(19) DANMARK



DIREKTORATET FOR  
PATENT- OG VAREMÆRKEVÆSENET



(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT (11) 144797 B

- (21) Ansøgning nr. 3242/72 (51) Int.Cl.<sup>3</sup> C 09 D 17/00  
(22) Indleveringsdag 29. jun. 1972  
(24) Løbedag 29. jun. 1972  
(41) Alm. tilgængelig 31. dec. 1972  
(44) Fremlagt 7. jun. 1982  
(86) International ansøgning nr. -  
(86) International indleveringsdag -  
(85) Videreførelsesdag -  
(62) Stamansøgning nr. -  
(30) Prioritet 30. jun. 1971, 2132546, DE
- (71) Ansøger BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT, Ludwigshafen, DE.  
(72) Opfinder Klaus Schrempp, DE: Werner Jettmar, DE: Rudolf Polster, DE: Eduard Hartmann, DE.  
(74) Fuldmægtig Ingeniørfirmaet Hofman-Bang & Boutard.

- 
- (54) Fremgangsmåde til fremstilling af farvestærke pigmentpastaer til trykke- og lakfarver.

Opfindelsen angår en fremgangsmåde til fremstilling af farvestærke pigmentpastaer til trykke- og lakfarver, af den i indledningen til kravet angivne art.

Til fremstilling af trykke- og lakfarver dispergeres pigmenter i blandinger af opløsningsmidler og filmdannere. Med henblik på opnåelse af en optimal farvegivning af de på basis deraf fremstillede tryk eller malinger stilles der betydelige krav til størrelsen, formen og overfladen af de farvegivende pigmentpartikler. F.eks. skal phthalocyaninpigmenter foreligge med en partikelstørrelse på mellem 0,01 og 1/μ, fortrinsvis mellem 0,05 og 0,3/μ, og udvise en overflade på mellem 30 og 100 m<sup>2</sup>/g, målt i henhold

DK 144797 B

til BET-metoden. For at frembringelsen strålende farvetone er det nødvendigt, at disse partikler så vidt muligt er fuldstændigt og regelmæssigt fordelt i underlaget. Til dette formål er godt krySTALLISERED, isometriske partikler med glat overflade nødvendig. Disse partikler frembringes på basis af de rå pigmenter i de såkaldte finish-operationer, som består i en eller flere behandlinger og en afsluttende behandling. Til dette formål bliver de rå pigmenter findelt, f.eks. i nærværelse af vandopløselige malehjælpemidler i kuglemøller eller ætere, eventuelt i nærværelse af organiske opløsningsmidler eller hjælpemidler. En yderligere mulighed i forbindelse med behandlingen består i opløsning eller suspendering af det rå pigment i koncentrerede syrer og efterfølgende fortynding med vand.

Begge fremgangsmåder er meget omstændelige og giver desuden anledning til dannelse af fortyndede salt- eller syreopløsninger, der belaster spildvandet.

Desuden kender man en fremgangsmåde, ved hvilken pigmentbehandlingen foretages ved omrøring eller maling med sand, glas eller andre malelegemer i nærværelse af organiske opløsningsmidler. Opløsningsmidlet må - efter separation af malelegemerne - isoleres fra pigmentet ved afdampning eller vanddampdestillation. Også denne fremgangsmåde er omstændelig. Ved siden af den omstændelige arbejdsmåde er de beskrevne metoder desuden behæftet med en tungtvejende ulempe. Ved tørring af de pigmentpartikler, der er isoleret fra den vandige eller organiske fase, bliver pigmentpartiklerne igen reagglomereret, således at partiklerne ved fremstilling af tryk- eller lakfarve igen påny må fordeles og befugtes under opbud af energi i dyrt maskineri. Disse vanskeligheder forsøger man at eliminere, f.eks. på den måde, at man ælter vandige pigmentpressekager i dispergeringsapparater med organiske bindemiddelopløsninger, hvorved pigmentet skifter fase og hvorved vandet for størstedelens vedkommende separeres mekanisk og resten derpå kan afdampes i vakuum. Herved undgås ganske vist en reagglomerering, men denne proces, der betegnes som "flush"-proces, er imidlertid et yderligere og meget omstændeligt fremgangsmådetrin, der må slutte sig til den egentlige finish-operation, og hvorved man kun undgår tørringen af det færdige pigment.

