



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 360 554**

51 Int. Cl.:  
**C09B 67/04** (2006.01)  
**C09B 67/10** (2006.01)  
**C09B 67/48** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06724457 .4**  
96 Fecha de presentación : **20.04.2006**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1882019**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **30.01.2008**

54 Título: **Pigmento azoico finamente dividido y procedimiento para su producción.**

30 Prioridad: **06.05.2005 DE 10 2005 021 159**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**07.06.2011**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**07.06.2011**

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

72 Inventor/es: **Weber, Joachim;**  
**Meder, Magali;**  
**Schweikart, Karl-Heinz;**  
**Wilker, Gerhard y**  
**Alfter, Frank**

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

**ES 2 360 554 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).

## DESCRIPCIÓN

Pigmento azoico finamente dividido y procedimiento para su producción

- En el caso del empleo de pigmentos para la tinción de materiales orgánicos de alto peso molecular se establecen unos altos requisitos a las propiedades técnicas de aplicaciones de los pigmentos, tales como altas fuerzas cromáticas, una fácil dispersabilidad, una alta cromaticidad (croma) y una alta pureza del tono de color y buenas solideces frente a la luz y frente a las condiciones atmosféricas. Es deseable una aptitud lo más universal que sea posible para el empleo en la tinción de diferentes sistemas de alto peso molecular, tales como materiales sintéticos así como tintas de impresión y barnices acuosos/os y que contienen disolventes. Tanto en el caso de los barnices como también en el de las tintas de impresión, la tendencia se dirige hacia unas altas concentraciones de pigmento en la masa molida, y por lo tanto se solicitan unos concentrados para barnices y tintas de impresión pigmentados en alto grado o unos materiales de molienda (en inglés millbase) con una viscosidad a pesar de todo baja, asimismo la viscosidad del barniz o de la tinta de impresión acabado/a debe de estar adaptada a la aplicación. En el caso de las tintas de impresión se pide una alta transparencia, en los sistemas de barnices se desean unas irreprochables solideces frente al sobrebarnizado y solideces frente a los disolventes, una estabilidad frente a los álcalis y ácidos y, en particular, en el caso de barnizados metalizados, una alta transparencia y unos tonos de colores brillantes. En el caso de la tinción de materiales sintéticos se solicita una alta solidez frente al sangrado, una alta estabilidad frente al calor y una buena dispersabilidad, lo cual pasa a expresarse p.ej. en unas altas fuerzas cromáticas. Además, se desea una aptitud lo más universal que sea posible para el empleo en diferentes sistemas, por ejemplo en sistemas acuosos y que contienen disolventes.
- Otros sectores de empleo de los pigmentos son por ejemplo tóneres y reveladores electrofotográficos, tintas tales como por ejemplo tintas para la impresión por chorros de tinta (en inglés Ink Jet) o tintas electrónicas (e-inks), filtros cromáticos, o barnices en polvo, que en cada caso tienen sus requisitos especiales adicionales.

- En el caso de filtros cromáticos (en inglés color filter), mediante una luz transmitida de puntos de imagen de colores rojo, verde y azul se genera una imagen de color lleno. Junto a los filtros cromáticos "transmisivos" (o "no emisivos") (= luz transmitida o al trasluz) hay también filtros cromáticos "reflectivos", que entonces pueden trabajar eventualmente también con puntos de imagen de colores amarillo, cian y magenta. En el caso de los filtros cromáticos se establece diferencia entre filtros cromáticos de LCD (acrónimo de liquid crystal display = presentador visual de cristal líquido) de AM (acrónimo de active matrix = matriz activa) y de PM (acrónimo de passive matrix = de matriz pasiva), correspondiendo una importancia especial a los filtros cromáticos de LCD - TFT (acrónimo de thin film transistor = transistores de película delgada).

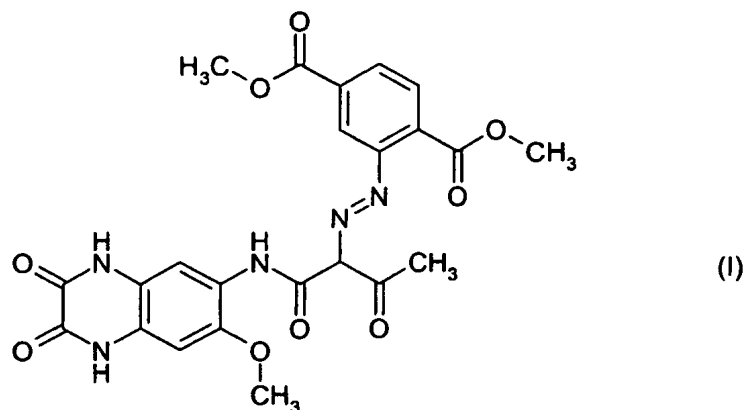
- Además de ello, los filtros cromáticos pueden encontrar empleo también en el caso de los MEMS (DMD) (= acrónimo de Micro-Electro-Mechanical Systems (Digital Micro Mirror Device) = sistemas micro-electro-mecánicos (con dispositivo de micro espejo digital), en el caso de los papeles electrónicos, así como también en otras apropiadas tecnologías de presentación visual.
- Los presentadores visuales de filtros cromáticos encuentran aplicación en los más diferentes sistemas electroópticos, tal como p.ej. en pantallas gráficas de monitores del tipo de Desk-Top (sobremesa horizontal) en pantallas gráficas de ordenadores, en pantallas gráficas de ordenadores portátiles (en inglés Laptops, portable computers), PDA (acrónimo de Personal Digital Assistants = asistentes digitales personales, ordenadores de bolsillo) así como en monitores de teléfonos móviles, videocámaras, GPS (acrónimo de global positioning systems = sistemas de posicionamiento global) y demás tipos de monitores así como en general en dispositivos de cristales líquidos y de carga acoplada (en inglés charge coupled devices), presentadores visuales en plasma o en presentadores visuales electroluminiscentes y de otros tipos. Los mencionados en último término pueden ser presentadores visuales ferroeléctricos activos (nemáticos torsionados, en inglés twisted nematic) o pasivos (nemáticos supertorsionados, en inglés supertwisted nematic) o p.ej. diodos emisores de luz.
- Además, los filtros cromáticos encuentran empleo en presentadores visuales de paneles planos (en inglés Flat Panel Displays) (= pantallas gráficas planas) que están reemplazando crecientemente a las habituales pantallas de televisión de rayos catódicos o que generalmente se pueden usar como paneles indicadores en un tamaño arbitrario para información inmóvil y móvil.

- Una típica estructura de filtro cromático de LCD se puede describir esquemáticamente de la siguiente manera: Entre dos placas de vidrio se encuentra una delgada capa con cristales líquidos. La placa de vidrio superior tiene, junto a una serie de otros componentes funcionales, sobre la superficie exterior los correspondientes puntos de imagen, p.ej. de colores rojo, verde, azul (R,G,B). Estos puntos de imagen están enmarcados de color negro para obtener un mejor contraste, y hacia el exterior los puntos de imagen R, G, B están protegidos mediante una apropiada capa protectora contra las influencias del medio ambiente, tales como arañazos. La placa de vidrio inferior contiene todavía otros componentes funcionales tales como p.ej. ITO (de Indium Tin Oxide = óxido de indio y estaño) y TFT (Thin Film Transistors, transistores de película delgada), que entre otras cosas sirven para la activación de los puntos de imagen individuales.

Si a través de la placa de vidrio inferior se envía una apropiada luz (p.ej. una luz polarizada linealmente con una determinada longitud de onda), entonces el cristal líquido puede ser ajustado mediante activación y selección electrónica a "claro" u "oscuro" (o a cualquier etapa intermedia arbitraria)

De modo correspondiente, los puntos de imagen de los filtros cromáticos son abastecidos con luz y para el ojo humano resulta entonces una correspondiente imagen coloreada, móvil o inmóvil, que se constituye a base de R, G, B.

