



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 357 894**

51 Int. Cl.:  
**C09B 67/22** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **04803622 .2**

96 Fecha de presentación : **08.12.2004**

97 Número de publicación de la solicitud: **1694778**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **30.08.2006**

54 Título: **Preparados de pigmentos monoazo a base de pigmento amarillo C.I. 74.**

30 Prioridad: **12.12.2003 DE 103 58 209**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**03.05.2011**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**03.05.2011**

73 Titular/es:  
**CLARIANT PRODUKTE (Deutschland) GmbH**  
**Brüningstrasse 50**  
**65929 Frankfurt am Main, DE**

72 Inventor/es: **Grimm, Felix, W.;**  
**Schüller, Jörg;**  
**Nieradzik, Wojciech;**  
**Sindermann, Werner;**  
**Weber, Joachim;**  
**Jung, Rüdiger y**  
**Nestler, Bernd**

74 Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

ES 2 357 894 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCION

Preparados de pigmentos monoazo a base de pigmento amarillo Cl. 74

5 La presente invención se refiere a preparados de pigmentos monoazo a base de pigmento amarillo C.I. 74, así como a su preparación y uso para la tinción de materiales de elevado peso molecular.

El documento US-A-3 759 733 da a conocer preparados de pigmentos a base del producto de acoplamiento de una anilina diazotada con una acetoacetilarilamida y un colorante soluble en agua.

10 El documento JP-45-11026 da a conocer asimismo preparados de pigmentos a base del producto de acoplamiento de una anilina diazotada con una acetoacetilarilamida y un colorante soluble en agua.

El documento EP-A-1 316 588 da a conocer preparados de pigmentos especiales con derivados sustituidos con carbonamida o sulfonamida.

15 En el caso de utilizar preparados de pigmentos para la tinción de materiales orgánicos de elevado peso molecular se establecen altos requisitos a las propiedades técnicas de aplicación de los pigmentos tales como elevadas intensidades de color, una elevada policromía (croma) y una buena estabilidad frente a la luz y resistencia a la intemperie. En el caso de empleo en sistemas de impresión se exigen bajas viscosidades de las tintas de imprenta, en el caso de empleo en sistemas de barnices, se exigen solidesces irreprochables del sobrelacado, una baja viscosidad de los concentrados de barniz altamente pigmentados (base molida) y los barnices acabados y, en particular en el caso de barnices metálicos, una elevada transparencia y tonalidades brillantes. En el caso de la tinción de materiales sintéticos se exige una buena capacidad de dispersión, lo cual se expresa, p. ej., en altas intensidades de color. Además, se desea una capacidad de empleo, a ser posible universal, en distintos sistemas, por ejemplo en sistemas acuosos y con contenido en disolventes.

20

25

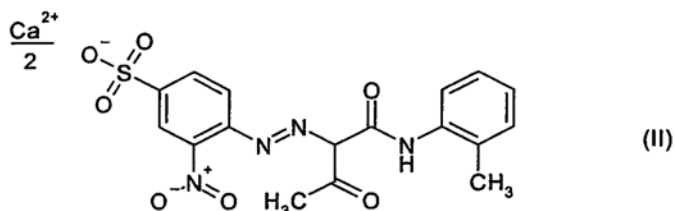
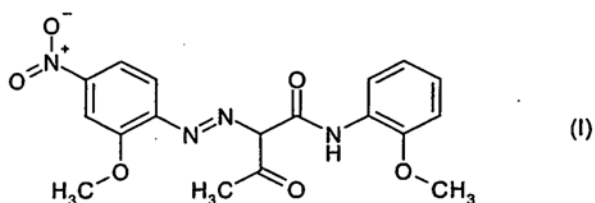
Los preparados de pigmentos monoazo conocidos a base de pigmento amarillo C.I. 74 no cumplen todas las exigencias actuales. Por lo tanto, existía la misión de encontrar preparados de pigmentos amarillos con propiedades mejoradas.

30

Se encontró que la misión se resuelve, sorprendentemente, mediante el preparado de pigmentos definido a continuación.

Objeto de la presente invención es un preparado de pigmentos que contiene el

pigmento amarillo (P.A.) C.I. 74 conforme a la fórmula (I) en calidad de pigmento base y pigmento amarillo C.I. 62 conforme a la fórmula (II) en calidad de dispersador de pigmentos.



5

Preparados de pigmentos preferidos en el sentido de la presente invención contienen

- 10 a) 50 a 99,9% en peso, preferiblemente 60 a 99,5% en peso, de manera particularmente preferida 65 a 99% en peso de pigmento amarillo C.I. 74,
- b) 0,1 a 25% en peso, preferiblemente 0,5 a 15% en peso, de manera particularmente preferida 1 a 10% en peso de pigmento amarillo C.I. 62,
- 15 c) 0 a 25% en peso, preferiblemente 0,1 a 15% en peso de coadyuvantes, en donde las proporciones de los componentes respectivos se refieren al peso total del preparado (100% en peso).

20 En calidad de coadyuvantes entran en consideración, por ejemplo, tensioactivos, agentes dispersantes, materiales de carga, agentes de ajuste, resinas, ceras, desespumantes, agentes anti-polvo, extendedores, antiestáticos, colorantes para el matizado, agentes conservantes, agentes retardadores del secado, aditivos para el control de la reología, humectantes, antioxidantes, absorbedores U.V, estabilizadores de la luz o una combinación de ellos.