Umiddelbart efter syntesen af farvestofferne foreligger disse som regel ikke - som det fremgår af det foregående - i den form, der er mest velegnet til den koloristiske anvendelse. Man opnår f.eks. ved syntese af kobberphthalocyanin i opløsningsmidler store, nåleformede krystaller af  $\beta$ -modifikationen, og disse råpigmenter frembringer efter indarbejdning i lakker eller trykfarver kun farvesvage og uklare farvninger. For at frembringe farvestærke pigmenter af råpigmenterne, altså af det produkt, der er fremkommet direkte ud fra syntesen, udsættes råpigmenterne for en findeling, hvorpå man under anvendelse af specielle metoder overfører til små, godt krystalliserende partikler; denne proces, altså overføringen til den i koloristisk henseende mest værdifulde tilstand, kaldes formering (tysk: Formierung). Alle betydningsfulde, på markedet foreliggende organiske pigmenter må fremstilles på basis af de ved syntesen fremkomne råpigmenter ved et eller endog flere formeringstrin.

Det er opfindelsens formål at angive en fremgangsmåde til fremstilling af farvestærke pigmentpastaer, af den i indledningen til kravet angivne art, som kan gennemføres simplere og derfor billigere end ved de kendte fremgangsmåder af denne art, under opnåelse af bedre koloristiske egenskaber.

Fremgangsmåden ifølge opfindelsen, der er af den i indledningen til kravet angivne art, er ejendommelig ved det i den kendetegnende del af kravet angivne.

Ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen behøver man ikke at gennemføre nogen forudgående formering af råpigmenterne, og det har endvidere vist sig, at de farvninger, der fremkommer på basis af pigmentpastaerne fremstillet ifølge opfindelsen, har bedre koloristiske egenskaber end de farvninger, der fremkommer på basis af pigmentpastaer, der er fremstillet under anvendelse af kendt teknik.

Som dokumentation for den koloristiske overlegenhed af de pigmentpastaer, der fremstilles ifølge opfindelsen, i forhold til de pigmentpastaer, der fremstilles under anvendelse af kendt teknik, skal der henvises til, at der på basis af pigmenterne perylen-3,4,9,10-tetracarboxylsyre-bis-p-chloranilid, flavanthron og kobberphthalocyanin blev fremstillet pigmentpastaer, dels i henhold

til kendt teknik (herunder USA patent nr. 3.589.625) og dels i henhold til opfindelsen. Overlegenheden af fremgangsmåden ifølge opfindelsen fremgår ved at udføre farvninger på basis af de herved fremkomne seks pigmentpastaer og ved at sammenligne farvningernes koloristiske egenskaber, idet de farvninger, der er fremkommet i henhold til opfindelsen, udviser en langt højere glansværdi end de farvninger, der er fremkommet i henhold til kendt teknik.

Man kender ganske vist fremgangsmåder, hvor man går ud fra færdige, efterbehandlede pigmenter, d.v.s. hvor man indarbejder færdige, kommercielle pigmentfarvestoffer i opløsningsmidler eller blandinger af bindemidler og opløsningsmidler. Til denne proces kræves der anvendelse af store forskydningskræfter for at overføre pigmentet i en fin fordeling, der i vidt omfang er fri for agglomerater (jævnfør dansk fremlæggeskrift nr. 113.569, af hvis krav det fremgår, at massens viskositet er mindst 100.000 Centipoise ved æltetemperaturen; dansk ans.nr. 463/71, hvoraf det fremgår, at der ved fremstillingen af pigmentkoncentratet anvendes en æltemaskine; dansk ans.nr. 1577/69, af hvis krav 1 det fremgår, at man ved fremgangsmåden til fremstilling af den kendte pigmentdispersion gør brug af en tyk masse, der kræver høje forskydningskræfter, og at denne tykke masse bliver omrørt i tilstrækkelig lang tid til at muliggøre en i det væsentlige fuldstændig nedbrydning af agglomerater). Det fremgår tillige af dansk ans.nr. 1577/69, side 4 af beskrivelsen af 21. marts 1971, at man anvender efterbehandlede pigmenter. I modsætning dertil anvender man ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen som udgangsmateriale råpigmenter, der er meget stærkt findelt, og hvis krystaller er meget stærkt forvredne. Af denne årsag er råpigmentet meget stærkt agglomereret. Agglomeraterne har en størrelse på 5 til 20 til 100  $\mu$ . Af denne grund frembringer sådanne råpigmenter kun uklare og farvesvage farvninger, d.v.s. de har ingen pigmentegenskaber og er værdiløse i koloristisk henseende. Disse råpigmenter bliver behandlet med opløsningsmidler eller med blandinger af bindemidler og opløsningsmidler, d.v.s. de bliver holdt under omrøring eller gennemblandet, således at der opstår en homogen pasta. I modsætning til de kendte metoder er det i forbindelse med fremgangsmåden ifølge opfindelsen ikke nødvendigt at anvende blandemaskiner, som frembringer store forskydningskræfter. I henhold til fremgangsmåden ifølge