El documento de solicitud de patente europea EP-A-0 894 831 divulga pigmentos de quinoxalina-monoazoacetarilida, entre otros un pigmento de la fórmula (I)



10 En el procedimiento divulgado de producción, en la primera etapa el pigmento monoazoico se produce por copulación azoica y se aísla como una torta de prensa. En una segunda etapa, en un disolvente aprótico dipolar se lleva a cabo un acabado (finish) con disolvente. El Ejemplo 1 divulga como disolvente la N-metil-pirrolidona. Mediante una espectroscopia de rayos X se puede mostrar que, en el caso de este disolvente, la fase cristalina alfa original, presente después de la copulación azoica, es transformada en la fase cristalina beta. El acabado con disolvente proporciona un pigmento monoazoico de partículas gruesas de la fórmula (I) en la fase cristalina beta.

El documento EP-A 1.167.461 describe la producción de la forma beta del Pigmento Amarillo 213 en un microrreactor.

20 Las fases cristalinas alfa y beta del pigmento monoazoico de la fórmula (I) se distinguen por las siguientes líneas características en el diagrama de rayos X en polvo (Tabla 1, radiación alfa de Cu-K, doble ángulo de refracción, valores de 2 Theta en grados con un límite de error de +/- 0,2 grados, distancias de planos reticulares d en Å, intensidad relativa en tanto por ciento).

Tabla 1					
Alfa			Beta		
2 Theta	d	Int. rel.	2 Theta	d	Int. rel.
3,3	26,8	39	6,4	13,9	7
8,0	11,1	100	7,5	11,8	7
8,8	10,0	55	9,2	9,6	86
9,9	8,9	23	10,5	8,4	4
11,0	8,0	16	12,8	6,9	16
12,4	7,1	12	15,0	5,9	15
13,3	6,7	11	16,0	5,5	7
14,7	6,0	14	16,8	5,3	5
16,1	5,5	31	17,2	5,2	13
16,7	5,3	20	17,5	5,1	5
18,7	4,7	13	19,3	4,6	20
19,9	4,5	21	19,6	4,5	14
22,6	3,9	18	21,2	4,2	6
24,4	3,7	31	21,6	4,1	12
26,4	3,4	67	21,8	4,1	13
32,4	2,8	11	22,8	3,9	5
37,2	2,4	11	23,9	3,7	2
			25,3	3,5	4
			26,0	3,4	19
			26,6	3,4	100
			27,0	3,3	14
			27,8	3,2	7
			28,9	3,1	5
			30,1	3,0	4
			32,0	2,8	6
			32,3	2,8	6
			33,0	2,7	3

5 Un pigmento monoazoico de la fórmula (I) de partículas gruesas en la fase cristalina beta se distingue por un alto poder cubriente y por una buena capacidad de fluir en barnices. En diferentes aplicaciones se buscan sin embargo unas propiedades que no se pueden conseguir mediante un pigmento de partículas gruesas, por ejemplo un pigmento de partículas gruesas conduce, en la tinta para la impresión por chorros de tinta, a la obstrucción de las boquillas y no conduce a la alta transparencia solicitada en la impresión por chorros de tinta. Asimismo, un alto poder cubriente es prohibitivo para el empleo de un pigmento en tintas de impresión.

10 Subsistía la necesidad de un pigmento monoazoico finamente dividido, transparente y bien dispersable de la fórmula (I) en la fase cristalina beta y de un procedimiento para su producción

Se encontró que el pigmento monoazoico de la fórmula (I) es obtenible sorprendentemente en su fase cristalina beta así como en una forma finamente dividida, transparente y bien dispersable, cuando la fase cristalina alfa es sometida a una amasadura en una sal.

15 Es objeto del invento un pigmento monoazoico de la fórmula (I) en la fase cristalina beta, finamente dividido, que está caracterizado porque por lo menos 90 % en peso de las partículas tienen un diámetro equivalente de Stokes menor o igual que 130 nm, preferiblemente menor o igual que 100 nm.

20 El pigmento monoazoico de la fórmula (I) finamente dividido, conforme al invento, se distingue por una buena dispersabilidad. Esto se muestra al efectuar la determinación del diámetro equivalente de Stokes en la dispersión. La buena dispersabilidad y el bajo diámetro de las partículas conducen a una alta transparencia. La transparencia se puede describir con la relación de contraste  $C = Y_s/Y_w$ , siendo  $Y_s$  el valor de referencia de la claridad sobre negro e  $Y_w$  el valor de referencia de la claridad sobre blanco, y siendo  $Y$  uno de los tres valores de colores normalizados X/Y/Z, que forman la base para los diferentes sistemas cromáticos. En el caso del pigmento monoazoico de la fórmula (I) en la fase cristalina beta conforme al invento, los valores de la relación de contraste  $C = Y_s/Y_w$  están situados en menores o iguales que 0,22, de manera preferida menores o iguales que 0,20, en particular menores o iguales que 0,18.

Es objeto del invento también un procedimiento para la producción del pigmento monoazoico de la fórmula (I) en la fase cristalina beta, finamente dividido, que está caracterizado porque un pigmento monoazoico de la fórmula (I) en la fase cristalina alfa se somete a una amasadura en una sal.

5 La fase cristalina alfa del pigmento monoazoico de la fórmula (I) se puede producir por ejemplo por copulación azoica, tal como se describe en el documento EP-A-0 894 831.

La amasadura en una sal se efectúa amasando el pigmento monoazoico de la fórmula (I) en la fase cristalina alfa con un líquido orgánico y con una sal cristalina en forma de una pasta amasable, altamente viscosa.

10 Como una sal entran en cuestión sales de iones de metales mono-, bi- o trivalentes, tales como ejemplo iones de metales alcalinos o alcalino-térreos, con ácidos inorgánicos, por ejemplo ácido clorhídrico, ácido sulfúrico o ácido fosfórico, o con ácidos orgánicos que tienen de 1 a 6 átomos de carbono, por ejemplo ácido fórmico y ácido acético. Unas sales preferidas son formiato de sodio; acetato de sodio o calcio, citrato de sodio, tartrato de potasio y sodio; cloruro de sodio, potasio, calcio, zinc o aluminio; sulfato de sodio o aluminio; carbonato de calcio; o mezclas de estas sales, y en particular cloruro de sodio. Las sales se emplean en la mayor parte de los casos en una cantidad mayor, por ejemplo en una cantidad múltiplo de 1 a 10 veces, preferiblemente de 2 a 8 veces, en particular de 3 a 6 veces, referida al peso del pigmento monoazoico. También se pueden emplear unas cantidades todavía mayores, pero éstas son antieconómicas.

15 Una sal usual en el comercio pueden ser de grano grueso y puede ser desmenuzada, antes del empleo en el caso de la amasadura en una sal, mediante una molienda.

