



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 362 437**

51 Int. Cl.:
C09B 67/22 (2006.01)
C09B 67/46 (2006.01)
C09D 11/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06830167 .0**
96 Fecha de presentación : **28.11.2006**
97 Número de publicación de la solicitud: **1960479**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **27.08.2008**

54 Título: **Dispersiones de pigmentos no acuosas usando sinergistas de dispersión.**

30 Prioridad: **28.11.2005 EP 05111360**
19.12.2005 US 751551 P

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
05.07.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
05.07.2011

73 Titular/es: **AGFA GRAPHICS N.V.**
Septestraat 27
2640 Mortsel, BE

72 Inventor/es: **Deroover, Geert**

74 Agente: **Ungría López, Javier**

ES 2 362 437 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

Dispersiones de pigmentos no acuosas usando sinergistas de dispersión

- 5 La presente invención se refiere a dispersiones de quinacridona estables y tintas de chorro de tinta usando sinergistas de dispersión específicos.

Antecedentes de la Técnica

- 10 Las dispersiones de pigmentos se preparan usando un dispersante. Un dispersante es una sustancia que promueve la formación y estabilización de una dispersión de partículas pigmentarias en un medio de dispersión. Los dispersantes son generalmente materiales tensioactivos que presentan una estructura aniónica, catiónica o no iónica. La presencia de un dispersante reduce sustancialmente la energía de dispersión necesaria. Las partículas pigmentarias dispersas pueden tener una tendencia a re-aglomerarse después de la operación de dispersión, debido a fuerzas de atracción mutuas. El uso de dispersantes también neutraliza esta tendencia a la re-aglomeración de las partículas pigmentarias.

- 20 El dispersante debe cumplir requisitos particularmente buenos cuando se usa para tintas de chorro de tinta. Una dispersión inadecuada manifiesta de por sí un aumento de viscosidad en sistemas líquidos, pérdida de brillo y/o cambios de matiz. Además, se requiere una dispersión particularmente buena de las partículas pigmentarias para garantizar el paso sin obstáculos de las partículas pigmentarias a través de las boquillas del cabezal de impresión en una impresora de chorro de tinta, que normalmente tienen solo unos cuantos micrómetros de diámetro. Además, en los períodos de espera de la impresora, debe evitarse la aglomeración de las partículas pigmentarias y el bloqueo asociado de las boquillas de la impresora.

- 25 Muchos dispersantes poliméricos contienen en una parte de la molécula grupos denominados de anclaje, que se adsorben sobre los pigmentos que se han de dispersar. En una parte espacialmente separada de la molécula, los dispersantes poliméricos tienen cadenas poliméricas sobresalientes mediante las cuales las partículas pigmentarias se vuelven compatibles con el medio de dispersión, es decir, se estabilizan.

- 30 En tintas de chorro de tinta acuosas, los dispersantes poliméricos contienen generalmente grupos de anclaje hidrófobos que muestran una elevada afinidad por la superficie del pigmento y cadenas poliméricas hidrófilas para estabilizar los pigmentos en el medio de dispersión acuoso.

- 35 La preparación de dispersiones estables térmicamente buenas con partículas submicrométricas es más difícil para tintas de chorro de tinta no acuosas, tales como tintas de chorro de tinta curables por radiación y basadas en disolventes y en aceites. Cuando los pigmentos tienen una superficie no polar son especialmente difíciles de dispersar.

- 40 Estos problemas han llevado a diseñar dispersantes poliméricos muy específicos en los que los grupos de anclaje son derivados de pigmentos. Por ejemplo, el documento EP 0763378 A (TOYO INK) describe una composición de pigmentos que comprende un agente de dispersión de pigmentos de tipo no acuosa que tiene una parte que presenta elevada afinidad con un pigmento y que tiene al menos un tipo seleccionado del grupo que consiste en un tinte orgánico, antraquinona o acridona solo en el extremo terminal o en los dos extremos terminales de al menos un polímero seleccionado de un polímero de uretano lineal, un polímero acrílico lineal y un pigmento.

- 50 Otra estrategia para la dispersión de pigmentos con superficies no polares en medios de dispersión no acuosos es cambiar la superficie por una superficie más polar añadiendo compuestos conocidos como sinergistas de dispersión. Un sinergista de dispersión es un compuesto que promueve la adsorción del dispersante polimérico en la superficie del pigmento. Se sugiere que el sinergista debería poseer la estructura pigmentaria sustituida por uno o más grupos de ácido sulfónico o sales de amonio de los mismos.

- 55 El documento US 4461647 (ICI) describe una dispersión de un pigmento en un líquido orgánico que contiene un compuesto disazo asimétrico insoluble en agua que comprende un grupo divalente central sin sustituyentes ácidos u otros sustituyentes iónicos unido mediante grupos azo a dos grupos terminales monovalentes caracterizado porque un grupo terminal, el primero, carece de sustituyentes ácidos u otros sustituyentes iónicos y el otro grupo terminal, el segundo, lleva un solo grupo de sal del ácido amónico sustituido.

- 60 El documento US 4057436 (ICI) describe dispersiones de pigmentos en líquidos orgánicos usando agentes dispersantes poliméricos o resinosos en presencia de una sal de amonio sustituida de un ácido coloreado en el que existen entre 16 y 60 átomos de carbonos contenidos en al menos 3 cadenas unidas al átomo N del ión amonio sustituido.

- 65 El documento US 6641655 (AVECIA) describe el uso de una sal de amonio dicuaternaria de un ácido coloreado como agente fluidificante en el que el catión de amonio dicuaternario contiene dos o más átomos de nitrógeno.

Aunque en algunos pigmentos estos sinergistas de dispersión funcionan bien, muchos otros pigmentos no pueden dispersarse para una calidad aceptable en un medio no acuoso. Este es el caso de los pigmentos de quinacridona, para los que es difícil obtener dispersiones de pigmentos no acuosas estables, especialmente tintas de chorro de tinta no acuosas estables.

Los derivados de quinacridona sulfonados se han descrito, por ejemplo, en el documento US 6152968 (BASF). Sin embargo, el documento US 6152968 (BASF) no releva información sobre su uso en medios no acuosos.

El documento US 6827775 (CIBA SPECIALTY CHEMICALS) describe el uso de un pigmento y su producto de sulfonación en una solución sólida, agua y disolventes orgánicos tales como xileno. Sin embargo, el documento US 6827775 (CIBA SPECIALTY CHEMICALS) no releva información sobre la estabilidad de dispersiones no acuosas de pigmentos de tipo quinacridona y sus productos de sulfonación.

El documento US 4844742 (CIBA GEIGY) describe la modificación superficial de pigmentos de quinacridona, en el que el pigmento se trata con un copolímero que contiene nitrógeno, básico, sin disolvente de la serie de poliuretano y con un derivado de quinacridona que mejora la dispersión dando como resultado composiciones que muestran un rendimiento mejorado en sistemas de automoción y otros sistemas de acabado. Los derivados usados son derivados de quinacridona del ácido ftalimidometílico o sulfónico. De nuevo no se proporcionan detalles sobre la estabilidad de dispersiones no acuosas de pigmentos de tipo quinacridona.