opfindelsen behøver det angivne råpigment kun at blive bragt i omrøring i eller gennemblandet med opløsningsmidlet eller i blandingen opløsningsmiddel/bindemiddel. På grund af den ringere viskositet af de fremkomne pastaer indtræder der herved i praksis heller ikke nogen dispergerende virkning. Denne fordelagtige fremgangsmåde til fremstilling af pigmentpastaer udviser tekniske fordele i sammenligning med de kendte fremgangsmåder af denne art. Hertil kommer, at man ville forvente, at der ved behandlingen med opløsningsmidlerne ville indtræde en overkrystallisation af pigmenterne, d.v.s., at der ville fremkomme farvesvage pigmentpastaer. Hertil kommer slutteligt, at de pigmentpastaer, der fremstilles i henhold til opfindelsen, udviser en anden teknisk virkning i sammenligning med de kendte pigmentpastaer, idet de med disse pigmentpastaer fremstillede trykkefarver eller lakker udviser en tydeligt højere glans end trykkefarver eller lakker, der er fremstillet med kendte pigmentpastaer.

Man kender ganske vist også fra norsk patent nr. 97.290 en fremgangsmåde til fremstilling af uorganiske pigmentpræparater, hvorved råpigmentet dispergeres i en stiv, pastaagtig eller plastisk bindemiddelmasse. Hertil anvendes en dobbelt, modroterende pastaælter med sigmablade. Dispergeringen foretages under anvendelse af høje forskydningskræfter, hvorved skærehastigheden mindst må andrage 2000/sekund. Under æltningen opvarmes dispergeringsblandingen hurtigt til kogepunktet af det samtidigt anvendte opløsningsmiddel. Efter den foretagne dispergering af pigmentet indstilles dispergeringschargen med yderligere bindemiddel eller ved tilsætning af bindemiddelopløsning på den ønskede pigmentkoncentration. I modsætning dertil fremstiller man i henhold til opfindelsen ud fra finedelte, stærkt agglomererede og hvad angår krystalstrukturen stærkt forvredne råpigmenter farvestærke pigmentpastaer ved indføring af råpigmenterne i opløsningsmidler eller i harpiksopløsninger, der er velegnet til trykke- og lakfarver, og ved røring eller blanding. Ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen er en besværlig æltning ikke nødvendig.

Det har vist sig, at man under anvendelse af fremgangsmåden ifølge opfindelsen - i modsætning til de hidtil foreliggende erfaringer og litteraturangivelser - opnår farvestærke pigmentpastaer til

trykke- og lakfarver direkte uden nogen forudgående behandling af pigmenterne.

I den foreliggende ansøgning betegner man som råpigmenter sådanne pigmenter, der foreligger i form af fine, stærkt agglomererede, og hvad angår krystalopbygningen stærkt forvredne partikler, hvis primære partikelstørrelse ikke andrager over  $1/\mu$ , og hvorved partiklerne udviser en overflade, målt i henhold til BET-metoden, på mellem 0,5 og  $15 \text{ m}^2/\text{g}$ . Pigmenter, der udviser de angivne egenskaber, foreligger ikke på trods af deres fine fordeling i en til anvendelsen som pigment velegnet form.