20 El líquido orgánico pasa a emplearse en unas cantidades tales que el material de molienda forma una masa pastosa y viscosa. Las cantidades empleadas están situadas conforme a la experiencia entre una cantidad múltiplo de 0,05 a 0,8 veces, de manera preferida entre 0,1 y 0,4 veces, en particular entre 0,12 y 0,35 veces, referida al peso de la mezcla del pigmento monoazoico y de la sal. Como líquidos orgánicos entran en cuestión aquellos en los cuales el pigmento monoazoico y la sal son lo más insolubles que resulte posible. Ejemplos de tales líquidos orgánicos son alcoholes con 4 a 10 átomos de C, tales como por ejemplo butanoles, tales como n-butanol, iso-butanol, terc.-butanol, pentanoles tales como n-pentanol, 2-metil-2-butanol, hexanoles, tales como 2-metil-2-pentanol, 3-metil-3-pentanol, 2-metil-2-hexanol, 3-etil-3-pentanol, octanoles, tales como 2,4,4-trimetil-2-pentanol, ciclohexanol; o glicoles, tales como etilenglicol, di-, tri- o tetra(etilenglicol), propilenglicol, di-, tri- o tetra(propilenglicol), sorbitol o glicerol; poliglicoles, tales como poli(etilenglicoles) o poli(propilenglicoles); éteres, tales como metil-isobutil-éter, tetrahidrofurano, dimetoxietano o dioxano; éteres de glicoles, tales como el éter monoalquílico de etilen- o propilenglicol o de di(etilenglicol), pudiendo el alquilo representar metilo, etilo, propilo y butilo, por ejemplo butil-glicoles o metoxi-butanol; éteres monometílicos de poli(etilenglicoles), en particular los que tienen una masa molar media de 350 a 550 g/mol, y éteres dimetílicos de poli(etilenglicoles), en particular los que tienen una masa molar media de 250 a 500 g/mol; cetonas, tales como metil-isobutil-cetona, metil-etil-cetona o ciclohexanona; amidas de ácidos alifáticos, tales como formamida, dimetilformamida, N-metil-acetamida o N,N-dimetil-acetamida; derivados de urea, tales como tetrametil-urea; o amidas cíclicas de ácidos carboxílicos, tales como N-metil-pirrolidona, valero- o caprolactama; ésteres, tales como ésteres glicólicos de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> con ácidos carboxílicos; o ésteres dialquílicos de ácido ftálico o ésteres alquílicos de ácido benzoico. tales como ésteres de alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> con ácido benzoico o diésteres de alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub> con ácido ftálico; ésteres cíclicos, tales como caprolactona; nitrilos, tales como acetonitrilo, aminas alifáticas o aromáticas, tales como por ejemplo dimetilalanilina o dietilalanilina; hidrocarburos alifáticos o aromáticos halogenados tales como tetracloruro de carbono, tri- o tetracloroetileno; o benceno sustituido con alcoxi, nitro, ciano o halógeno, por ejemplo anisol, nitrobenzeno, diclorobencenos, triclorobencenos o benzonitrilo; heterociclos aromáticos, tales como piridina, morfolina, picolina o quinolina; 1,3-dimetil-2-imidazolidinona; sulfonas y sulfóxidos, tales como dimetilsulfóxido y sulfolano; así como mezclas de estos líquidos orgánicos. Se prefieren glicoles y éteres de glicoles, tales como etilenglicol, di(etilenglicol) o butil-glicol, dimetilformamida, N-metil-pirrolidona, dimetilsulfóxido, en particular di(etilenglicol), N-metil-pirrolidona y dimetilsulfóxido. Sin embargo es posible, pero generalmente no deseado, emplear una pequeña cantidad de agua, que no debería ascender a más de 25 % en peso del líquido total incluyendo el agua, que puede estar contenida en el pigmento monoazoico empleado.

50 En el caso de la amasadura en una sal pueden pasar a emplearse también ciertos ácidos, en particular unos ácidos que tienen un valor de pK menor que 4,8. De manera preferida se pueden emplear ácido fosfórico, ácidos carboxílicos, tales como ácido acético, ácido dodecil-benceno-sulfónico y en particular ácido sulfúrico.

La duración de la amasadura se orienta a los requisitos que se hayan de conseguir y al momento del cambio de la fase cristalina, éste puede ser de desde 30 minutos hasta de 48 horas o más largo; en la mayor parte de los casos está situado en el intervalo de 1 a 24, en particular de 2 a 8 horas.

55 Como amasadoras entran en consideración unas usuales amasadoras de un solo brazo o de múltiples brazos, continuas y discontinuas, preferiblemente amasadoras discontinuas de dos brazos, que ejercen unas fuerzas de cizalladura la más altas que sean posibles sobre la masa amasada. Unas usuales formas de paletas son las paletas de doble depresión (también denominadas paletas en sigma o Z) o las paletas de masticadores.

La temperatura al realizar el amasado está situada por encima del punto de fusión y por debajo del punto de ebullición del líquido orgánico.

De manera preferida se amasa a una temperatura de -20 a 150°C, en particular de 50 a 120°C, con una cantidad múltiplo de 4 a 6 veces, referida al peso del pigmento monoazoico, de cloruro de sodio como sal y con una cantidad múltiplo de 1 a 2 veces, referida al peso del pigmento monoazoico, de di(etilenglicol) como líquido orgánico.

5 Durante la amasadura, caso de que sea necesario, mediante adición posterior de un líquido orgánico y/o de una sal se puede ajustar o respectivamente mantener constante la consistencia viscosa de la masa amasada. La consistencia de la masa amasada se puede modificar durante la amasadura por ejemplo por evaporación del líquido orgánico o mediante la molienda del pigmento monoazoico para dar menores tamaños de granos.

Antes de la amasadura se puede llevar a cabo en principio una molienda previa en seco de un pigmento monoazoico con una sal, tal como se describe por ejemplo en el documento EP-A-1 411 091.

10 La sal empleada en el caso de la amasadura en una sal y el líquido orgánico se eliminan preferiblemente mediante una extracción acuosa a un valor ácido del pH. En este contexto se emplean en la mayor parte de los casos unos ácidos, que aceleran la disolución de la sal empleada, tal como por ejemplo el ácido clorhídrico, sulfúrico o acético. En la mayor parte de los casos se ajusta un pH menor que 3, preferiblemente de 1 a 2, o se extrae por agitación en un ácido al 1 hasta 10 % en peso.

15 Para la extracción se pueden añadir también disolventes orgánicos. La extracción se puede llevar a cabo a una temperatura arbitraria, siempre y cuando que el medio permanezca líquido, eventualmente también situada por encima del punto de ebullición de la mezcla. Puesto que se trabaja preferiblemente en un medio acuoso, se escogen unas temperaturas comprendidas entre 0 y 100°C, en particular entre 60°C y la temperatura de ebullición.

20 El pigmento monoazoico de la fórmula (I) en la fase cristalina beta, producido de acuerdo con el procedimiento conforme al invento, se puede aislar con los métodos usuales, por ejemplo por filtración, decantación o centrifugación. Preferiblemente se filtra. Los disolventes se pueden eliminar también por lavado. El pigmento monoazoico conforme al invento pasa a emplearse preferentemente en una forma sólida secada, en una constitución pulverulenta capaz de corrimiento o como un granulado, pero también como una torta de prensa por ejemplo acuosa.

25 En el pigmento monoazoico de la fórmula (I) finamente dividido conforme al invento pueden estar contenidos todavía unos vestigios o unas pequeñas cantidades del pigmento monoazoico de la fórmula (I) en la fase cristalina alfa, pero se trata de unas proporciones situadas por debajo de 10 % en peso, de manera preferida por debajo de 5 % en peso. Habitualmente, la transformación de las fases cristalinas se efectúa mediante el procedimiento conforme al invento de una manera tan completa que, en el diagrama de difracción de rayos X, la fase cristalina alfa no es ya visible.

30 En el caso de la amasadura en una sal, al realizar la extracción, a la torta de prensa o también después de la desecación se pueden añadir otros agentes auxiliares, tales como por ejemplo agentes tensioactivos, agentes dispersivos no pigmentarios y pigmentarios, materiales de carga, agentes de ajuste, resinas, ceras, agentes antiespumantes, agentes antiestáticos, agentes contra el desprendimiento del polvillo, agentes extendedores, agentes colorantes para la matización, agentes de conservación, agentes de retardo de la desecación, aditivos para la regulación de la reología, agentes humectantes, agentes antioxidantes, agentes absorbentes de los rayos UV, agentes estabilizadores frente a la luz, biocidas, o una combinación de ellos.

35 Como agentes tensioactivos entran en consideración sustancias aniónicas o aniónicamente activas, catiónicas o catiónicamente activas y no iónicas o anfóteras, o mezclas de estos agentes.