El documento WO 02/064680 (CLARIANT) describe derivados de quinacridona que comprenden grupos de ácido sulfónico y ácido carboxílico usados como dispersantes pigmentarios en tintas de chorro de tinta acuosas y no acuosas y en tintas de chorro de tinta de calor por fusión. No se describen las tintas de chorro de tinta curables por radiación.

El documento DE 1619618 (DU PONT) describe pigmentos de quinacridona que comprenden hasta el 25% en peso de derivados de quinacridona que comprenden grupos de ácido carboxílico. No se describen dispersiones de pigmentos que usan los derivados de quinacridona.

El documento US 20050196697 (KONICA MINOLTA) describe composiciones curables por rayos actínicos que contienen un pigmento de quinacridona; un dispersante; un monómero catiónicamente polimerizable; un generador de foto ácidos y un derivado de quinacridona. Los derivados de quinacridona ilustrados comprenden grupos sulfonamido.

El documento US 6451103 (TOYO INK) describe dispersiones de pigmentos acuosas auto-dispersables de pigmentos de quinacridona con derivados de pigmentos solubles en agua que comprenden uno o más grupos que tienen un ácido carboxílico o ácido sulfónico o sales de los mismos. No se describen dispersiones de pigmentos no acuosas.

El documento EP 1104789 (CLARIANT) describe, en el ejemplo 18, la combinación de un pigmento de quinacridona (pigmento violeta I.C 19) con un sinergista de dispersión dicetopirrol-pirrol (Fórmula XV) que contiene grupos sulfamoilo N-sustituidos.

El documento EP 0224 445 (CIBA-GEIGY) describe pigmentos dicetopirrol-pirrol que contienen sinergistas de dispersión dicetopirrol-pirrol que contienen grupos ácidos o sales de los mismos en los anillos de fenilo.

Para una calidad de imagen uniforme, las tintas de chorro de tinta requieren una estabilidad de dispersión que pueda soportar altas temperaturas (por encima de 60 °C) durante el transporte de la tinta a un usuario, inyectarse a elevadas temperaturas y cambiar en el medio de dispersión de la tinta de chorro de tinta durante su uso, por ejemplo, la evaporación del disolvente y el aumento de concentraciones de humectantes, penetrantes y otros aditivos.

Por lo tanto, es muy deseable poder preparar tintas de chorro de tinta de pigmentos usando pigmentos de quinacridona en medio no acuoso que muestren una elevada calidad y estabilidad de dispersión

Objetos de la invención

Un objeto de la presente invención es proporcionar dispersiones de quinacridona no acuosas con elevada calidad y estabilidad de dispersión.

Un objeto adicional de la presente invención es proporcionar tintas de chorro de tinta de quinacridona no acuosas que produzcan imágenes de alta calidad de imagen con una alta densidad óptica.

En lo sucesivo en este documento, a partir de la descripción surgirán otros objetos de la invención.

Sumario de la invención

5 De manera sorprendente, se ha encontrado que las dispersiones de pigmentos de quinacridona no acuosas de elevada calidad y estabilidad de dispersión se obtuvieron usando un derivado dicetopirrol-pirrol que contenía un grupo ácido.

Los objetos de la presente invención se han realizado con una dispersión de pigmentos no acuosa como se define en la reivindicación 1.

10 Descripción de la invención

Definiciones

15 El término "colorante", como se usa en la descripción de la presente invención se refiere a tintes y pigmentos.

El término "tinte", como se usa en la descripción de la presente invención se refiere a un colorante que tiene una solubilidad de 10 mg/l o más en el medio en el que este se aplica y en las condiciones ambientales apropiadas.

20 El término "pigmento" se define en DIN 55943, incorporado en el presente documento por referencia, como un agente colorante que es casi insoluble en el medio de aplicación en las condiciones ambientales apropiadas, por lo tanto tiene una solubilidad de menos de 10 mg/l en su interior.

El término "I. C" se usa en la descripción de la presente memoria como una abreviatura de Índice de Color.

25 La expresión "radiación actínica" como se usa en la descripción de la presente invención, se refiere a radiación electromagnética que puede iniciar reacciones fotoquímicas.

30 La expresión "factor de separación espectral" como se usa en la descripción de la presente invención se refiere al valor obtenido calculando la proporción de la absorbancia máxima $A_{m\acute{a}x}$ (medida a longitud de onda $\lambda_{m\acute{a}x}$) sobre la absorbancia de referencia A_{ref} determinada a una mayor longitud de onda λ_{ref} .

La abreviatura "SSF" (siglas en inglés), se usa en la descripción de la presente invención para el factor de separación espectral.

35 El término "alquilo" se refiere a todas las variantes posibles para cada número de átomos de carbono en el grupo alquilo, es decir, para tres átomos de carbono: n-propilo e isopropilo; para cuatro átomos de carbono: n-butilo, isobutilo y butilo terciario; para cinco átomos de carbono: 5-pentilo, 1,1-dimetil-propilo, 2,2-dimetilpropilo y 2-metil-butilo etc.

40 La expresión "grupo carboxilo" como se usa en la descripción de la presente invención se refiere al grupo funcional del ácido carboxílico, es decir, -COOH. También se conoce como grupo carboxi.

Dispersiones de pigmentos

45 La dispersión de pigmentos no acuosa de acuerdo con la presente invención contiene al menos tres componentes:

(i) un pigmento de quinacridona, (ii) un dispersante polimérico y (iii) un derivado dicetopirrol-pirrol. Los componentes están presentes en un medio de dispersión líquido no acuoso.

50 La expresión "líquido no acuoso" se refiere a un vehículo líquido que no debe contener agua. Sin embargo algunas veces puede existir una pequeña cantidad, generalmente menos del 5% en peso de agua en base al peso total de la dispersión de pigmentos. El agua no se añade intencionalmente sino que se introduce en la formulación mediante otros componentes por contaminación tales como, por ejemplo, disolventes orgánicos polares. Cantidades de agua superiores al 5% en peso tienden a inestabilizar las dispersiones pigmentadas no acuosas, preferiblemente el contenido en agua es menor del 1% en peso en base al peso total del medio de dispersión y más preferiblemente en ninguna de ellas hay agua.

60 La dispersión de pigmentos no acuosa de acuerdo con la presente invención también puede contener adicionalmente al menos un tensioactivo.

En una realización preferida la dispersión de pigmentos no acuosa es una tinta de chorro de tinta no acuosa. La tinta de chorro de tinta no acuosa puede contener al menos un humectante para impedir la obstrucción de la boquilla, debido a su capacidad para disminuir la velocidad de evaporación de la tinta.