Los componentes de matizado se emplean, de manera habitual, en cantidades de hasta 10% en peso y los coadyuvantes en cantidades de hasta 40% en peso, en cada

caso referidos a la cantidad total del pigmento amarillo C.I. 74 empleado de acuerdo con la invención. Sin embargo, también pueden presentarse cantidades mayores en casos excepcionales.

5 El preparado de pigmentos de acuerdo con la invención puede producirse según diferentes procedimientos, por ejemplo mezclando entre sí el pigmento base y el dispersador de pigmentos después de síntesis separada y, eventualmente, el o los coadyuvantes, o sintetizando conjuntamente el dispersador de pigmentos y el pigmento base.

10 El pigmento amarillo C.I. 74 y el pigmento amarillo C.I. 62 son compuestos conocidos que se pueden preparar mediante acoplamiento azo según procedimientos conocidos, en que se diazota una amina correspondiente y se acopla con la correspondiente acetoacetanilida en calidad de acoplador. En el caso del pigmento amarillo C.I. 62 se prepara habitualmente el ácido libre, es decir, el pigmento amarillo C.I. 62:1 o una sal ligeramente soluble del dispersador de pigmentos mediante  
15 acoplamiento azo y, a continuación, se barniza con una sal de calcio o hidróxido de calcio. Dado que el barnizado no siempre discurre de forma completa, también pueden estar contenidas todavía en el preparado de pigmentos de acuerdo con la invención pequeñas porciones de ácido sulfónico libre (pigmento amarillo C.I. 62:1) o de una de sus sales ligeramente solubles tales como, por ejemplo, la sal de sodio o potasio.

20 La adición del dispersador de pigmentos al pigmento base puede tener lugar en un lugar arbitrario en el procedimiento de preparación del pigmento base y en diferentes formas, por ejemplo el dispersador de pigmentos puede añadirse a la suspensión del pigmento base en forma de suspensión o en forma de una torta de prensado húmeda acuosa, la torta de prensado húmeda acuosa del pigmento base y  
25 del dispersador de pigmentos se pueden mezclar en correspondientes aparatos o se mezclan en estado seco entre sí, por ejemplo en forma de granulados o polvos. Una adición del dispersador de pigmentos antes del aislamiento del pigmento base puede suceder también, por ejemplo, antes o después de un tratamiento térmico de la suspensión del pigmento base.

30 En el caso de la síntesis común, los acoplamientos azo pueden suceder, en principio, de forma discontinua, directa o indirectamente, es decir, mediante la adición de la sal de diazonio al acoplador o viceversa, también puede elegirse un modo de proceder continuo mediante el empleo de una tobera mezcladora, de un micro-reactor

o de un micro-reactor a chorro y alimentación simultánea y continua de la sal de diazonio y del componente de acoplamiento.

5 Tanto la sal de diazonio como el componente de acoplamiento pueden emplearse disueltos o en forma de suspensión, en el caso del acoplamiento indirecto es también posible el empleo del componente de acoplamiento en forma sólida.

10 Los componentes de amina del pigmento base y del dispersador de pigmentos pueden diazotarse en común o por separado. Las sales de diazonio pueden añadirse, en el caso del acoplamiento directo, por separado o en común en forma de mezcla o, en el caso de un acoplamiento indirecto, disponerse en común. Los componentes de acoplamiento del pigmento base y del dispersador de pigmentos pueden presentarse en común en el caso del acoplamiento directo o añadirse en común o por separado en el caso del acoplamiento indirecto.

15 También se puede preparar primeramente uno de los componentes (pigmento base o dispersador de pigmentos) y llevarse a cabo el acoplamiento azo del segundo componente en presencia de la suspensión del primer componente.

20 Preferiblemente, el pigmento base se prepara mediante acoplamiento directo, añadiendo la sal de diazonio presente en forma de disolución o suspensión, a la suspensión recién precipitada del componente de acoplamiento, y el dispersador de pigmentos se añade en forma de una torta de prensado húmeda o en forma de un polvo seco a la suspensión acabada de acoplamiento del pigmento base.

Puede ser ventajoso llevar a cabo el acoplamiento en presencia de agentes habituales que fomenten el acoplamiento tales como, por ejemplo, óxidos de amina y óxidos de fosfina de cadena larga.

25 También pueden pasar a emplearse para la preparación de los productos de acoplamiento, acoplamientos en medio acuoso-orgánico u orgánico puro.

Los parámetros del procedimiento esenciales en el acoplamiento azo tales como, por ejemplo, tiempo, temperatura, valor del pH, empleo de tampones, disolventes o tensioactivos, son conocidos de la bibliografía por el experto en la materia.