40 Con el concepto de agentes dispersivos no pigmentarios se entienden unas sustancias, que no se derivan estructuralmente de pigmentos orgánicos. Ellos son añadidos como agentes dispersivos o bien ya durante la producción de pigmentos, con frecuencia, sin embargo, al realizar la incorporación de los pigmentos en los medios de aplicación que se han de teñir, por ejemplo al realizar la producción de barnices o tintas de impresión por dispersamiento de los pigmentos en los correspondientes agentes aglutinantes.

45 Con el concepto de agentes dispersivos pigmentarios se entienden unos agentes dispersivos pigmentarios en sí conocidos, que se derivan de un pigmento orgánico como cuerpo de base y que se producen mediante una modificación química de este cuerpo de base, por ejemplo agentes dispersivos pigmentarios que contienen sacarina, agentes dispersivos pigmentarios que contienen piperidilo, agentes dispersivos pigmentarios que se derivan de perileno o naftaleno, agentes dispersivos pigmentarios con unos grupos funcionales, que están unidos con el cuerpo de base del pigmento a través de un grupo metileno, cuerpos de base de pigmentos modificados químicamente con polímeros, agentes dispersivos pigmentarios que contienen grupos de ácidos sulfónicos, sulfonamidas o ésteres de ácidos sulfónicos, agentes dispersivos pigmentarios que contienen grupos de éteres o tioéteres, o agentes dispersivos pigmentarios que contienen grupos de ácidos carboxílicos, ésteres de ácidos carboxílicos o

carboxamidas. Preferentemente se emplean aquellos agentes dispersivos pigmentarios que se derivan estructuralmente de pigmentos orgánicos con un color propio amarillo como cuerpo de base.

En el procedimiento conforme al invento se pueden emplear uno o varios agentes dispersivos pigmentarios en una proporción total de 0,1 a 25 % en peso, de manera preferida de 0,5 a 20 % en peso, en particular de 1,0 a 17,5 % en peso, referida al peso del pigmento monoazoico.

Unos grupos aniónicos de los agentes dispersivos no pigmentarios y pigmentarios, de los agentes tensioactivos o de las resinas, que se emplean como agentes auxiliares, pueden presentarse también con iones de valencia 1, 2 ó 3 en forma de sales, en particular enlacados, por ejemplo mediante iones de Ca, Mg, Ba, Sr, Mn o Al o mediante iones de amonio cuaternario. Por el concepto de materiales de carga y respectivamente extendedores se entienden un gran número de sustancias de acuerdo con las normas DIN 55943 y DIN EN 971-1, por ejemplo los diferentes tipos de talco, caolín, mica, dolomita, cal, sulfato de bario o dióxido de titanio.

Era sorprendente y no previsible que el cambio de la modificación cristalina de alfa a beta se puede establecer no solamente mediante el conocido acabado con disolventes, sino también mediante una amasadura en una sal. Era asimismo sorprendente el hecho de que resulta un nuevo pigmento monoazoico de la fórmula (I) en la modificación cristalina beta, finamente dividido, con unas propiedades hasta ahora no conocidas.

El pigmento monoazoico conforme al invento se distingue por unas sobresalientes propiedades colorísticas y reológicas, en particular una alta estabilidad frente a la floculación, una fácil dispersabilidad, una buena reología, una fuerza cromática, una transparencia y una saturación (croma) altas. Él es dispersable en muchos medios de aplicación con facilidad y hasta llegar a altas finuras. Tales dispersiones pigmentarias muestran unas sobresalientes propiedades reológicas incluso en el caso de una alta pigmentación de los concentrados para barnices o para tintas de impresión. También son muy buenas otras propiedades, tales como por ejemplo el brillo, la solidez frente al sobrebarnizado, la solidez frente a los disolventes, la solidez frente a los álcalis y a los ácidos, las solideces frente a la luz y frente a las condiciones atmosféricas y la pureza del tono de color.

El pigmento monoazoico conforme al invento se puede emplear sobresalientemente en filtros cromáticos. En este contexto, él procura un alto contraste y satisface también los demás requisitos que se establecen en el caso del empleo en filtros cromáticos, tales como una alta estabilidad térmica o unas bandas de absorción escarpadas y estrechas. Asimismo, es apropiado por ejemplo para aplicaciones en la impresión por chorros de tinta mediante su alta fuerza cromática, mediante la buena estabilidad en almacenamiento en el caso de una baja viscosidad de la tinta para impresión por chorros de tinta, que no muestra ninguna obstrucción de las boquillas y muestra una alta transparencia.

El pigmento monoazoico conforme al invento se puede emplear para la pigmentación de materiales orgánicos de alto peso molecular de procedencia natural o sintética, por ejemplo de materiales sintéticos, resinas, barnices, barnices en polvo, agentes colorantes para pinturas, tóneres y reveladores electrofotográficos, materiales para electretos, filtros cromáticos, así como de tintas, tintas de impresión y simientes.

Unos materiales orgánicos de alto peso molecular, que pueden ser pigmentados con el pigmento monoazoico conforme al invento, son por ejemplo ciertos compuestos de celulosa, tales como por ejemplo éteres y ésteres de celulosa tales como una etil-celulosa, una nitro-celulosa, acetatos de celulosa o butiratos de celulosa, agentes aglutinantes naturales, tales como por ejemplo ácidos grasos, aceites grasos, resinas y sus productos de transformación o resinas sintéticas, tales como policondensados, poliaductos, polímeros y copolímeros, tales como por ejemplo aminoplastos, en particular resinas de formaldehído con urea y con melamina, resinas alquídicas, resinas acrílicas, fenoplastos y resinas fenólicas, tales como novolacas o resoles, resinas de urea, polímeros polivinílicos tales como poli(alcoholes vinílicos), poli(vinil-acetales), poli(acetatos de vinilo) o poli(éteres vinílicos), policarbonatos, poliolefinas, tales como un poliestireno, un poli(cloruro de vinilo), un polietileno o un polipropileno, poli(met)acrilatos y sus copolímeros, tales como poliésteres de ácido acrílico o poli(acrilonitrilos), poliamidas, poliésteres, poliuretanos, resinas de cumarona e indeno y de hidrocarburos, resinas epoxídicas, resinas sintéticas insaturadas (poliésteres, acrilatos) con los diferentes mecanismos de dureza, ceras, resinas de aldehídos y de cetonas, caucho vulcanizado, caucho natural y sus derivados y latexes, caseína, siliconas y resinas de siliconas; individualmente o en mezclas. En este caso no desempeña ningún cometido si los mencionados compuestos orgánicos de alto peso molecular se presentan como masas plásticas, masas fundidas o en forma de soluciones de hilatura, dispersiones, barnices, pinturas o tintas de impresión. Dependiendo de la finalidad de utilización, se manifiesta como ventajoso usar el pigmento monoazoico conforme al invento como una mezcla preparada (en inglés blend) o en forma de preparaciones o dispersiones.

Es objeto del presente invento también un material orgánico de alto peso molecular, que contiene una cantidad eficaz colorísticamente del pigmento monoazoico de la fórmula (I) en la fase cristalina beta conforme al invento. Referido al material orgánico de alto peso molecular, que se ha de pigmentar, el pigmento monoazoico conforme al invento se emplea en la mayor parte de los casos en una proporción de 0,01 a 30 % en peso, de manera preferida de 0,1 a 15 % en peso.