65 La tinta de chorro de tinta no acuosa es preferiblemente una tinta de chorro de tinta seleccionada del grupo que consiste en una tinta de chorro de tinta basada en disolventes orgánicos, basada en aceites y curable. La tinta de

chorro de tinta curable es preferiblemente curable por radiación.

La viscosidad de la tinta de chorro de tinta es preferiblemente menor que 100 mPa.s a 30 °C. La viscosidad de la tinta de chorro de tinta es preferiblemente menor que 30 mPa.s, más preferiblemente menor que 15 mPa.s y más preferiblemente entre 2 y 10 mPa.s a una velocidad de cizalla de 100 s⁻¹ y a una temperatura de lanzamiento de chorro entre 10 y 70°C.

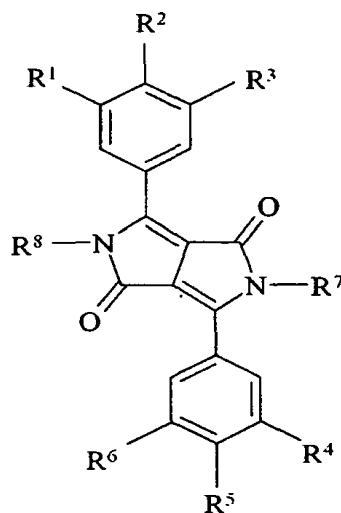
Como medio de dispersión la tinta de chorro de tinta curable puede contener monómeros, oligómeros y/o prepolímeros que poseen diferentes grados de funcionalidad. Puede usarse una mezcla que incluya combinaciones de mono-, di-, tri- y/o monómeros de mayor funcionalidad, oligómeros o prepolímeros. En la tinta de chorro de tinta curable puede incluirse un catalizador denominado iniciador para iniciar la reacción de polimerización. El iniciador puede ser un iniciador térmico, pero es preferiblemente un fotoiniciador. El fotoiniciador necesita menos energía para activarse que los monómeros, oligómeros y/o prepolímeros para formar el polímero. El fotoiniciador adecuado para su uso en la dispersión de pigmentos curable puede ser un iniciador Norrish de tipo I, un iniciador Norrish de tipo II o un generador fotoácido.

La tinta de chorro de tinta no acuosa es particularmente adecuada como una tinta de chorro de tinta magenta en un conjunto de tintas de chorro de tinta CMYK no acuosas. El conjunto de tintas de chorro de tinta CMYK no acuosas también puede ampliarse con tintas extra tales como rojo, verde, azul y/o naranja para ampliar adicionalmente la gama de colores de la imagen. El conjunto de tintas CMYK también puede ampliarse mediante la combinación de tintas de densidad completa y densidad ligera de tintas de ambos colores y/o tintas negras para mejorar la calidad de imagen disminuyendo la textura.

Derivados dicetopirrol-pirrol

La dispersión de pigmentos no acuosa de acuerdo con la presente invención contiene al menos un sinergista de dispersión, pero para obtener mejor estabilidad de dispersión puede usarse una mezcla de sinergistas de dispersión.

El sinergista de dispersión usado en las dispersiones de pigmentos es un derivado dicetopirrol-pirrol de acuerdo con la fórmula (I):



en la que

R¹, R² y R³ se seleccionan independiente del grupo que consiste en un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo terc-butilo, un grupo fenilo, un grupo ciano y un grupo ácido;

R⁴, R⁵ y R⁶ se seleccionan independiente del grupo que consiste en un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo terc-butilo, un grupo fenilo y un grupo ciano; y

se caracteriza por que uno de R⁷ y R⁸ es un grupo que comprende al menos un grupo ácido mientras que el otro de R⁷ y R⁸ representa hidrógeno.

En una realización, el grupo ácido para R¹, R² y/o R³ en el derivado dicetopirrol-pirrol de acuerdo con la fórmula (I) es un grupo carboxilo. En una realización preferida, R¹ y R³ representan un grupo carboxilo y R² representa

hidrógeno.

5 En otra realización, R^1 , R^2 y R^3 en el derivado dicetopirrolo-pirrol de acuerdo con la fórmula (I) se seleccionan independientemente del grupo que consiste en un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo terc-butilo, un grupo fenilo y un grupo ciano.

En una realización, R^1 , R^3 , R^4 y R^6 en el derivado dicetopirrolo-pirrol de acuerdo con la fórmula (I) representan hidrógeno.

10 En una realización preferida, R^1 , R^3 , R^4 y R^6 en el derivado dicetopirrolo-pirrol de acuerdo con la fórmula (I) representan hidrógeno y R^2 y R^5 representan un átomo de cloro.

15 En una realización preferida, R^1 , R^3 , R^4 y R^6 en el derivado dicetopirrolo-pirrol de acuerdo con la fórmula (I) representan hidrógeno y R^2 y R^5 representan un grupo fenilo.

En una realización preferida, R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , R^5 y R^6 en el derivado dicetopirrolo-pirrol de acuerdo con la fórmula (I) todos representan hidrógeno.

20 En una realización preferida, el grupo que comprende dos funciones ácidas R^7 o R^8 se seleccionan del grupo que consiste en un grupo de ácido alcanoico, un grupo de ácido alicíclico, un grupo de ácido heterocíclico, un grupo de ácido heteroaromático y un grupo de ácido aromático. Más preferiblemente, el grupo que comprende dos funciones ácidas R^7 o R^8 es un grupo de ácido aromático seleccionado del grupo que consiste en un grupo de ácido ftálico, un grupo de ácido isoftálico o un grupo de ácido tereftálico.

25 El grupo que comprende dos funciones ácidas R^7 o R^8 pueden unirse directamente al átomo de nitrógeno del derivado dicetopirrolo-pirrol o puede unirse mediante un grupo enlazador que contenga 1 o más átomos de carbono. El grupo enlazador contiene preferiblemente de 1 a 20 átomos de carbono, más preferiblemente de 1 a 12 y más preferiblemente de 1 a 6 átomos de carbono. En una realización preferida, el grupo enlazador es una cadena lineal de 1 o más átomos de carbono, en el que algunos de los átomos de carbono y/o átomos de hidrógeno pueden sustituirse por un heteroátomo.

30 También puede usarse ventajosamente una combinación de diferentes tipos de grupos ácidos, tales como ácido sulfónico y ácido fosfórico.

35 En una realización preferida, el grupo que comprende dos funciones ácidas R^7 o R^8 contiene preferiblemente de 4 a 20 átomos de carbono, más preferiblemente de 4 a 14 y más preferiblemente de 4 a 9 átomos de carbono.