Råpigmenterne kan f.eks. anvendes i den form, hvori de foreligger direkte efter syntesen. Nogen formering er ikke nødvendig.

Som råpigmenter kommer f.eks. følgende i betragtning: det på basis af aluminiumchlorid-natriumchlorid-smelten ved dekomponering med vand fremkomne polychlor-, polychlorbrom- og polybromkobberphthalocyanin eller rå-kobberphthalocyaniner med et chlorindhold på 0 til 10 vægt-%, hvilke er blevet underkastet en tør formaling i kuglemøller eller andre findelingsmaskiner, desuden persyrer deraf, såsom diimidierne, N,N'-dialkylimiderne eller N,N'-diarylimiderne, quinacridon og derivater deraf eller anthraquinoide pigmenter efter genopløsningen med svovlsyre af varierende koncentration eller anthraquinoide pigmenter eller persyrederivater efter oxidationen af de tilsvarende reducerede forbindelser. Disse forbindelser kan også være fremstillet i vandigt medium, direkte ved kondensation.

Pigmenter, hvis primærpartikelstørrelse andrager mere end  $1/\mu$ , kan i henhold til fremgangsmåden ifølge opfindelsen ikke forarbejdes direkte. De kan dog ved formaling uden additiver i kuglemøller eller røreværkskuglemøller (attritorer) bringes på en velegnet form.

Til fremstilling af pigmentpastaer til lak- og trykkefarver kommer som velegnede opløsningsmidler f.eks. følgende materialer i betragtning: aromatiske eller alifatiske carbonhydrider, såsom benzen, toluen, ethylbenzen, xylenerne, chlorbenzen, benzin- og mineraloliefraktioner, chlorerede, alifatiske carbonhydrider, såsom ethylchlorid og tetrachlorethylen, alifatiske eller aralifatiske

alkoholer og phenoler, såsom methanol, ethanol, propanol, isopropanol, butanolerne, glycolerne, diacetonalkohol, benzylalkohol, polyglycoler, phenol, alkylsubstituerede phenoler og naphtholer, acetophenon, cyklohexanon, eller estere af organiske syrer, såsom eddikesyre, propionsyre, glycolsyre, mælkesyre forestret med alifatiske alkoholer og glycoler, carboxylsyreamider som dimethylformamid, ethere som glycolethyl- og diglycolalkylether eller blandinger af de anførte opløsningsmidler.

Opløsningsmidlerne kan allerede indeholde naturlige og/eller syntetiske, organiske harpikser som bindemiddel. Som eksempler på sådanne bindemidler kan anføres naturharpikser, såsom kolophonium, kopal, dammar og schellak, forædlede naturharpikser, såsom polymert kolophonium, med alifatiske mono- og divalente alkoholer og/eller mono- eller divalente phenoler forestret kolophonium eller kalk-, zink- og magnesiumsalte af kolophonium eller syntetiske harpikser, såsom maleinsyreharpikser, phenolharpikser, urinstofharpikser, aldehydharpikser, ketonharpikser, polyesterharpikser, acrylharpikser, polyvinylacetatharpikser, polystyrenharpikser, polyisobutylen, celluloseestere, celluloseethere, kautsjukderivater, polyamider, epoxidharpikser og siliconharpikser.

Til fremstilling af pigmentpastaer kan det findelte råpigment f.eks. indstrøs eller indrøres i opløsningsmidlet, opløsningsmiddelblandingen eller i harpiksopløsningen, og blandingen behandles derpå ved temperaturer mellem stuetemperatur og 200°C, fortrinsvis mellem 20 og 160°C. I afhængighed af blandingens flydeforhold er en simpel omrører, såsom en dissolver, en attritor, en ælter, et valseværk eller en blander, tilstrækkelig til behandlingen. Forholdet mellem pigment og væske skal derved som anført andrage 1:20 til 1:1. Behandlingens varighed, d.v.s. det tidsrum, indenfor hvilket pigmentet udvikler de optimale, koloristiske egenskaber, afhænger af pigmentet, af det anvendte opløsningsmiddel, af det eventuelt anvendte bindemiddel og af behandlingstemperaturen. Behandlingens varighed ligger mellem nogle minutter og flere dage, hvorved dette tidsrum kan forkortes ved temperaturforøgelse og ved foranstaltninger, der understøtter befugtningen, såsom additiver eller energi. Mineralolieholdige harpiksopløsninger af kobberphthalo-

cyanin skal ifølge opfindelsen hensigtsmæssigt behandles nogle timer ved 60 til 80°C. Efter behandlingen kan det ønskede pigmentindhold eller den ønskede viskositet og farvens nuance indstilles ved tilsætning af yderligere opløsningsmidler, af harpiks eller af en blanding deraf.