El pigmento monoazoico conforme al invento es apropiado también como agente colorante en tóneres y reveladores electrofotográficos, tales como por ejemplo tóneres en polvo de un solo componente o de dos componentes (también denominados reveladores de un solo componente o de dos componentes), tóneres magnéticos, tóneres

líquidos, tóneres de polimerización así como tóneres especiales. Unos típicos agentes aglutinantes para tóneres son resinas de polimerización, poliadición y policondensación, tales como resinas epoxídicas de estireno, de estireno y acrilato, de estireno y butadieno, de acrilato, de poliésteres o de fenoles, polisulfonas, poliuretanos, individualmente o en combinación, así como un polietileno y un polipropileno, que pueden contener todavía otras sustancias constituyentes, tales como agentes de regulación de las cargas eléctricas, ceras o agentes coadyuvantes de la fluidez o que posteriormente se modifican con estos aditivos.

Por lo demás, el pigmento monoazoico conforme al invento es apropiado como agente colorante en polvos y barnices en polvo, en particular en barnices en polvo proyectables triboeléctricamente o electrocinéticamente, que pasan a utilizarse para el revestimiento superficial de objetos hechos por ejemplo de un/una metal, madera, material sintético, vidrio, material cerámico, hormigón, material textil, papel o caucho.

Además, el pigmento monoazoico conforme al invento es apropiado como agente colorante en tintas para la impresión por chorros de tinta sobre una base acuosa y no acuosa, así como en aquellas tintas que trabajan según el procedimiento de fusión en caliente (en inglés Hot-Melt).

En las tintas para impresión por chorros de tinta el pigmento monoazoico conforme al invento puede estar matizado también con otros agentes colorantes, tales como por ejemplo pigmentos y/o colorantes inorgánicos u orgánicos. En este caso, él se utiliza en conjuntos de tintas, que se componen de tintas de color amarillo, magenta, cian y negro, las cuales contienen como agentes colorantes ciertos pigmentos y/o colorantes. Por lo demás, ellos se pueden utilizar en unos conjuntos de tintas, que contienen adicionalmente uno o varios de los denominados "spot colors" (colores de motas) en los colores, por ejemplo, naranja, verde, azul, dorado y plateado.

En este contexto, se prefiere un conjunto de tintas de impresión, cuya preparación de color negro contiene de manera preferida negro de carbono como agente colorante, en particular un negro de carbono de gas o de horno; cuya preparación de color cian contiene de manera preferida un pigmento escogido entre el conjunto formado por los pigmentos de ftalocianina, indantrona o triarilcarbonio, en particular los pigmentos azules del Colour Index Pigment Blue 15, Pigment Blue 15:1, Pigment Blue 15:2, Pigment Blue 15:3, Pigment Blue 15:4, Pigment Blue 16, Pigment Blue 56, Pigment Blue 60 o Pigment Blue 61; cuya preparación de color magenta contiene de manera preferida un pigmento escogido entre el conjunto formado por los pigmentos monoazoicos, disazoicos, de  $\beta$ -naftol, de naftol AS, azoicos enlacados, complejos con metales, de bencimidazolona, antantrona, antraquinona, quinacridona, dioxazina, perileno, tioíndigo, triarilcarbonio o dicetopirrolopirrol, en particular los pigmentos rojos o violetas del Colour Index Pigment Red 2, Pigment Red 3, Pigment Red 4, Pigment Red 5, Pigment Red 9, Pigment Red 12, Pigment Red 14, Pigment Red 38, Pigment Red 48:2, Pigment Red 48:3, Pigment Red 48:4, Pigment Red 53:1, Pigment Red 57:1, Pigment Red 112, Pigment Red 122, Pigment Red 144, Pigment Red 146, Pigment Red 147, Pigment Red 149, Pigment Red 168, Pigment Red 169, Pigment Red 170, Pigment Red 175, Pigment Red 176, Pigment Red 177, Pigment Red 179, Pigment Red 181, Pigment Red 184, Pigment Red 185, Pigment Red 187, Pigment Red 188, Pigment Red 207, Pigment Red 208, Pigment Red 209, Pigment Red 210, Pigment Red 214, Pigment Red 242, Pigment Red 247, Pigment Red 253, Pigment Red 254, Pigment Red 255, Pigment Red 256, Pigment Red 257, Pigment Red 262, Pigment Red 263, Pigment Red 264, Pigment Red 266, Pigment Red 269, Pigment Red 270, Pigment Red 272, Pigment Red 274, y Pigment Violet 19, Pigment Violet 23 o Pigment Violet 32; cuya preparación de color amarillo contiene de manera preferida un pigmento escogido entre el conjunto formado por los pigmentos monoazoicos, disazoicos, de bencimidazolona, isoindolinona, isoindolina o perinona, en particular los pigmentos amarillos del Colour Index Pigment Yellow 1, Pigment Yellow 3, Pigment Yellow 12, Pigment Yellow 13, Pigment Yellow 14, Pigment Yellow 16, Pigment Yellow 17, Pigment Yellow 73, Pigment Yellow 74, Pigment Yellow 81, Pigment Yellow 83, Pigment Yellow 87, Pigment Yellow 97, Pigment Yellow 111, Pigment Yellow 120, Pigment Yellow 126, Pigment Yellow 127, Pigment Yellow 128, Pigment Yellow 139, Pigment Yellow 151, Pigment Yellow 154, Pigment Yellow 155, Pigment Yellow 173, Pigment Yellow 174, Pigment Yellow 175, Pigment Yellow 176, Pigment Yellow 180, Pigment Yellow 181, Pigment Yellow 191, Pigment Yellow 194, Pigment Yellow 196, Pigment Yellow 213 o Pigment Yellow 219; cuya preparación de color anaranjado contiene de manera preferida un pigmento escogido entre el conjunto formado por los pigmentos disazoicos, de  $\beta$ -naftol, de naftol AS, de bencimidazolona o de perinona, en particular los pigmentos anaranjados del Colour Index Pigment Orange 5, Pigment Orange 13, Pigment Orange 34, Pigment Orange 36, Pigment Orange 38, Pigment Orange 43, Pigment Orange 62, Pigment Orange 68, Pigment Orange 70, Pigment Orange 71, Pigment Orange 72, Pigment Orange 73, Pigment Orange 74 o Pigment Orange 81; cuya preparación de color verde contiene de manera preferida un pigmento escogido entre el conjunto formado por los pigmentos de ftalocianina, en particular los pigmentos verdes del Colour Index Pigment Green 7 o Pigment Green 36.

Adicionalmente, los conjuntos de tintas pueden contener todavía colorantes de matización, de manera preferida escogidos entre el conjunto formado por C.I. Acid (ácido) Yellow 17 y C.I. Acid Yellow 23; C.I. Direct (directo) Yellow 86, C.I. Direct Yellow 98 y C.I. Direct Yellow 132; C.I. Reactive (reactivo) Yellow 37; C.I. Pigment Yellow 17, C.I. Pigment Yellow 74, C.I. Pigment Yellow 83, C.I. Pigment Yellow 97, C.I. Pigment Yellow 120, C.I. Pigment Yellow 139, C.I. Pigment Yellow 151, C.I. Pigment Yellow 155 y C.I. Pigment Yellow 180; C.I. Direct Red 1, C.I. Direct Red 11, C.I. Direct Red 37, C.I. Direct Red 62, C.I. Direct Red 75, C.I. Direct Red 81, C.I. Direct Red 87, C.I. Direct Red 89, C.I. Direct Red 95 y C.I. Direct Red 227; C.I. Acid Red 1, C.I. Acid Red 8, C.I. Acid Red 80, C.I. Acid Red 81, C.I. Acid Red 82, C.I. Acid Red 87, C.I. Acid Red 94, C.I. Acid Red 115, C.I. Acid Red 131, C.I. Acid Red 144, C.I. Acid Red 152, C.I. Acid Red 154, C.I. Acid Red 186, C.I. Acid Red 245, C.I. Acid Red 249 y C.I. Acid Red 289; C.I. Reactive Red 21, C.I. Reactive Red 22, C.I. Reactive Red 23, C.I. Reactive Red 35, C.I. Reactive Red 63, C.I.