40 En la preparación de dispersiones de pigmentos, puede ser ventajoso preparar al menos una sal de la función ácida, preferiblemente ambas funciones ácidas del grupo que comprende dos funciones ácidas R^7 o R^8 . El método para formar una dispersión de pigmentos comprende las etapas de:

(a) proporcionar un derivado dicetopirrolo-pirrol como define la fórmula (I);

45 (b) transformar al menos una de las dos funciones ácidas del grupo que comprende dos funciones ácidas R^7 o R^8 del derivado dicetopirrolo-pirrol en un grupo salino; y

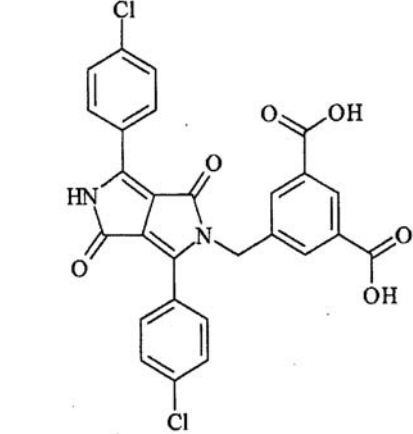
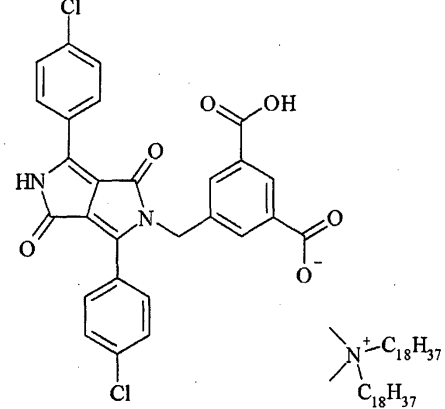
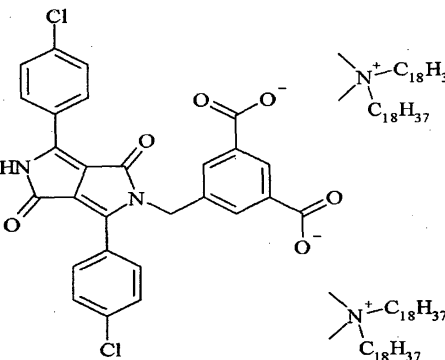
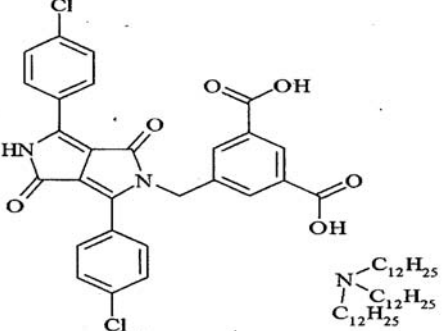
(c) mezclar el derivado dicetopirrolo-pirrol con un pigmento en un medio de dispersión. Después la carga del anión ácido se compensa mediante un catión. El catión puede ser un catión inorgánico seleccionado del grupo que consiste en metales Ia y IIa en la tabla de Mendeleev. En una realización preferida el catión es Li^+ .

50 El catión también puede ser un catión orgánico. Un catión preferido es un grupo amonio y un amonio sustituido. En una realización preferida el catión se selecciona de los cationes amonio sustituidos descritos en los documentos US 4461647 (ICI), US 4057436 (ICI) y US 6641655 (AVECIA).

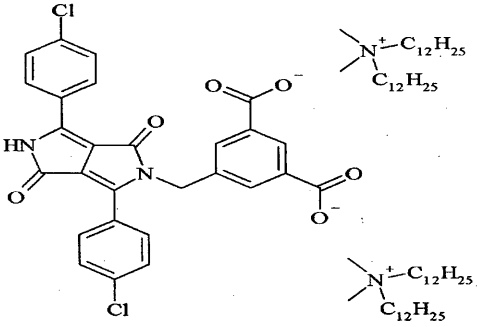
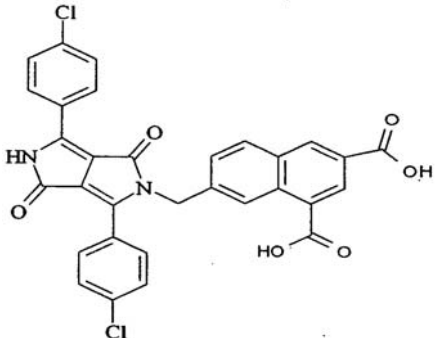
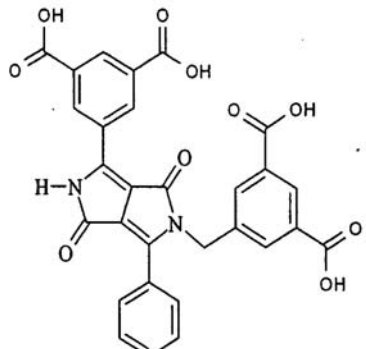
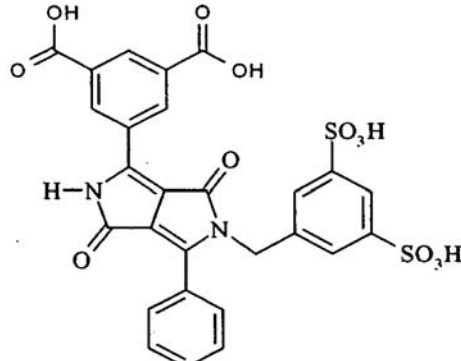
55 Los cationes particularmente preferidos incluyen los grupos amonio sustituidos seleccionados del grupo que consiste en $^+N(CH_3)_2(C_{18}H_{37})_2$, $^+NH(CH_3)(C_{18}H_{37})$, $^+N(CH_3)_2(C_{12}H_{25})_2$, $^+NH(CH_3)(C_{12}H_{25})$, $^+N(CH_3)_2(C_{10}H_{21})_2$, $^+(CH_3)_2(C_{10}H_{21})$, $^+N(CH_3)_2(C_8H_{17})_2$, $^+(CH_3)_2(C_8H_{17})$, $^+NH(C_8H_{17})_3$, $^+NH(C_{10}H_{21})_3$, $^+NH(C_{12}H_{25})_3$ y $^+NH(C_{18}H_{15})_3$.