Fremgangsmåden ifølge opfindelsen medfører en væsentlig simplificering ved fremstillingen af trykkefarver og lakker og medfører overhovedet ikke dannelse af affaldsprodukter, der forurener luft og spildevand. De i blandingen foreliggende pigmenter udviser en meget regelmæssig partikelstørrelse og er særligt godt fordelt. Af denne grund er tryk eller lakeringer, der er fremstillet ved hjælp af disse blandinger, særligt farvestærke og strålende.

De i det følgende angivne dele og procentangivelser er på vægtbasis.

#### Eksempel 1

23 dele af et malet råpigment af kobberphthalocyanin med en BET-overflade på 8 m<sup>2</sup>/g, en primærpartikelstørrelse på mellem 0,01 og 0,1 μ og en størrelse af agglomeraterne på gennemsnitligt 1 til 100 μ og et indhold af α-modifikationen på 38% udsættes for en rivning med 31 dele af en modificeret kolophonium-harpiks, 10 dele nonylphenol og 36 dele mineralolie (kogepunkt 150-300°C) i 30 minutter ved 70°C i en røreværkskuglemølle. Herved fremkommer der en grindometerfin trykkepasta, der ved offset-metoden lader sig forarbejde til særligt transparente og strålende tryk. Kobberphthalocyaninet i det færdige præparat i dette eksempel og i de øvrige eksempler har specifikke overflader, der bestemt i henhold til BET-metoden har værdier mellem 55 og 70 m<sup>2</sup>/g. På basis af optagelser udført med elektronmikroskop bestemtes partikelstørrelsen af det behandlede pigment til mellem 0,05 og 0,5 μ.

#### Eksempel 2

50 dele af det i eksempel 1 beskrevne råpigment, 10 dele nonylphenol og 40 dele mineralolie (kogepunkt 150 til 300°C) temperaturbehandles ved 70°C i en rørekedel i 40 timer. Derved fremkommer en på fremragende måde dispergeret, grindometerfin pigmentpasta.



30 dele af denne pasta sammenrøres i 30 minutter med 32 dele af en modificeret kolophonium-harpiks, 33 dele mineralolie (kogepunkt 150-300°C) og 5 dele af en oliemodificeret alkydharpiks i en dissolver. Efter en passage i et stativ med tre valser (presseovertryk 10 atm.) fremkommer der en fuldstændig homogen trykkepasta. På basis af optagelser udført med elektronmikroskop bestemtes partikelstørrelsen af det behandlede pigment til mellem 0,05 og 0,5  $\mu$ .

#### Eksempel 3

50 dele af det i eksempel 1 beskrevne råpigment og 50 dele toluen holdes i omrøring ved 70°C i 6 timer. 16 dele af denne pasta omrøres med 84 dele 35% phenol-modificeret kolophoniumharpiks-opløsning i toluen i 20 minutter i en dissolver.

Der fremkommer herved en toluen-dybtrykfarve med fremragende tryk-tekniske egenskaber, der ved forarbejdningen giver anledning til fremkomsten af strålende tryk. På basis af optagelser udført med elektronmikroskop bestemtes partikelstørrelsen af det behandlede pigment til mellem 0,05 og 0,5  $\mu$ .

#### Eksempel 4

33 1/3 del af det i eksempel 1 beskrevne råpigment, 33 1/3 del toluen og 33 1/3 del ethanol temperaturbehandles i 3 dage med 70°C. Derved fremkommer der en pasta, der let lader sig dispergere i 600 dele af en nitrocelluloseopløsning. På denne måde kan man fremstille tryk med optimale egenskaber hvad angår farvestyrke, renhed og glans. Kobberphthalocyaninet i det færdige præparat har, bestemt i henhold til BET-metoden, en specifik overflade på 65 m<sup>2</sup>/g. På basis af optagelser udført med elektronmikroskop bestemtes partikelstørrelsen af det behandlede pigment til mellem 0,05 og 0,5  $\mu$ .