30 Para conseguir las propiedades técnicas de aplicación deseadas, particularmente las propiedades colorísticas, puede ser necesario un tratamiento térmico de la suspensión de acoplamiento del pigmento base antes del aislamiento definitivo, el cual se puede llevar a cabo en presencia o ausencia del dispersador de pigmentos. Para ello, también la torta de prensado aislada y húmeda del pre- pigmento

se puede dispersar de nuevo en un medio líquido. En calidad de medios líquidos entran en consideración, junto al caldo de acoplamiento y agua, también disolventes orgánicos o una mezcla a base de agua y disolvente orgánico, en donde el agua y el disolvente orgánico no deben ser totalmente miscibles entre sí ni a temperatura ambiente ni tampoco a otras temperaturas, con el fin de crear una modificación de los cristales y/o una forma de los cristales y/o una distribución del tamaño de granos específicas para la aplicación. En el tratamiento térmico pueden aparecer temperaturas de, por ejemplo, 50 a 200°C. Como disolventes orgánicos entran en consideración: alcoholes con 1 a 10 átomos de C, glicoles, poliglicoles, éteres, glicol-éteres, polietilenglicolmonometiléter, polietilenglicoldimetiléter, cetonas, amidas de ácidos alifáticos, derivados de urea, amidas de ácidos carboxílicos cíclicas, nitrilos, aminas alifáticas o aromáticas, hidrocarburos alifáticos eventualmente halogenados, hidrocarburos aromáticos eventualmente sustituidos con alquilo, alcoxi, nitro, ciano o halógeno, heterociclos aromáticos, sulfonas y sulfóxidos, así como mezclas de estos disolventes orgánicos. Disolventes preferidos son alcoholes C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> en particular metanol, etanol, n- e iso-propanol, isobutanol, n- y terc.-butanol y alcohol terc.-amílico; cetonas C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub>, en particular acetona, metiletilcetona o dietilcetona; tetrahidrofurano, dioxano, etilenglicol, dietilenglicol o etilenglicol-alquil C<sub>3</sub>-C<sub>5</sub>-éter, en particular 2-metoxietanol, 2-etoxietanol, butilglicol, tolueno, xileno, etilbenceno, clorobenceno, o-diclorobenceno, N,N-dimetilacetamida, N-metilpirrolidona, dimetilsulfóxido o sulfolano.

La adición de coadyuvantes puede tener lugar en cualquier instante arbitrario, de una vez o en varias porciones. Estos pueden añadirse, por ejemplo, ya antes del acoplamiento, antes del acabado o sólo después del acabado, o también mediante mezcladura en estado seco.

En calidad de tensioactivos entran en consideración sustancias aniónicas o aniónicas activas, catiónicas o catiónicas activas y no iónicas o anfóteras, o mezclas de estos agentes.

En calidad de sustancias aniónicas activas entran en consideración, por ejemplo, tauridas de ácidos grasos, N-metiltauridas de ácidos grasos, isetionatos de ácidos grasos, sulfonatos de alquilfenilo, por ejemplo ácido dodecilbencenosulfónico, alquilnaftalinsulfonatos, alquilfenolpoliglicol-éter-sulfatos, alcohol graso-poliglicol-éter-sulfatos, poliglicol-éter-sulfatos de amidas de ácidos grasos, alquilsulfosuccinatos, semiésteres del ácido alquenilsuccínico, poliglicolétersulfosuccinatos de alcoholes

grasos, alcanosulfonatos, glutamatos de ácidos grasos, alquilsulfosuccinatos, sarcosidas de ácidos grasos; ácidos grasos, por ejemplo ácido palmítico, esteárico y oleico; las sales de estas sustancias aniónicas y jabones, por ejemplo sales alcalinas de ácidos grasos, ácidos nafténicos y ácidos resínicos, por ejemplo ácido abiético, 5 resinas solubles en álcalis, por ejemplo, resinas de maleinato modificadas con colofonia y productos de condensación a base de cloruro de cianuro, taurina, N,N'-dietilaminopropilamina y p-fenilendiamina. Se prefieren jabones de resina, es decir sales de metales alcalinos de ácidos resínicos.

En calidad de sustancias catiónicas activas entran en consideración, por 10 ejemplo, sales de amonio cuaternarias, oxalquilatos de amina grasa, polioxialquilenaminas, poliaminas oxalquiladas, poliglicoléteres de aminas grasas, aminas primarias, secundarias o terciarias, por ejemplo alquilaminas, cicloalquilaminas o alquilaminas cicladas, en particular aminas grasas, diaminas y poliaminas derivadas de aminas grasas o alcoholes grasos y sus oxalquilatos, imidazolininas derivadas de 15 ácidos grasos, compuestos o resinas de poliaminoamido o poliamino con un índice de amina entre 100 y 800 mg de KOH por g del compuesto de poliaminoamido o poliamino, y sales de estas sustancias catiónicas activas tales como, por ejemplo, acetatos o cloruros.

En calidad de sustancias no ionógenas y anfóteras entran en consideración, 20 por ejemplo, carboxiglicinatos de aminas grasas, aminóxidos, poliglicoléteres de alcoholes grasos, ésteres poliglicólicos de ácidos grasos, betaínas tales como, amida-N-propil-betaínas de ácido grasos, ésteres del ácido fosfórico de alcoholes alifáticos y aromáticos, alcoholes grasos o poliglicol-éteres de alcoholes grasos, amida-etoxilatos de ácidos grasos, aductos de alcoholes grasos y óxido de alquileo y 25 alquilfenolpoliglicoléteres.