60 Los sinergistas de dispersión adecuados incluyen los descritos en la [Tabla 1](#).

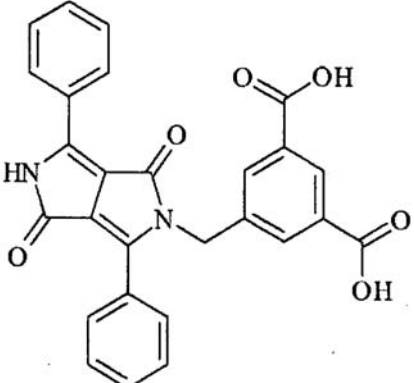
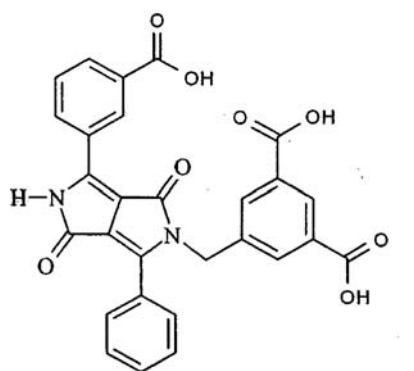
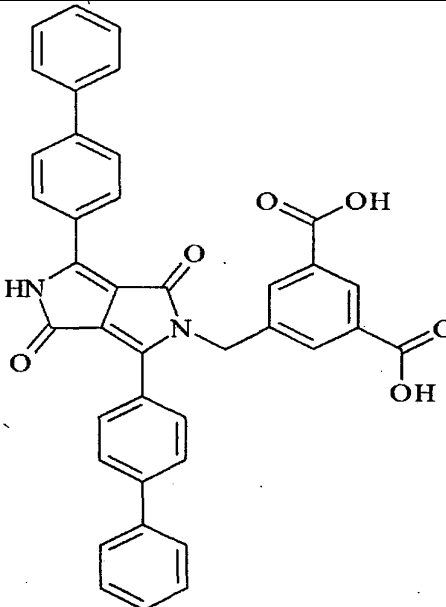
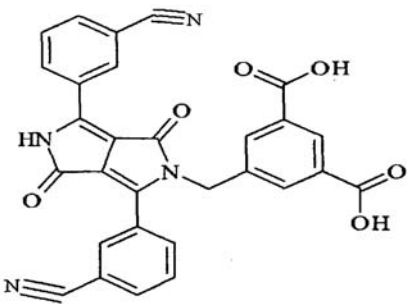
Tabla 1

Sinergistas de Dispersión	Estructura Química
DPC-1	
DPC-2	
DPC-3	
DPC-4	

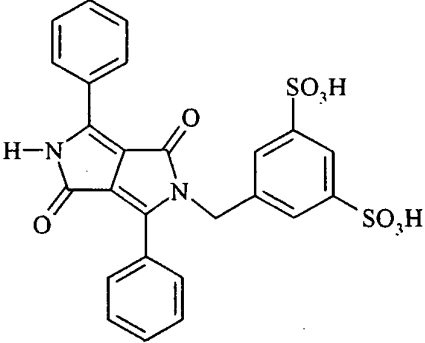
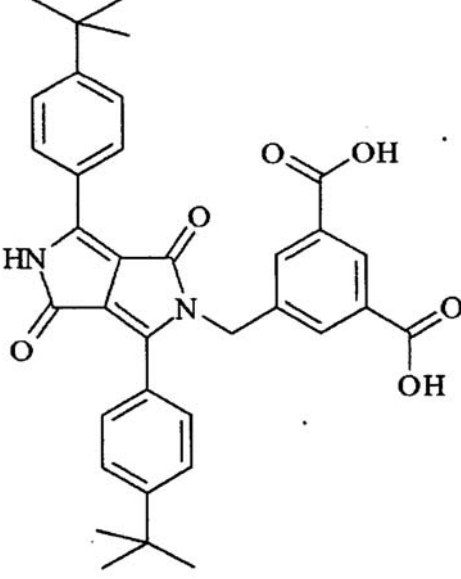
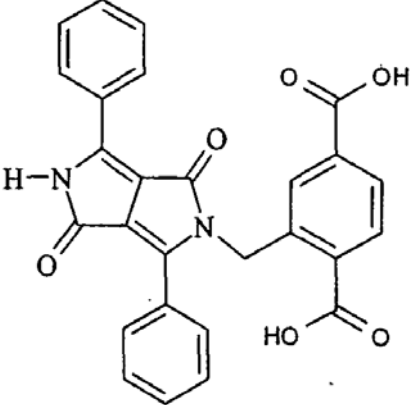
(cont.)

Sinergistas de Dispersión	Estructura Química
DCP-5	
DCP-6	
DCP-7	
DCP-8	

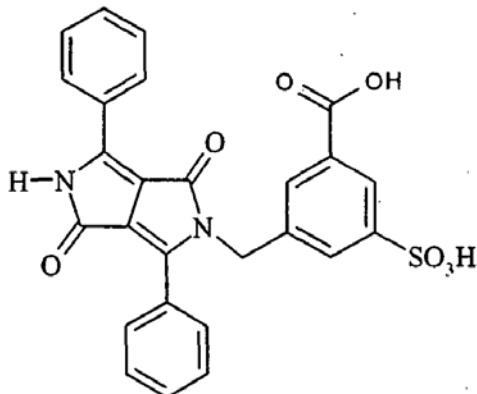
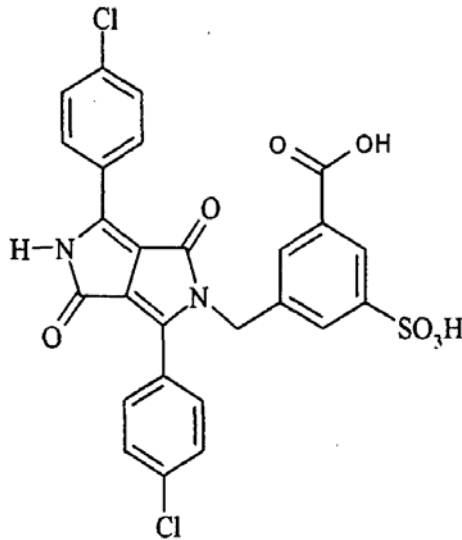
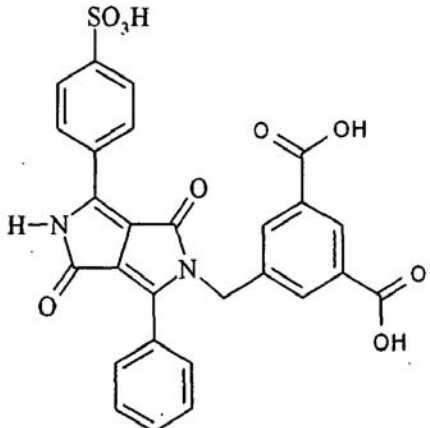
(cont.)

Sinergistas de Dispersión	Estructura Química
DCP-9	
DCP-10	
DCP-11	
DCP-12	

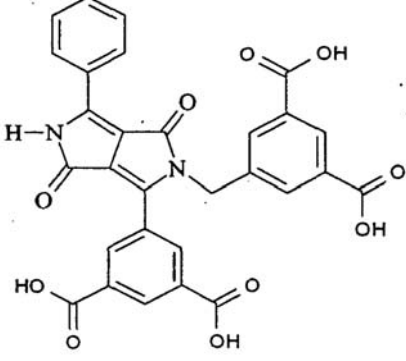
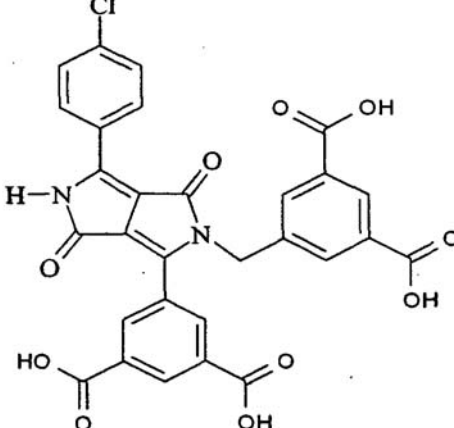
(cont.)