#### Eksempel 5

100 dele af den i henhold til eksempel 4 fremkomne pasta lader sig på fremragende måde dispergere ved indrøring i 600 dele af en opløsning af et carboxylgruppeholdigt blandingspolymerisat af vinylchlorid og vinylacetat. Hermed frembragte tryk har optimale koloristiske egenskaber.

Eksempel 6

100 dele af den i henhold til eksempel 4 fremkomne pasta bliver ved hjælp af dissolveren rørt sammen med 300 dele af en 35% polyamid-harpiksopløsning. Derved fremkommer en flexotrykkefarve, der giver anledning til dannelse af tryk med udmærkede koloristiske egenskaber.

Eksempel 7

400 dele råt polychlorkobberphthalocyanin (med en BET-overflade på  $14,5 \text{ m}^2/\text{g}$ , en primærpartikelstørrelse på 0,01 til  $1 \mu$  og en størrelse af agglomeraterne mellem 2 og  $100 \mu$ ) med et chloridindhold på 49,5% (fremstillet ved chlorering af kobberphthalocyanin i en smelte af aluminiumchlorid/kogsalt) "flushes" som pressemateriale i en ælter med 400 dele mineralolie (kogepunkt 150 til  $300^\circ\text{C}$ ). Det fra-separerede vand hældtes fra, og portionen opvarmes i 4 timer til 100 til  $110^\circ\text{C}$ . 72 dele af den således frembragte pasta sammenrøres med 48 dele mineralolie og 80 dele af en modificeret kolophonium-harpiks. I denne fremkomne trykkepasta er pigmentet fordelt på fremragende måde. På basis heraf kan man fremstille farvestærke og strålende tryk.

Eksempel 8

10 dele af et malet råpigment af flavanthron (BET-overflade  $8,4 \text{ m}^2/\text{g}$ , primærpartikelstørrelse 0,01 til  $0,1 \mu$ , agglomeratstørrelse mellem 1 og  $50 \mu$ ) indføres i 90 dele af en lak af 67 dele alkydharpiks (30% i xylen), 17 dele urinstofformaldehyd-harpiks (30% i butanol) og 16 dele ethylenglycol, og blandingen holdes under omrøring i 1 til 2 timer ved  $40^\circ\text{C}$ . Derpå dispergeres blandingen i en røreværkskuglemølle i 20 minutter til 1 time, indtil den ønskede finfordeling eller viskositet er frembragt. 4 dele af den således fremstillede, brogede lak blandes med 30 dele af en hvid lak, der indeholder 30% titandioxid, afluftes, sprøjtes eller neddykkes og indbrændes i 20 minutter ved  $120^\circ\text{C}$ . De fremkomne lakeringer er hvad angår farvestyrken og renheden af farvetonen overlegne i forhold til lakeringer med lakker, der indeholder det samme pigment, der dog er fremstillet og efterbehandlet på sædvanlig måde (40 timers formaling med salt, fjernelse af saltet ved behandling med vand, filtrering, vaskning til pigmentet er saltfrit, tørring og maling). På basis af optagelser udført med elektronmikroskop bestemtes partikelstørrelsen af det behandlede pigment til mellem 0,05 og  $0,25 \mu$ .

Eksempel 9

10 dele af et malet kobberphthalocyanin-råpigment (BET-overflade  $8,5 \text{ m}^2/\text{g}$ ; størrelse af primærpartiklerne  $0,01$  til  $0,15 \mu$ ; størrelse af agglomeraterne  $1$  til  $100 \mu$ ) med et chlorindhold på  $2,3\%$  indføres i 90 dele af en lak af 67 dele alkydharpiks (30% i xylen), 17 dele urinstof-formaldehyd-harpiks (30% i butanol) og 16 dele ethylenglycol, og der foretages en omrøring i 6 timer ved  $50^\circ\text{C}$ . Derpå dispergeres blandingen i en røreværkskuglemølle i 30 minutter. Herved fremkommer en lakpasta med fremragende pigmentfordeling. Lakpastaen frembringer efter indarbejdning i en alkydharpikslak overtræk med et særligt udpræget, strålende udseende.