Los agentes dispersantes pueden añadirse ya durante la preparación de los pigmentos, pero a menudo también en la incorporación de los pigmentos en los medios de aplicación a teñir, por ejemplo en la producción de barnices o tintas de 30 imprenta mediante dispersión de los pigmentos en los correspondientes aglutinantes. Pueden ser sustancias polímeras, por ejemplo poliolefinas, poliésteres, poliéteres, poliamidas, poli-iminas, poli-acrilatos, poli-isocianatos, copolímeros de bloques de los mismos, copolímeros a base de los correspondientes monómeros o polímeros de una clase que están modificados con unos pocos monómeros de otra clase. Estas

sustancias polímeras portan grupos de anclaje polares tales como, por ejemplo, grupos hidroxilo, amino, imino y amonio, grupos ácido carboxílico y carboxilato, grupos ácido sulfónico y sulfonato o grupos ácido fosfónico y fosfonato, y pueden estar modificados también con sustancias aromáticas. Además de ello, los agentes dispersantes también pueden ser sustancias aromáticas químicamente modificadas con grupos funcionales. Agentes dispersantes de este tipo son conocidos por el experto en la materia y, en parte, adquiribles en el comercio (p. ej. Solsperse®, Avecia; Disperbyk®, Byk-Chemie, Efka®, Efka). En lo que sigue se han de mencionar algunos tipos representativos, pero en principio pueden pasar a emplearse otras sustancias descritas arbitrarias, por ejemplo productos de condensación a base de isocianatos y alcoholes, dioles o polioles, aminoalcoholes o diaminas o poliaminas, polímeros a base de ácidos hidroxicarboxílicos, copolímeros a base de monómeros de olefina o monómeros de vinilo y ácidos carboxílicos y ésteres carboxílicos etilénicamente insaturados, polímeros con contenido en uretano de monómeros etilénicamente insaturados, poliésteres modificados con uretano, productos de condensación a base de haluros de cianuro, polímeros con contenido en compuestos de nitroxilo, poliéster-amidas, poliamidas modificadas, polímeros acrílicos modificados, agentes dispersantes con una estructura a modo de peine a base de poliésteres y polímeros acrílicos, ésteres del ácido fosfórico, polímeros derivados de triazina, poliéteres modificados. En este casos, estas estructuras básicas pueden continuar modificándose múltiples veces, por ejemplo mediante reacción química con otras sustancias portadoras de grupos funcionales o mediante formación de sales.

Grupos aniónicos de los agentes dispersantes, tensioactivos o resinas empleados como coadyuvantes también pueden barnizarse, por ejemplo mediante iones Ca, Mg, Ba, Sr, Mn o Al, o mediante iones amonio cuaternarios.

Con materiales de carga o extendedores se quieren dar a entender una pluralidad de sustancias conforme a las normas DIN 55943 DIN EN 971-1, por ejemplo los distintos tipos de talco, caolín, greda, dolomita, cal, sulfato de bario o dióxido de titanio. En este caso, se ha acreditado la adición, particularmente antes de la pulverización, del preparado de pigmentos secado.

El preparado de pigmentos de acuerdo con la invención puede pasar a emplearse, preferiblemente, como torta de prensado acuosa o granulado húmedo, por norma general se trata, sin embargo, de sistemas sólidos de una estructura capaz de



fluir en forma de polvo o de granulados.

Los preparados de pigmentos de acuerdo con la invención pueden emplearse para la pigmentación de materiales orgánicos de elevado peso molecular de origen natural o sintético, por ejemplo de materiales sintéticos, resinas, barnices, pinturas, 5 tóners y reveladores electrofotográficos, materiales electreto, filtros de color así como de tintas, tintas de imprenta y material de siembra.

Materiales orgánicos de elevado peso molecular que pueden ser pigmentados con los preparados de pigmentos de acuerdo con la invención son, por ejemplo, compuestos de celulosa tales como, por ejemplo, éteres y ésteres de celulosa, tales 10 como etilcelulosa, nitrocelulosa, acetatos de celulosa o butiratos de celulosa, aglutinantes naturales tales como, por ejemplo, ácidos grasos, aceites grasos, resinas y sus productos de transformación, o resinas sintéticas tales como policondensados, poliaductos, polimerizados y copolimerizados tales como, por ejemplo, aminoplastos, en particular resinas de urea-formaldehído y de melamina-formaldehído, resinas 15 alquídicas, resinas acrílicas, fenoplastos y resinas fenólicas tales como novolacas o resoles, resinas de urea, polivinilos tales como poli(alcoholes vinílicos), polivinilacetales, poli(acetatos de vinilo) o poliviniléteres, policarbonatos, poliolefinas tales como poliestireno, poli(cloruro de vinilo), polietileno o polipropileno, poli(met)-acrilatos y sus copolimerizados tales como ésteres del ácido poliacrílico o 20 poliacrilonitrilos, poliamidas, poliésteres, poliuretanos, resinas de cumarona-indeno y de hidrocarburos, resinas epoxídicas, resinas sintéticas insaturadas (poliésteres, acrilatos) con los diferentes mecanismos de endurecimiento, ceras, resinas de aldehídos y cetonas, goma, caucho y sus derivados y látices, caseína, siliconas y resinas de silicona; individualmente o en mezclas. En este caso, no importa si los 25 compuestos orgánicos de elevado peso molecular mencionados se presentan en forma de masas plásticas, masas fundidas o en forma de soluciones para hilatura, dispersiones, barnices, materiales para pinturas o tintas de imprenta. En función de la finalidad de aplicación se manifiesta como ventajoso utilizar los preparados de pigmentos de acuerdo con la invención en forma de mezcla o en forma de preparaciones o dispersiones. Referido al material orgánico a pigmentar, de elevado 30 peso molecular, los preparados de pigmentos de acuerdo con la invención se emplean en una cantidad de 0,05 a 30% en peso, preferiblemente de 0,1 a 15% en peso.