Reactive Red 106, C.I. Reactive Red 107, C.I. Reactive Red 112, C.I. Reactive Red 113, C.I. Reactive Red 114, C.I. Reactive Red 126, C.I. Reactive Red 127, C.I. Reactive Red 128, C.I. Reactive Red 129, C.I. Reactive Red 130, C.I. Reactive Red 131, C.I. Reactive Red 137, C.I. Reactive Red 160, C.I. Reactive Red 161, C.I. Reactive Red 174 y C.I. Reactive Red 180.

- 5 Las tintas para la impresión por chorros de tinta contienen por lo general en total de 0,5 a 15 % en peso, de manera preferida de 1,5 a 8 % en peso, (calculado en estado seco) del pigmento monoazoico conforme al invento. Las tintas en microemulsión se basan en disolventes orgánicos, agua y eventualmente una sustancia hidrófoba adicional (mediadora de interfases). Las tintas en microemulsión contienen por lo general de 0,5 a 15 % en peso, de manera preferida de 1,5 a 8 % en peso, del pigmento monoazoico conforme al invento, de 5 de 99 % en peso de agua y de 0,5 a 94,5 % en peso de un disolvente orgánico y/o compuestos hidrófobos.
- 10 Las tintas para la impresión por chorros de tinta "basadas en disolventes" (en inglés solvent based) contienen de manera preferente de 0,5 a 15 % en peso del pigmento monoazoico conforme al invento, de 85 a 99,5 % en peso de por lo menos un disolvente orgánico y/o compuestos hidrófobos.
- 15 Las tintas termofusibles (en inglés hot-melt inks) se basan en la mayor parte de los casos en ceras, ácidos grasos, alcoholes grasos o sulfonamidas, que son sólidas/os a la temperatura ambiente y se vuelven líquidas/os al calentar, estando situado el intervalo preferido de fusión entre aproximadamente 60°C y aproximadamente 140°C. Las tintas para la impresión por chorros de tinta, termofusibles se componen p.ej. en lo esencial de 20 a 90 % en peso de una cera y de 1 a 10 % en peso del pigmento monoazoico conforme al invento. Además pueden estar contenidos de 0 a 20 % en peso de un polímero adicional (como "disolventador del colorante"), de 0 a 5 % en peso de un agente coadyuvante del dispersamiento, de 0 a 20 % en peso de un agente modificador de la viscosidad, de 0 a 20 % en peso de un agente plastificante, de 0 a 10 % en peso de un aditivo para conferir pegajosidad, de 0 a 10 % en peso de un agente estabilizador de la transparencia (que impide, p.ej. una cristalización de las ceras) así como de 0 a 2 % en peso de un agente antioxidante.
- 20 Además, el pigmento monoazoico conforme al invento es apropiado también como agente colorante para filtros cromáticos, para la generación de colores tanto aditiva como también subtractiva, tal como por ejemplo en sistemas electro-ópticos, tales como pantallas de televisión, LCD (presentadores visuales de cristales líquidos), dispositivos de carga acoplada, presentadores visuales de plasma o presentadores visuales electroluminiscentes, que a su vez pueden ser presentadores visuales ferroeléctricos activos (nemáticos torsionados) o pasivos (nemáticos supertorsionados) o diodos emisores de luz, así como en calidad de colorantes para tintas electrónicas ("electronic inks" o respectivamente "e-inks") o para papeles electrónicos = "electronic paper" ("e-paper").
- 25 En el caso de la producción de filtros cromáticos, a saber filtros cromáticos tanto reflectantes como transparentes, se aplican pigmentos en forma de una pasta o como fotomáscaras protectoras pigmentadas en apropiados agentes aglutinantes (acrilatos, ésteres acrílicos, poliimidias, poli(alcoholes vinílicos), epóxidos, poliésteres, melaminas, gelatinas, caseínas), sobre las respectivas piezas componentes de LCD (p.ej. TFT-LCD = Thin Film Transistor Liquid Crystal Displays = presentadores visuales de cristal líquido con transistores de película delgada), o p.ej. ((S) TN-LCD = (Super) Twisted Nematic-LCD = presentadores visuales de cristal líquido nemáticos (super) torsionados). Junto con una alta termoestabilidad, una condición previa para una pasta estable o bien para una fotomáscara pigmentada es también una alta pureza de los pigmentos. Además de esto, los filtros cromáticos pigmentados se pueden aplicar también mediante procedimientos de impresión por chorros de tinta u otros procedimientos de impresión apropiados.
- 30
- 35
- 40

Unos requisitos muy especiales se establecen para los agentes colorantes empleados en el caso de los materiales de filtros cromáticos.

Como parámetros técnicos más importantes, que se deben cumplir, se pueden mencionar:

- 45 - una alta termoestabilidad: durante el proceso de producción de un filtro cromático se calientan las capas aplicadas individuales, de manera tal que el pigmento monoazoico de la fórmula (I) en la fase cristalina beta debe de soportar unas temperaturas hasta de 300°C hasta durante 1 hora;
- una buena dispersabilidad del sistema de filtros cromáticos;
- bandas de absorción escarpadas y estrechas de la capa de filtro cromático en cada caso aplicada;
- un alto contraste;
- 50 - una viscosidad buena y estable en el medio de filtro cromático: Una viscosidad demasiado alta impide la uniforme distribución del líquido sobre el sustrato de vidrio y con ello perjudica la calidad de la imagen;
- una inocuidad ecotoxicológica al efectuar la elaboración,
- un comportamiento no floculante
- una superficie lo más lisa que sea posible (= no áspera) de los filtros cromáticos (pigmentados) aplicados
- 55 - una estabilidad frente a los ácidos (p.ej. para el procedimiento de ataque químico (en inglés etching))
- una solidez frente a los disolventes.

Es objeto del invento también un filtro cromático, que contiene el pigmento monoazoico conforme al invento en una cantidad eficaz colorísticamente.

El tono de color amarillo del pigmento monoazoico conforme al invento es bien apropiado para la matización, en especial de los tonos de colores rojo y verde, del conjunto de colores de filtros cromáticos rojo – verde – azul (R,G,B). Estos tres colores se presentan como puntos de color separados unos junto a otros, y proporcionan iluminados al trasluz desde atrás una imagen de color lleno. Unos típicos agentes colorantes para el punto de color rojo son pigmentos de pirrolopirrol, quinacridona y azoicos tales como p.ej. los P.R. 254, P.R. 209, P.R. 175 y P.O. 38, individualmente o mezclados.

Para el punto de color verde se emplean típicamente colorantes de ftalocianina tales como p.ej. los P.G.36 y P.G.7. Para el punto de color azul se emplean típicamente colorantes de ftalocianina no halogenados o halogenados solo en bajo grado, tales como p.ej. el P.B. 15:6.

En caso necesario, a los respectivos puntos de color se les pueden añadir todavía otros colores para la matización.

Con el fin de valorar las propiedades de los pigmentos en el sector de los barnices en sistemas de barnices basados en disolventes y anhidros, entre el gran número de los barnices conocidos se selecciono un barniz de resina alquídica y de melamina sobre la base de una resina alquídica media en aceite y de una resina de melamina eterificada con butanol (= AM).

La determinación de las propiedades colorísticas se efectuó de acuerdo con la norma DIN 55986.

La determinación de la viscosidad se efectuó, después de la dilución del material de molienda hasta la concentración final de pigmento, con la viscoespátula de acuerdo con Rossmann, tipo 301 de la entidad Erichsen.

En los siguientes Ejemplos los datos porcentuales significan tantos por cientos en peso y las partes significan partes en peso, siempre y cuando que no se indique otra cosa distinta.