Sinergistas de Dispersión	Estructura Química
DCP-13	 <p>The structure of DCP-13 consists of a central imidazole ring. It is substituted at the 2 and 5 positions with phenyl groups. At the 4 position, it is substituted with a benzyl group that is further substituted with two sulfonate groups (SO_3H) at the 3 and 5 positions of the benzene ring.</p>
DCP-14	 <p>The structure of DCP-14 features a central imidazole ring. It is substituted at the 2 and 5 positions with tert-butylphenyl groups. At the 4 position, it is substituted with a benzyl group that is further substituted with two carboxylic acid groups (COOH) at the 3 and 5 positions of the benzene ring.</p>
DCP-15	 <p>The structure of DCP-15 consists of a central imidazole ring. It is substituted at the 2 and 5 positions with phenyl groups. At the 4 position, it is substituted with a benzyl group that is further substituted with two carboxylic acid groups (COOH) at the 3 and 5 positions of the benzene ring.</p>

(cont.)

Sinergistas de Dispersión	Estructura Química
DCP-16	 <chem>O=C1NC2=C(N1)C(=O)N(C2)Cc3cc(S(=O)(=O)O)cc3</chem>
DCP-17	 <chem>O=C1NC2=C(N1)C(=O)N(C2)Cc3cc(S(=O)(=O)O)cc3</chem>
DCP-18	 <chem>O=C1NC2=C(N1)C(=O)N(C2)Cc3cc(C(=O)O)cc3C(=O)O</chem>

(cont.)

Sinergistas de Dispersión	Estructura Química
DCP-19	
DCP-20	

El grupo amonio sustituido también puede representarse químicamente como una amina con el hidrógeno unido al anión carboxilato. Esto se ilustra en la estructura DPC-4 de la [Tabla 1](#).

- 5 Preferiblemente, el sinergista de dispersión se añade en una cantidad entre el 0,1 y el 20% en peso en base al peso del pigmento.

El sinergista debe ser adicional con respecto a la cantidad de dispersante (o dispersantes) polimérico. La proporción de dispersante polimérico/sinergista de dispersión depende del pigmento y debe determinarse experimentalmente.

- 10 Típicamente la proporción del % en peso del dispersante polimérico / el % en peso del sinergista de dispersión se selecciona entre 2:1 a 100:1, preferiblemente entre 2:1 y 20:1.

Pigmentos de quinacridona

- 15 El pigmento es un pigmento de quinacridona. El pigmento de quinacridona puede seleccionarse entre los descritos por HERBST, Willy, et al. Industrial Organic Pigments, Production, Properties, Applications. 3ª edición Wiley - VCH, 2004. ISBN 3527305769.

- 20 Los pigmentos adecuados incluyen Pigmento Rojo I.C. 122, 192, 202, 207, 209, 282 y Pigmento Violeta I.C. 19.

- Los pigmentos adecuados incluyen cristales de los pigmentos anteriores particularmente preferidos mezclados. Un ejemplo disponible en el mercado es Cinquasia Magenta RT-355-D de Ciba Specialty Chemicals. Preferiblemente el pigmento de quinacridona se selecciona entre el grupo que consiste en Pigmento Violeta I.C. 19, Pigmento Rojo I.C. 122, Pigmento Rojo I.C. 202, Pigmento Rojo I.C. 209 y cristales de pigmentos de quinacridona mezclados.

- 25 Los cristales mezclados también se mencionan como soluciones sólidas. En determinadas condiciones se mezclan diferentes quinacridonas entre sí para formar soluciones sólidas, que son muy diferentes tanto de las mezclas físicas de los compuestos como de los propios compuestos. En una solución sólida, las moléculas de los componentes se introducen en la misma red cristalina, normalmente, pero no siempre, la de uno de los componentes. El modelo de difracción por rayos x del sólido cristalino resultante es característico de este sólido y puede diferenciarse claramente del patrón de una mezcla física de los mismos componentes en la misma proporción. En dichas mezclas físicas, el patrón por rayos x de cada uno de los componentes puede diferenciarse, y la desaparición de muchas de estas líneas es uno de los criterios de la formación de soluciones sólidas.
- 30

Las partículas pigmentarias de la tinta de chorro de tinta deben ser lo suficientemente pequeñas como para permitir el flujo libre de la tinta a través del dispositivo de impresión del chorro de tinta, especialmente en las boquillas de eyección. También es deseable usar pequeñas partículas para una máxima fuerza de color y para una ralentizar la sedimentación.

El tamaño medio de partícula del pigmento en una tinta de chorro de tinta debe ser entre 0,005 y 15 μm . Preferiblemente, el tamaño numérico medio de partícula del pigmento es entre 0,005 y 5 μm , más preferiblemente entre 0,005 y 1 μm , particularmente preferiblemente entre 0,005 y 0,3 μm y más preferiblemente entre 0,040 y 0,150 μm .

El pigmento de quinacridona se usa preferiblemente en una tinta de chorro de tinta pigmentada no acuosa en una cantidad del 0,1 al 20% en peso, preferiblemente del 1 al 10% en peso basándose en el peso total de la tinta de chorro de tinta no acuosa. En conjuntos de tintas de chorro de tinta multi-densidad, una tinta de chorro de tinta clara comprende preferiblemente el pigmento de quinacridona en una cantidad entre el 0,1 al 3% en peso y una tinta de chorro de tinta oscura comprende preferiblemente el pigmento de quinacridona en una cantidad entre el 1 al 10% en peso del pigmento.

La tinta de chorro de tinta no acuosa que comprende un pigmento de quinacridona y el derivado de quinacridona se usa preferiblemente en combinación con otras tintas de chorro de tinta para formar un conjunto de tintas de chorro de tinta. Estas otras tintas de chorro de tinta pueden ser de color negro, cian, magenta, amarillo, rojo, naranja, violeta, azul, verde, marrón, mezclas de las mismas y similares.

En una realización preferida el conjunto de tintas de chorro de tinta comprende al menos una tinta cian, una tinta magenta, una tinta amarilla y una tinta negra. El conjunto de tintas CMYK también puede ampliarse con tintas extra tales como rojo, amarillo, azul y/o naranja para aumentar la gama de colores del conjunto de tinta. El conjunto de tintas CMYK también puede ampliarse mediante la combinación de tintas de densidad ligera y densidad completa de tintas de color y/o tintas negras para mejorar la calidad de imagen reduciendo la textura.