Los preparados de pigmentos de acuerdo con la invención son también

adecuados como agentes colorantes en tóners y reveladores electrofotográficos tales como, por ejemplo, tóners en polvo monocomponente o bicomponentes (también denominados reveladores monocomponente o bicomponentes), tóners magnéticos, tóners líquidos, tóners de látex, tóners de polimerización así como tóners especiales.

5 Aglutinantes de tóner típicos son resinas de polimerización, poliadición y policondensación tales como resinas epoxídicas de estireno, acrilato de estireno, estireno-butadieno, acrilato, poliéster, fenólicas, polisulfonas, poliuretanos, individualmente o en combinación, así como polietileno y polipropileno que pueden  
10 contener todavía otras sustancias constitutivas tales como agentes para el control de la carga, ceras o coadyuvantes de flujo, o pueden modificarse posteriormente con estos aditivos.

Además de ello, los preparados de pigmentos de acuerdo con la invención son adecuados como colorantes en polvos y barnices en polvo, en particular en barnices en polvo rociables de forma triboeléctrica o electrocinética, que pasan a emplearse  
15 para el revestimiento superficial de objetos, por ejemplo de metal, madera, material sintético, vidrio, cerámica, hormigón, material textil, papel o caucho. En calidad de resinas de barnices en polvo se emplean típicamente resinas epoxídicas, resinas de poliésteres con contenido en grupos carboxilo e hidroxilo, resinas de poliuretano y acrílicas, junto con endurecedores habituales. También encuentran aplicación  
20 combinaciones de resina. Así, por ejemplo, se emplean a menudo resinas epoxídicas en combinación con resinas de poliésteres con contenido en grupos carboxilo e hidroxilo. Componentes de endurecedor típicos (en función del sistema de resina) son, por ejemplo, anhídridos de ácido, imidazoles así como diciandiamida y sus derivados, isocianatos enmascarados, bisaciluretanos, resinas de fenol y melamina, isocianuratos  
25 de triglicidilo, oxazolininas y ácidos dicarboxílicos.

Objeto de la invención es, además, el uso de los preparados de pigmentos de acuerdo con la invención en calidad de colorantes para tintas de imprenta, en particular para tintas para impresoras de chorro de tinta.

Por tintas para impresoras de chorro de tinta se entienden tanto tintas sobre una base acuosa (incluidas tintas de microemulsión) como no acuosa ("basadas en  
30 disolventes"), tintas endurecibles por UV, así como tintas que trabajan según el procedimiento de fusión en caliente.

Tintas para impresoras de chorro de tinta sobre una base de disolvente

contienen, esencialmente, 0,5 a 30% en peso, preferiblemente 1 a 15% en peso del preparado de pigmentos de acuerdo con la invención, 70 a 95% en peso de un disolvente o mezcla de disolventes orgánicos y/o un compuesto hidrótopo. Eventualmente, las tintas para impresoras de chorro de tinta a base de disolventes

5 pueden contener materiales de soporte y aglutinantes que son solubles en el “disolvente” tales como, p. ej., poliolefinas, caucho natural y sintético, poli(cloruro de vinilo), copolímeros de cloruro de vinilo/acetato de vinilo, polivinilbutirales, sistemas de ceras/látex o combinaciones de estos compuestos.

Eventualmente, las tintas para impresoras de chorro de tinta a base de disolvente

10 pueden contener, además, aglutinantes y otros aditivos tales como p. ej. agentes humectantes, desgasificantes/desespumantes, agentes conservantes y antioxidantes.

Las tintas de microemulsión se basan en disolventes orgánicos, agua y, eventualmente, una sustancia adicional que actúa como inductor de la tensión superficial (tensoactivo). Las tintas de microemulsión contienen 0,5 a 30% en peso,

15 preferiblemente 1 a 15% en peso de un preparado de pigmentos de acuerdo con la invención, 0,5 a 95% en peso de agua y 0,5 a 95% en peso de disolventes orgánicos y/o inductores de la tensión superficial.

Tintas endurecibles por UV contienen, esencialmente, 0,5 a 30% en peso de un preparado de pigmentos de acuerdo con la invención, 0,5 a 95% en peso de agua, 0,5

20 a 95% en peso de un disolvente o mezcla de disolventes orgánicos, 0,5 a 50% en peso de un aglutinante endurecible por radiación y, eventualmente, 0 a 10% en peso de un fotoiniciador.

Las tintas de fusión en caliente se basan, la mayoría de las veces, en ceras, ácidos grasos, alcoholes grasos o sulfonamidas, que son sólidos a la temperatura ambiente y

25 que se vuelven líquidos al calentarlos, oscilando el intervalo de fusión preferido entre aprox. 60 y aprox. 140°C.