Eksempel 10

15 dele af et malet råpigment af kobberphthalocyanin med en BET-overflade på  $5,5 \text{ m}^2/\text{g}$  (primærpartikelstørrelse  $0,01$  til  $0,1 \mu$ ; størrelse af agglomeraterne  $2$  til  $80 \mu$ ) og et indhold af  $\alpha$ -modifikation på  $58\%$  indføres i en opløsning af 25 dele af en ketonharpiks i 60 dele af en opløsningsmiddelblanding bestående af lige andele xylen, butanol og ethylglycol, og portionen holdes under langsom omrøring i 4 timer ved  $90^\circ\text{C}$ . Uden opbud af gnidningsenergi fremkommer der en stampasta, der indeholder pigmentet i fremragende fordeling.

Til fremstilling af en pigmenteret acrylat-melamin-harpiks indføres 35 dele af stampastaen i en blanding af 42,5 dele af en acrylat-lak (acrylat-harpiks 50% i butanol/xylen 1:1) og 22,5 dele af melamin-lak (melamin-harpiks 55% i butanol/xylen 1:1), og blandingen omrøres i 10 minutter i en dissolver. På denne måde fremkommer der farvestærke lakeringer med et udmærket strålende udseende. På basis af optagelser udført med elektronmikroskop bestemtes partikelstørrelsen af det behandlede pigment til mellem  $0,05$  og  $0,5 \mu$ .

Hvis et af de sædvanlige, kommercielle kobberphthalocyaninpigmenter forarbejdes på den samme simple måde, fremkommer der kun en farvesvag, mat og plettet lakering.

På samme måde kan denne stampasta også indarbejdes i andre laksystemer, f.eks. alkyd-melamin-lakker eller lufttørrende laksystemer.

Eksempel 11

5 dele af et i en kuglemølle uden malehjælpemiddel malet kondensationsprodukt af p-chloranilin og perylen-3,4,9,10-tetracarboxylsyre (BET-overflade  $7,4 \text{ m}^2/\text{g}$ , størrelse af primærpartiklerne 0,01 til 0,2  $\mu$ ; størrelse af agglomeraterne 3 til 120  $\mu$ ) bringes i omrøring i 30 minutter i røreværskuglemølle sammen med 45 dele af en lak, der består af 22 dele alkydharpiks, 10 dele melaminharpiks og 68 dele af en blanding af xylen, butanol og glycolmonoethylether i lige store andele. Herved fremkommer der en lak, der har en udmærket pigmentfordeling, og som giver anledning til dannelse af overtræk med et særlig godt, strålende udseende. På basis af optagelser udført med elektronmikroskop bestemtes partikelstørrelsen af det behandlede pigment til mellem 0,05 og 0,5  $\mu$ .

## P a t e n t k r a v :

-----  
Fremgangsmåde til fremstilling af farvestærke pigmentpastaer til trykke- og lakfarver, ved hvilken pigmenterne uden forudgående behandling indarbejdes i til trykke- og lakfarver velegnede opløsningsmiddelblandinger eller i til trykke- og lakfarver velegnede harpiksopløsninger, k e n d e t e g n e t ved, at der som pigmenter anvendes findelte, hvad angår krystallisationen forvredne og stærkt agglomererede, organiske råpigmenter med en primærpartikelstørrelse på under  $1 \mu$  og en BET-overflade på mellem 0,5 og  $15 \text{ m}^2/\text{g}$ , at forholdet mellem råpigment og væske andrager mellem 1:20 og 1:1 og at indarbejdningen sker ved simpelblanding eller røring i et røreapparat, en attritor, en ælter, et valseværk eller en blander, ved stuetemperatur og indtil  $200^\circ\text{C}$ , indtil pigmentet udviser optimale, koloristiske egenskaber.

Fremdragne publikationer:

DK patentansøgninger nr. 463/71 (patent nr. 138232), 1577/69  
DK fremlæggelsesskrift nr. 113569 (patent nr. 113569).  
NO patent nr. 97290.