## EJEMPLOS

### Ejemplo 1

187,5 g del pigmento monoazoico de la fórmula (I) en la modificación cristalina alfa, producido de un modo correspondiente al Ejemplo 1 del documento EP-A-0 894 831, realizándose que, después de la síntesis de la torta de prensa lavada hasta quedar exenta de sales que se ha obtenido, se seca y se suprime el tratamiento en N-metil-pirrolidona, se amasan con 1.125 g de cloruro de sodio micronizado (= reducido a un tamaño de micrómetros) y 330 ml de di(etilenglicol) durante 8 horas a 85°C en una amasadora con paletas en forma de sigma. La masa amasada se agita en 8 litros de ácido sulfúrico al 5 % en peso durante 2 horas a 40°C, la suspensión se filtra con succión, la torta de prensa se lava con agua hasta quedar exenta de sales y se seca a 80°C, y el granulado se pulveriza. Se obtienen 180 g del pigmento monoazoico de la fórmula (I) en la modificación cristalina beta. En el diagrama de rayos X en polvo ya no se puede reconocer nada de la modificación cristalina alfa. Un 90 % en peso de las partículas tienen un diámetro equivalente de Stokes menor o igual que 93 nm.

### Ejemplo comparativo 1

Cuando el pigmento monoazoico de la fórmula (I) en la fase cristalina beta se produce de acuerdo con el Ejemplo 1 del documento EP-A-0 894 831, resulta un pigmento monoazoico de partículas gruesas; un 90 % en peso de las partículas tienen un diámetro equivalente de Stokes menor o igual que 347 nm.

### Ejemplo 2

15 g del pigmento monoazoico de la fórmula (I) en la modificación cristalina alfa, producido de una manera correspondiente al Ejemplo 1 del documento EP-A-0 894 831, realizándose que, después de la síntesis de la torta de prensa lavada hasta quedar exenta de sales que se ha obtenido, se seca y se suprime el tratamiento en N-metil-pirrolidona, se amasan con 90 g de cloruro de sodio micronizado en 35 ml de dimetilsulfóxido durante 2 horas a 25°C en una amasadora con paletas en forma de sigma.

La masa amasada se agita en 8 litros de ácido sulfúrico al 5 % en peso durante 2 horas a 40°C, la suspensión se filtra con succión, la torta de prensa se lava con agua hasta quedar exenta de sales y se seca a 80°C, y el granulado se pulveriza. Se obtienen 9 g del pigmento monoazoico de la fórmula (I) en la modificación cristalina beta. En el diagrama de rayos X en polvo ya no se puede reconocer nada de la modificación cristalina alfa. Un 90 % en peso de las partículas tienen un diámetro equivalente de Stokes menor o igual que 127 nm.

Descripción del método de medición para la determinación del diámetro de tamaños de partículas equivalente de Stokes:

Para la determinación del diámetro de partículas equivalente de Stokes se utilizan las pastas de filtros cromáticos que seguidamente se describen. Las pastas de filtros cromáticos diluidas se miden, de acuerdo con métodos usuales para la determinación de la distribución de tamaños de partículas mediante una fotosedimentometría (compárense Herbst y Hunger, Industrial Organic Pigments, VCH 2004, páginas 31-33 y 37-41 y S. T. Fitzpatrick, Polymer News, 1999, Vol 24, n° 2, páginas 42-50) en la centrífuga de disco DC24000 de CPS Instruments, Inc., Stuart, Florida 34997, EE.UU. La dilución y la medición se efectúan con, o respectivamente en, un medio orgánico adaptado a las pastas de filtros cromáticos. La DC24000 se hace funcionar con un número de revoluciones de

20.000 min<sup>-1</sup>. Después de haberse alcanzado este número de revoluciones, el líquido centrifugado (en inglés spinfluid) se introduce y carga en el disco. En el líquido centrifugado se genera un gradiente de densidades mediante la adición de 10-25 % (v/v = volumen/volumen) de ftalato de bis(3,5,5-trimetil-hexilo) en "CB". "CB" es una mezcla de ciclohexanona y acetato de n-butilo (2:3 según el peso). 0,1 ml de las pastas de filtros cromáticos diluidas a 1:100 con "CB" y sonorizadas en un baño de ultrasonidos se aplican sobre 13,8 ml del líquido centrifugado. Se mide la extinción de una luz azul (longitud de onda 470 nm), que se basa en la dispersión y absorción de las partículas, que atraviesan el rayo de luz cerca del borde exterior del disco. El cálculo de la distribución de tamaños de partículas según unas proporciones en volumen se efectúa mediante el programa lógico software de aparatos de medición de CPS con ayuda de la teoría de Mie. Para esto, se necesita el índice de refracción complejo del pigmento. Éste se determinó mediante una elipsometría en tabletas prensadas del pigmento en polvo. La densidad, asimismo necesaria, de las partículas del pigmento se determinó con un picnómetro de gas de helio (AccuPyc 1330 de Micromeritics). La centrífuga, inmediatamente antes de cada medición de una muestra, es calibrada con un patrón de tamaños de partículas. Como patrón se utilizó un polvo de diamante monocristalino (diámetro medio de partículas 0,52 µm, una distribución muy estrecha de tamaños de partículas).

15 Ejemplo de aplicación 1

En el sistema AM se obtienen con el pigmento monoazoico producido de acuerdo con el Ejemplo 1 unos barnizados de color amarillo verdoso, transparentes y de color intenso. La viscosidad del barniz es baja, el brillo es alto. En la comparación con un pigmento que se había producido de acuerdo con el documento EP-A-0 894 831, Ejemplo 1, la fuerza cromática es esencialmente más alta y el tono lleno es esencialmente más transparente.

20 Ejemplo de aplicación 2

Método de ensayo para filtros cromáticos

Producción de un filtro cromático de ensayo:

Se produce en primer lugar una pasta de filtro cromático, que se compone de una composición pigmentaria, agentes aglutinantes, disolventes y agentes coadyuvantes del dispersamiento de acuerdo con la siguiente receta:

- 25 77 % en peso de acetato de 1-metoxi-2-propilo  
 10 % en peso de un polímero de estireno y acrílico  
 10 % en peso de un pigmento; y  
 3 % en peso de un agente coadyuvante del dispersamiento.

30 La mezcla precedente se dispersa con bolas de zirconio (Ø (= diámetro) 0,5-0,7 mm) en un aparato agitador de pinturas (en inglés paint shaker) durante 2 horas. La dispersión se filtra a continuación. La pasta de filtro cromático que se ha obtenido de este modo, es aplicada sobre un sustrato de vidrio mediante un aparato revestidor centrífugo (en inglés Spin Coater) con el fin de producir una película de filtro cromático (Color Filter-Film). La transparencia, los valores colorísticos, la estabilidad frente al calor y el contraste se determinan en esta película de filtro cromático.

35 La transmisión del sustrato de vidrio revestido se determina por una espectrofotometría en el intervalo de uso de 400-700 nm. Los valores colorísticos se describen con el triángulo de colores del CIE (valores de xyY: **x** describe en este caso el eje de azul-rojo, **y** describe el eje azul-verde e **Y** describe el brillo).

La viscosidad se determina en la pasta de filtro cromático arriba descrita con un viscosímetro rotatorio a una temperatura de 23°C ± 0,5°C y a una velocidad de cizalladura de 60 s<sup>-1</sup>.

40 La estabilidad frente al calor se describe mediante el valor de delta E; el valor de delta E es determinado de acuerdo con la norma DIN 6174, él describe la distancia total entre colores y se puede calcular a partir de los valores de x, y, Y. El sustrato de vidrio revestido, después de una medición de la transmisión, es atemperado a 80°C durante 10 min (minutos). A continuación se mide la transmisión y se calcula el valor de delta E. El sustrato de vidrio revestido es atemperado seguidamente a 250°C durante 1 h (hora) y de nuevo se determina un valor de delta E. Además, con la pasta de filtro cromático se produce un barnizado en tono lleno y después de la dilución con una pasta de color blanco se produce un denominado barnizado de aclaramiento mediante aplicación con rasqueta, cuyas características colorísticas se evalúan. El ensayo para un filtro cromático con el pigmento producido de acuerdo con el Ejemplo 1 es como sigue:

Se produce una pasta de filtro cromático. La viscosidad de la pasta de filtro cromático es: η = 7 mPa s.