Las tintas para impresoras de chorro de tinta de fusión en caliente se componen esencialmente de 20 a 90% en peso de cera y 1 a 10% en peso de un preparado de pigmentos de acuerdo con la invención. Además, pueden estar

30 contenidos 0 a 20% en peso de un polímero adicional (en calidad de “disolvente de colorantes”), 0 a 5% en peso de agente dispersante, 0 a 20% en peso de un modificador de la viscosidad, 0 a 20% en peso de plastificante, 0 a 10% en peso de un aditivo de pegajosidad, 0 a 10% en peso de un estabilizador de la transparencia

(impide, p. ej., la cristalización de la cera), así como 0 a 2% en peso de un antioxidante.

Las tintas de imprenta de acuerdo con la invención, en particular tintas para impresoras de chorro de tinta, pueden prepararse incorporando por dispersión los  
5 preparados de colorantes en el medio de microemulsión, en el medio no acuoso o en el medio para la producción de la tinta endurecible por UV o en la cera para la preparación de una tinta para impresoras de chorro de tinta de fusión en caliente. Convenientemente, las tintas de imprenta para aplicaciones de chorro de tinta, obtenidas en este caso, se filtran a continuación (p. ej. a través de un filtro de 1 µm).

10 Además, el preparado de pigmentos de acuerdo con la invención es también adecuado como colorante para filtros de color, tanto para la producción de color aditiva como también para la sustractiva, así como colorantes para tintas electrónicas (“electronics inks” o “e-inks”) o “papel electrónico” (“e-paper”).

En la producción de los denominados filtros de color, tanto filtros de color reflectantes  
15 como transparentes, los pigmentos se aplican en forma de una pasta o como fotorresistores pigmentados en aglutinantes adecuados (acrilatos, ésteres acrílicos, poli-imidas, poli(alcoholes vinílicos), epóxidos, poliésteres, melaminas, gelatina, caseína) sobre los respectivos componentes de LCD (p. ej. TFT-LCD = pantallas de cristal líquido de transistor de película delgada o, p. ej. ((S TN-LCD = LCD de (super)  
20 nemático torcido). Junto a una elevada termoestabilidad, para una pasta estable o un fotorresistor pigmentado es también una premisa una elevada pureza de los pigmentos. Además de ello, los filtros de color pigmentados se pueden aplicar también mediante procedimientos de impresión por chorro de tinta u otros procedimientos de impresión adecuados.

25 Fue sorprendente que el preparado de pigmentos de acuerdo con la invención a base de P.A. 74 y P.A. 62 mostrara ventajas con respecto al preparado a base de P.A. 74 y P.A. 168 dado a conocer en el documento US-3 759 733, Ejemplo 14, tanto en su empleo en sistemas de tintas de imprenta con contenido en disolventes como también en sistemas de tintas de imprenta acuosos. Además, fue sorprendente que el  
30 preparado de pigmentos de acuerdo con la invención mostrara también ventajas en sistemas totalmente distintos de los sistemas de tintas de imprenta tales como lo representan sistemas de materiales sintéticos y sistemas de barnices.

Para valorar las propiedades en el sector de los materiales sintéticos, de la

pluralidad de materiales sintéticos conocidos se eligió un polietileno de alta densidad (HDPE).

Para valorar las propiedades de los pigmentos en el sector de la impresión se eligió, de la pluralidad de los sistemas de impresión conocidos, un sistema de huecograbado con alcohol-éster sobre una base de nitrocelulosa (NC) y un sistema de impresión flexográfica acuoso sobre una base de resina acrílica (FD).

Para valorar las propiedades de los pigmentos en el sector de los barnices en sistemas de barnices anhidros y basados en disolventes se eligió de una pluralidad de los barnices conocidos, un barniz de poliéster (PE) a base de acetobutirato de celulosa y una resina de melamina, así como un barniz que seca al aire (LA) a base de una resina alquídica de aceites de cadena larga.

Para evaluar las propiedades de los pigmentos en el sector de los barnices en sistemas de barnices acuosos se eligió de una pluralidad de los sistemas de barnices conocidos un barniz acuoso a base de poliuretano (PUR).

Para valorar la idoneidad de los preparados de pigmentos para uso en la producción de tóners electrofotográficos, se examinó su capacidad de dispersión en sistemas acuosos. Para ello, se eligió una pintura de dispersión blanca acuosa sobre una base de poli(acetato de vinilo) (PVA). El preparado de pigmentos se incorpora con agitación en este sistema de PVA en forma de una dispersión acuosa. La dispersión acuosa se compone de 17% en peso de preparado de pigmentos, 1,5% en peso de agente dispersante aniónico (p. ej. sulfato o sulfonato) y 81,5% en peso de agua, preparada mediante molienda con perlas cerámicas con un diámetro de 0,4 a 0,6 mm.

La determinación de la intensidad de color y del croma se realizó según las normas DIN 5033, DIN 55986 y DIN 53235.

La reología del material de molienda después de la dispersión (reología de base molida) se valoró visualmente con ayuda de la siguiente escala de cinco niveles

- 5 fluido
- 4 líquido
- 30 3 espeso
- 2 ligeramente atascado
- 1 atascado

La determinación de la viscosidad se realizó después de la dilución del material de molienda a la concentración final de pigmento con una visco-espátula según Rossmann, tipo 301 de la razón social Erichsen.

La viscosidad de las tintas de imprenta se midió mediante un viscosímetro de rotación.