Preferiblemente, el pigmento se usa en la tinta de chorro de tinta de pigmento no acuoso en una cantidad del 0,1 al 20% en peso, preferiblemente del 1 al 10% en peso basándose en el peso total de la tinta de chorro de tinta no acuosa. En conjuntos de tintas de chorro de tinta multi-densidad, una de tinta de chorro de tinta de densidad ligera comprende preferiblemente el pigmento en una cantidad entre el 0,1 al 3% en peso y una tinta de chorro de tinta de densidad completa comprende preferiblemente el pigmento en una cantidad entre el 1 al 10% en peso del pigmento.

El pigmento colorante para las otras tintas de chorro de tinta puede seleccionarse de los descritos por HERBST, Willy, y col. Industrial Organic Pigments, Production, Properties, Applications. 3ª edición Wiley - VCH, 2004. ISBN 3527305769.

Los pigmentos particulares preferidos son Pigmento amarillo I.C. 1, 3, 10, 12, 13, 14, 17, 55, 65, 73, 74, 75, 83, 93, 97; 109, 111, 120, 128, 138, 139, 150, 151, 154, 155, 180,185 y 213.

Los pigmentos particulares preferidos son Pigmento Amarillo I.C. 120, 151, 154, 175, 180,181 y 194.

Los pigmentos particulares preferidos son Pigmento Azul I.C. 15:1, 15:2, 15:3, 15:4, 15:6, 16, 56, 61 y pigmentos de ftalocianina de aluminio (combinados).

Los pigmentos particulares preferidos son Pigmento Naranja I.C. 5, 13, 16, 34, 40, 43, 59, 66, 67, 69, 71 y 73.

Los pigmentos particulares preferidos son Pigmento Verde I.C. 7 y 36.

Los pigmentos particulares preferidos son Pigmento Marrón I.C. 6 y 7.

Se prefiere el negro de carbón como un pigmento para la tinta de chorro de tinta negra no acuosa. Los materiales de pigmento negro adecuados incluyen negros de carbón tales como Pigmento Negro 7 (por ejemplo Carbon Black MA8™ de MITSUBISHI CHEMICAL), Regal™ 400R, Mogul™ L, Elfex™320 de CABOT Co ó Negro de Carbón FW18, Special Black 250, Special Black 350, Special Black 550, Printex™ 25, Printex™ 35, Printex™ 55, Printex™ 90, Printex™ 150T de DEGUSSA. En el documento US 5389133 (XEROX), se describen ejemplos adicionales de pigmentos adecuados.

También es posible preparar mezclas de pigmentos en una tinta de chorro de tinta no acuosa. Por ejemplo, el negro de carbón generalmente muestra un tono negro parduzco cálido, mientras que generalmente se prefiere un tono negro neutro. Una tinta de chorro de tinta negra neutra puede obtenerse, por ejemplo, mezclando negro de carbón con un pigmento cian, un magenta o un pigmento cian y magenta dentro de la tinta, como se describe, por ejemplo, en la solicitud de patente europea en trámite EP 1593718 A (AGFA). La aplicación por chorro de tinta también puede requerir uno o más colores de aplicación puntual, por ejemplo para impresión por chorro de tinta en envasados o textiles. Con frecuencia los colores plata y oro se desean para impresión de carteles y anuncios en puntos de venta.

Los pigmentos particulares preferidos son Pigmento Metálico I.C. 1, 2 y 3. Los ejemplos ilustrativos de los pigmentos inorgánicos incluyen óxido de titanio, sulfato de bario, carbonato de calcio, óxido de zinc, sulfato de plomo, plomo amarillo, cinc amarillo, óxido de hierro rojo (III), rojo cadmio, azul ultramarino, azul Prusia, óxido de cromo verde, verde cobalto, ámbar, negro titanio y negro hierro sintético.

Dispersantes

Los dispersantes poliméricos típicos son copolímeros de dos monómeros pero pueden contener tres, cuatro, cinco o incluso más monómeros. Las propiedades de los dispersantes poliméricos dependen tanto de la naturaleza de los monómeros como de su distribución en el polímero. Los dispersantes copoliméricos adecuados tienen las siguientes composiciones poliméricas:

- monómeros polimerizados aleatoriamente (por ejemplo monómeros A y B polimerizados en ABBAABAB);
- monómeros polimerizados alternativamente (por ejemplo monómeros A y B polimerizados en ABABABAB);
- monómeros polimerizados por degradación gradiente (cónicos) (por ejemplo monómeros A y B polimerizados en AAABAABBABBB);
- copolímeros de bloque (por ejemplo monómeros A y B polimerizados en AAAAABBBBBB) en los que la longitud del bloque de cada uno de los bloques (2, 3, 4, 5 o incluso más) es importante para la capacidad de dispersión del dispersante polimérico;
- copolímeros de injerto (copolímeros de injerto que consisten en una cadena principal polimérica con cadenas laterales unidas a la cadena principal); y
- formas mezcladas de estos polímeros, por ejemplo copolímeros degradados en bloque.

Los dispersantes poliméricos pueden tener diferentes arquitecturas poliméricas incluyendo lineales, de peine/ramificadas, de estrella, dendríticas (incluyendo dendrímeros y polímeros e hiperramificados). En ODIAN, George, Principles of Polymerization, 4ª edición, Wiley-Interscience, 2004, p. 1-18, se proporciona un análisis general de la arquitectura de los polímeros.

Los polímeros de peine/ramificados tienen cadenas laterales de moléculas de monómeros unidas que sobresalen desde diversos puntos de ramificación central a lo largo de la cadena de polímero principal (al menos 3 puntos de ramificación).

Los polímeros de estrella son polímeros ramificados en los que tres o más homopolímeros o copolímeros lineales tanto similares como diferentes se unen entre sí a un único núcleo.

Los polímeros dendríticos comprenden las clases de dendrímeros y polímeros hiperramificados. En los dendrímeros, con estructuras monodispersas bien definidas, se usan todos los puntos de ramificación (syntaxis multietapa), mientras que los polímeros hiperramificados tienen una pluralidad de puntos de ramificación y ramificaciones multifuncionales que conducen a una ramificación adicional con el crecimiento del polímero (proceso de polimerización de una sola etapa).

Los dispersantes poliméricos adecuados pueden prepararse por medio de polimerizaciones de tipo adición o condensación. Los métodos de polimerización incluyen los descritos por ODIAN, George, Principles Of Polymerization, 4ª edición, Wiley-Interscience, 2004, págs. 39-606.