50 A continuación se añaden con pipeta 3 ml de la pasta de filtro cromático y se aplican sobre un sustrato de vidrio mediante un aparato revestidor centrífugo con una velocidad de rotación de 2,500 rpm (revoluciones por minuto) durante 20 s (segundos). Las propiedades colorísticas de la película de filtro cromático se determinan a continuación por una espectrofotometría.

Valores colorísticos:

x	y	Y
0,389	0,448	83,66

55

Valores de la transmisión:

Longitud de onda	400 nm	410 nm	420 nm	430 nm	440 nm	450 nm
Transmisión (%)	2,5	3,6	5,7	9,2	14,4	22,0
Longitud de onda	460 nm	470 nm	480 nm	490 nm	500 nm	
Transmisión (%)	32,7	43,4	56,5	68,3	77,2	
Longitud de onda	510 nm	520 nm	530 nm	540 nm	550 nm	560 nm
Transmisión (%)	82,9	86,2	88,1	89,2	89,7	89,7
Longitud de onda	570 nm	580 nm	590 nm	600 nm	610 nm	
Transmisión (%)	89,5	89,2	89	88,8	88,8	
Longitud de onda	620 nm	630 nm	640 nm	650 nm	660 nm	670 nm
Transmisión (%)	88,9	89	89,4	89,8	90,3	90,7
Longitud de onda	680 nm	690 nm	700 nm			
Transmisión (%)	91,0	91,2	91,3			

La estabilidad frente al calor es buena.

- 5 Los barnizados muestran una transparencia y una intensidad de color altas y un tono de color puro.

Ejemplo de aplicación 3

Producción de preparaciones de agentes colorantes para la impresión por chorros de tinta:

- 10 El pigmento es empastado en un agua desionizada en común con los agentes dispersivos seguidamente mencionados, con el disolvente orgánico y con los otros aditivos y luego se homogeneiza y dispersa previamente con un aparato disolvedor. El subsiguiente dispersamiento fino se efectúa con ayuda de un molino de perlas, efectuándose la molienda mediando enfriamiento hasta alcanzar la deseada distribución de tamaños de partículas de las partículas del pigmento. A continuación de ello la dispersión es ajustada con un agua desionizada a la deseada concentración final del pigmento.

- 15 La preparación de agente colorante que se describe en el siguiente Ejemplo, se produjo de acuerdo con el procedimiento precedentemente descrito, utilizándose los siguientes componentes en las cantidades indicadas, de tal manera que resulten 100 partes de la preparación de agente colorante, y las partes significan partes en peso.

Preparación de agente colorante 1 para la impresión por chorros de tinta:

- 20 partes del pigmento, producido según el Ejemplo 1  
 2,5 partes de una resina de acrilato, sal de Na (agente dispersivo)  
 20 1,2 partes de un éter alquílico de poli(etilenglicol), sal de Na (agente dispersivo)  
 7,5 partes de propilenglicol  
 0,2 partes de un agente conservante  
 el resto agua

Ensayo de las propiedades técnicas para impresión de la preparación de agente colorante:

- 25 Con el fin de valorar las propiedades técnicas para impresión, a partir de la anterior preparación de agente colorante 1 se produjo una tinta de ensayo y se investigó su imprimibilidad con una impresora térmica de chorros de tinta.

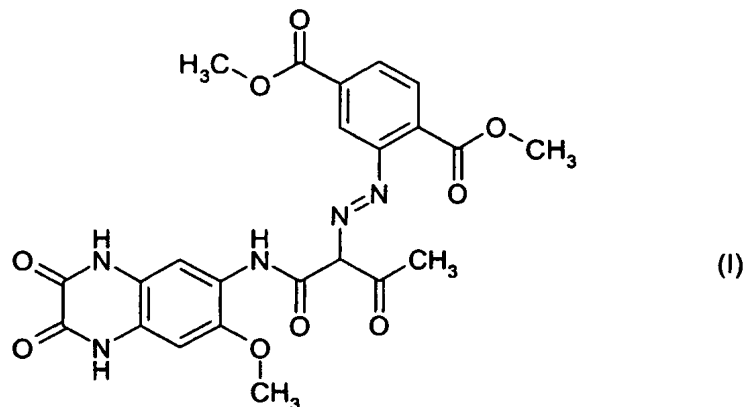
- 30 Para la producción de la tinta de ensayo, la preparación de agente colorante 1 se filtró finamente en primer lugar a través de un filtro de 1 µm, con el fin de separar el material desgastado por abrasión de los cuerpos de molienda y las eventuales porciones gruesas. Después de esto, la preparación de agente colorante filtrado se diluyó con agua y se reunió con otros alcoholes de bajo peso molecular y polioles, siendo ajustado el contenido de pigmento a 5 % en peso, referido a la tinta (100 % en peso).

- 35 Con la impresora HP 960C (de Hewlett Packard) se imprimieron imágenes de ensayo sobre papeles normales usuales en el comercio (papeles de copiadora) y papeles especiales (de calidad Premium) de la entidad Hewlett Packard. La evaluación en lo que se refiere a la calidad y la superioridad de la imagen impresa se efectuó mediante observación visual.

- 40 La tinta de ensayo producida a partir de la preparación de agente colorante mostró en este caso un muy buen comportamiento de impresión. En particular, se establecieron una alta fiabilidad de la tinta de ensayo en el transcurso de la impresión (muy buen comportamiento de impresión incipiente, ninguna obstrucción de las boquillas) y una imagen impresa muy uniforme de excelente calidad sobre los diferentes papeles utilizados.

## REIVINDICACIONES

1.- Pigmento monoazoico de la fórmula (I) en la fase cristalina beta



- 5 caracterizado porque por lo menos un 90 % en peso de las partículas tienen un diámetro equivalente de Stokes menor o igual que 130 nm.
- 2.- Pigmento monoazoico de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque por lo menos un 90 % en peso de las partículas tienen un diámetro equivalente de Stokes menor o igual que 100 nm.
- 3.- Pigmento monoazoico de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque la relación de contraste  $C = Y_s/Y_w$  es menor o igual que 0,22.
- 10 4.- Pigmento monoazoico de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 3, caracterizado porque la relación de contraste  $C = Y_s/Y_w$  es menor o igual que 0,20.
- 5.- Procedimiento para la producción de un pigmento monoazoico de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 4, caracterizado porque un pigmento monoazoico de la fórmula (I) en la fase cristalina alfa se somete a una amasadura en una sal.
- 15 6.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, caracterizado porque el pigmento monoazoico de la fórmula (I) en la fase cristalina alfa se amasa con un líquido orgánico y con una sal cristalina, en forma de una pasta muy viscosa y amasable.
- 7.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6, caracterizado porque el líquido orgánico se escoge entre el conjunto de los glicoles, éteres de glicoles, dimetilformamida, N-metil-pirrolidona y dimetilsulfóxido.
- 20 8.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6 ó 7, caracterizado porque el líquido orgánico es di(etilenglicol).
- 9.- Utilización de un pigmento monoazoico de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 4 para la pigmentación de materiales orgánicos de alto peso molecular de procedencia natural o sintética, así como de tóneres y reveladores electrofotográficos, materiales de electretos, filtros cromáticos, tintas, tintas de impresión y simientes.
- 25 10.- Material orgánico de alto peso molecular, que contiene una cantidad eficaz colorísticamente del pigmento monoazoico de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 4.
- 11.- Filtro cromático, que contiene una cantidad eficaz colorísticamente del pigmento monoazoico de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 4.