- 5 Las mediciones del brillo tuvieron lugar en infusiones laminares bajo un ángulo de 20° según la norma DIN 67530 (ASTMD 523) con el aparato de medición de brillo "multigloss" de la razón social Byk-Mallinckrodt.

En los siguientes ejemplos, partes significan en cada caso partes en peso y los porcentajes significan en cada caso porcentajes en peso.

10

#### Ejemplo 1

##### a) Componente diazo

- 15 84 partes de 5-nitro-2-aminoanisol se suspenden en 210 partes de agua y 132,2 partes de ácido clorhídrico al 31%. Con 420 partes de una mezcla de hielo y agua se enfría hasta 0°C y mediante la adición de 85,2 partes de disolución de nitrito de sodio al 40% se diazota.

##### b) Acoplador

- 20 En 1345 partes de agua y 104 partes de lejía de sosa al 25% se disuelven 103,5 partes de acetoacet-o-anisidida. Después de la adición de 3,5 partes de una disolución acuosa al 20% de laurilsulfato de sodio, se enfría hasta 10°C mediante la adición de hielo. Mediante la adición de 48,1 partes de ácido acético al 80% precipita el acoplador. Después, se añade en una disolución de 20 partes de una resina de  
25 éster de colofonia modificada con ácido maleico en 168 partes de agua y 27,3 partes de lejía de sosa al 25% y se ajusta a pH 9,8 con ácido acético al 80%.

##### c) Acoplamiento

El componente diazo se añade al acoplador en el espacio de una hora.

30

##### d) Adición del dispersador de pigmentos y de un coadyuvante

Se añaden 3,9 partes de pigmento amarillo C.I. 62 y 3,9 partes de amina de grasa de sebo hidrogenada, disueltas en 50 partes de agua con 6,4 partes de ácido

acético al 80%. Luego se agita durante 17 horas a 80°C. La suspensión se filtra y la torta de prensado se seca a 130°C.

5 En los sistemas PE, LA y PUR se obtienen barnices de color intenso y transparentes y con una tonalidad pura.

En el sistema HDPE se obtienen coloraciones intensas con una elevada policromía (croma).

10 En los sistemas NC y FD se obtienen impresiones de color intenso con una tonalidad pura, un alto brillo y una elevada transparencia, la viscosidad de la tinta de imprenta es baja.

En el sistema PVA se obtienen coloraciones de color intenso y transparentes, de una tonalidad pura. Esto demuestra la buena capacidad de dispersión.

#### Ejemplo Comparativo 1

15 Se lleva a cabo el Ejemplo 1, con la única diferencia de que se emplean 3,9 partes de pigmento amarillo C.I. 168 en lugar de las 3,9 partes de pigmento amarillo C.I. 62.

#### Ventajas del Ejemplo 1 frente al Ejemplo Comparativo 1

20 El Ejemplo 1 se examina en diferentes sistemas frente al Ejemplo Comparativo 1.

Sistema de ensayo	Ejemplo 1	Ejemplo Comparativo 1
HDPE	Intensidad 1154 mg/kg para de color: 1/3 de la profundidad de color estándar Policromía: 99,7	Intensidad 1686 mg/kg para de color: 1/3 de la profundidad de color estándar Policromía: 93,7
PE	Intensidad de color notoriamente mayor que el Ejemplo Comparativo 1	Intensidad de color notoriamente menor que el Ejemplo 1
NC	Viscosidad: 79 mPas	Viscosidad: 98 mPas
FD	Viscosidad: 106 mPas	Viscosidad: 113,5 mPas

25 En el sistema HDPE, el Ejemplo 1 muestra una intensidad de color y un cromatismo incrementados, en los sistemas de impresión un reología reducida y en el

sistema PE una intensidad de color incrementada.

#### Ejemplo 2

380 g de un pigmento P.A. 74 usual en el comercio se mezclan mecánicamente  
5 con 20 g de dispersador de pigmentos P.A. 62.

En los sistemas FD y NC se obtienen impresiones de color intenso y de elevada pureza, la viscosidad de las tintas de imprenta es baja.

#### Ejemplo 3

10 380 g de un pigmento P.A. 74 usual en el comercio se mezclan mecánicamente con 40 g de dispersador de pigmentos P.A. 62.

En los sistemas FD y NC se obtienen impresiones de color intenso y de elevada pureza, la viscosidad de las tintas de imprenta es baja.

15 Ejemplo 4: Síntesis de P.A. 62 no barnizado

##### a) Componente diazo

109 partes de ácido o-nitroanilin-p-sulfónico se suspenden en 210 ml de agua y 118 ml de ácido clorhídrico al 31%. Con hielo se enfría hasta 4°C y se diazota con 65  
20 ml de disolución de nitrito de sodio al 40%.

##### b) Acoplador

1345 ml de agua, 80 ml de lejía de sosa al 25% y 95,5 g de acetoacet-o-toluidida se agitan durante 1 h, se enfrían con hielo hasta 10°C y luego el acoplador  
25 precipita con 45 ml de ácido acético al 80%. Con ácido acético se ajusta a pH 6,0.

##### c) Acoplamiento

La suspensión diazo se añade por debajo de la superficie de la suspensión de material de acoplamiento. La suspensión de acoplamiento se filtra y la torta de  
30 prensado se lava con agua. Se obtiene una torta de prensado acuosa-húmeda al 30% del P.A. 62 no barnizado.

#### Ejemplo 5



a) Componente diazo

42 partes de 5-nitro-2-aminoanisol se suspenden en 105 partes de agua y 59 ml de ácido clorhídrico al 31%. Con hielo se enfría hasta 0°C y se diazota mediante la adición de 33 ml de disolución de nitrito de sodio al 40%.

b) Acoplador y dispersador de pigmentos

En 672 ml de agua y 40 ml de lejía de sosa al 25% se disuelven 51,7 partes de acetaceto-o-anisidida. Después de la adición de 1,8 partes de una disolución acuosa al 30% de laurilsulfato de sodio se enfría hasta 10°C mediante la adición de hielo. Mediante la adición de 22 ml de ácido acético al 80% precipita el acoplador. Con ácido acético se ajusta a pH 6 a 7. Después, se añade una disolución de 10 partes de un éster de resina de colofonia modificado con ácido maleico en 84 ml de agua y 10,5 ml de lejía de sosa al 25% y se ajusta a pH 9,8 con ácido acético al 80%. Se añaden 3,2 partes de una torta de prensado acuosa-húmeda al 30% de P.A. 62 no barnizado, preparada conforme al Ejemplo 4.

c) Acoplamiento

El componente diazo se añade al acoplador en el espacio de una hora.

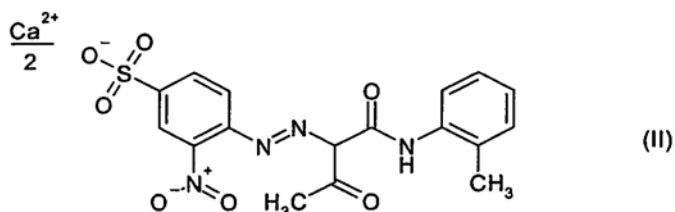
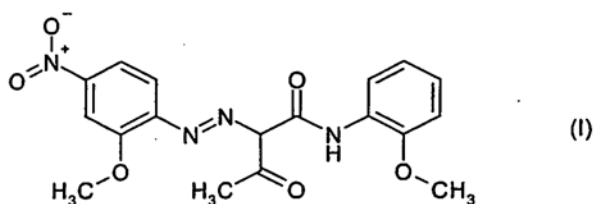
d) Adición de un coadyuvante y barnizado del dispersador de pigmentos

Se añaden 4,8 partes de amina grasa de coco. Luego se agregan 0,3 partes de cloruro de calcio disueltas en 30 partes de agua. Se calienta hasta 80°C con vapor y se agita durante 17 horas a 80°C. La suspensión se filtra y la torta de prensado se seca a 130°C.

En el sistema NC se obtienen impresiones de coloración intensa con una tonalidad pura y un elevado brillo y transparencia, la viscosidad de la tinta de imprenta es baja.

## REIVINDICACIONES

- 1.- Preparado de pigmentos que contiene el pigmento amarillo C.I. 74 conforme a la fórmula (I) en calidad de pigmento base y pigmento amarillo C.I. 62 conforme a la fórmula (II) en calidad de dispersador de pigmentos.



- 2.- Preparado de pigmentos según la reivindicación 1, que contiene
- 50 a 99,9% en peso de pigmento amarillo C.I. 74,
  - 0,1 a 25% en peso de pigmento amarillo C.I. 62,
  - 0 a 25% en peso de coadyuvantes,
- en donde las proporciones de los componentes respectivos se refieren al peso total del preparado (100% en peso).

- 3.- Preparado de pigmentos según la reivindicación 1 ó 2, que contiene
- 60 a 99,5% en peso de pigmento amarillo C.I. 74,
  - 0,5 a 15% en peso de pigmento amarillo C.I. 62,
  - 0,1 a 15% en peso de coadyuvantes,
- en donde las proporciones de los componentes respectivos se refieren al peso total del preparado (100% en peso).

4.- Preparado de pigmentos según una o varias de las reivindicaciones 1 a 3, que contiene

- a) 65 a 99% en peso de pigmento amarillo C.I. 74,
- b) 1 a 10% en peso de pigmento amarillo C.I. 62,
- 5 c) 0,1 a 15% en peso de coadyuvantes,

en donde las proporciones de los componentes respectivos se refieren al peso total del preparado (100% en peso).

5.- Procedimiento para la producción de un preparado de pigmentos según una o varias de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque se mezclan entre sí el pigmento base y el dispersador de pigmentos y, eventualmente, el o los coadyuvantes.

6.- Procedimiento para la producción de un preparado de pigmentos según una o varias de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque se sintetizan conjuntamente el dispersador de pigmentos y el pigmento base.

7.- Uso de un preparado de pigmentos según una o varias de las reivindicaciones 1 a 4, para la pigmentación de materiales orgánicos de elevado peso molecular de origen natural o sintético, por ejemplo de materiales sintéticos, resinas, barnices, pinturas, tóners y reveladores electrofotográficos, materiales de electreto, filtros de color así como de tintas, tintas para impresoras de chorro de tinta, tintas de imprenta y material de siembra.

8.- Uso según la reivindicación 7 para la pigmentación de sistemas de tintas de imprenta con contenido en disolventes y acuosos.