Los métodos de polimerización por adición incluyen la polimerización de radicales libres (FRP) y técnicas de polimerización controladas. Los métodos de polimerización de radicales controlados adecuados incluyen:

- RAFT: transferencia de cadena por adición-fragmentación reversible;
- ATRP: polimerización de radicales por transferencia de átomos
- MADIX: proceso de transferencia de cadena por adición-fragmentación, usando una transferencia de xantano activo;
- Transferencia de cadena catalítica (por ejemplo usando complejos de cobalto);
- Polimerizaciones mediadas con nitróxido (por ejemplo, TEMPO);

Otros métodos de polimerización controlada adecuados incluyen:

- GTP: Polimerización por transferencia de grupo;
- Polimerizaciones catiónicas vivas (apertura de anillo);
- Polimerización por apertura en anillo por coordinación-inserción aniónica; y
- Polimerización aniónica viva (apertura de anillo).

Transferencia por adición-fragmentación reversible (RAFT): la polimerización controlada ocurre mediante transferencia de cadena rápida entre radicales poliméricos en crecimiento y cadenas poliméricas inactivas. Un artículo que analiza la síntesis de RAFT de dispersantes con diferentes geometrías poliméricas se proporciona en

QUINN J.F. et al., Facile Synthesis of comb, star, and graft polymers via reversible addition-fragmentation chain transfer (RAFT) polymerization, *Journal of Polymer Science, Part A: Polymer Chemistry*, Vol.40, 2956-2966, 2002.

5 Polimerización por transferencia de grupo (GTP): el método por GTP, usado para la síntesis de copolímeros de bloque AB, lo describe SPINELLI, Harry J, GTP and its use in water based pigment dispersants and emulsion stabilisers, *Proc. of 20^a Int.. Conf. Org. Coat. Sci. Technol.*, New Platz, N.Y., State Univ. N.Y., Inst. Mater. Sci. págs. 511-518.

10 La síntesis de polímeros dendríticos se describe en la bibliografía. La síntesis de dendrímeros en NEWCOME, G. R., y col. *Dendritic Molecules: Concepts, Synthesis, Perspectives*. VCH: WEINHEIM, 2001. La polimerización hiperramificada la describe BURCHARD, W.. *Solution properties of branched macromolecules*. *Advances in Polymer Science*. 1999, vol. 143, n° II, págs. 113-194. Los materiales hiperramificados pueden obtenerse por policondensación polifuncional como describe FLORY, P.J. *Molecular size distribution in three-dimensional polymers*. VI. Branched polymer containing A-R-Bf-1-type units. *Journal of the American Chemical Society*. 1952, vol.74, págs. 15 2718-1723.

20 Las polimerizaciones catiónicas vivas se usan, por ejemplo, para la síntesis de éteres de polivinilo como se describe en los documentos WO 2005/012444 (CANON), US 20050197424 (CANON) y US 20050176846 (CANON). La polimerización por apertura en anillo por coordinación aniónica se usa por ejemplo para la síntesis de poliésteres basados en lactonas. La polimerización por apertura en anillo aniónica viva se usa, por ejemplo, para la síntesis de macromonomeros de óxido de polietileno.

25 La polimerización de radicales libres (FRP) procede por medio de un mecanismo de cadena, que básicamente consiste en cuatro tipos diferentes de reacciones que implican radicales libres: (1) generación de radical a partir de especies no radicales (iniciación), (2) adición del radical a un alqueno sustituido (propagación), (3) reacciones de transferencia de átomo y de abstracción de átomo (transferencia y terminación de cadena por desproporcionamiento) y (4) reacciones de recombinación radical-radical (terminación por combinación).

30 En los documentos US 6022908 (HP), US 5302197 (DU PONT) y US 6528557 (XEROX), se describen los dispersantes poliméricos que tienen varias de las composiciones poliméricas anteriores.

Los dispersantes copoliméricos aleatorios adecuados se describen en los documentos US 5648405 (DU PONT), US 6245832 (FUJI XEROX), US 6262207 (3M), US 20050004262 (KAO) y US 6852777 (KAO).

35 Los dispersantes copoliméricos alternativos adecuados se describen en el documento US 20030017271 (AKZO NOBEL).

40 Los dispersantes copoliméricos en bloque adecuados se han descrito en numerosas patentes, especialmente los dispersantes copoliméricos en bloque que contienen bloques hidrófobos e hidrófilos. Por ejemplo, el documento US 5859113 (DU PONT) describe copolímeros en bloque AB, el documento US 6413306 (DU PONT) describe copolímeros de bloque ABC.

45 Los dispersantes copoliméricos de injerto adecuados se describe en el documento CA 2157361 (DU PONT) (cadena principal polimérica hidrófoba y cadenas laterales hidrófilas); otros dispersantes copoliméricos de injerto se describen en los documentos US 6652634 (LEXMARK) y US 6521715 (DU PONT)).

Los dispersantes copoliméricos ramificados adecuados se describen en los documentos US 6005023 (DU PONT), US 6031019 (KAO) y US 6127453 (KODAK)).

50 Los dispersantes copoliméricos dendríticos adecuados se describen, por ejemplo, en los documentos US 6518370 (3M), US 6258896 (3M), WO 00/063305 (GEM GRAVURE)), US 6649138 (QUANTUM DOT), US 2002256230 (BASF), EP 1351759 A (EFKA ADDITIVES) y EP 1295919 A (KODAK).

55 Los diseños adecuados de dispersantes poliméricos para tintas de chorro de tinta se describen en SPINELLI, Harry J., *Polymeric Dispersants in Inkjet technology*, *Advanced Materials*, 1998, Vol. 10, no. 15, págs. 1215-1218.

Los monómeros y/u oligómeros usados para preparar el dispersante polimérico puede ser cualquier monómero y/u oligómero encontrado en el *Polymer Handbook Vol. 1 + 2*, 4^a edición, editado por J. BRANDRUP et al., Wiley-Interscience, 1999.

60 Los polímeros útiles como dispersantes de pigmento incluyen polímeros de origen natural y ejemplos específicos de los mismos incluyen: proteínas, tales como gluten, gelatina, caseína y albúmina, gomas de origen natural, tales como goma arábiga y tragacanto, glucósidos tales como saponina, ácido alginico y derivados del ácido alginico, tales como alginato de propilenglicol y derivados de celulosa, tales como metilcelulosa, carboximetilcelulosa y etil hidroxil celulosa; lana y seda y polímeros sintéticos.

65 Los ejemplos de monómeros adecuados para sintetizar dispersantes poliméricos incluyen: ácido acrílico, ácido

- dispersantes TEGO™ DISPERS™ de DEGUSSA;
- dispersantes EDAPLAN™ de MÜNZING CHEMIE;
- dispersantes ETHACRYL™ de LYONDELL;
- dispersantes GANEX™ de ISP;
- dispersantes DISPEX™ y EFKA™ de CIBA SPECIALTY CHEMICALS INC;
- dispersantes DISPONER™ de DEUCHEM; y
- dispersantes JONCRYL™ de JOHNSON POLYMER.

5 Los dispersantes poliméricos particularmente preferidos incluyen dispersantes Solsperse™ de NOVEON, dispersantes Efsa™ de CIBA SPECIALTY CHEMICALS INC y dispersantes Disperbyk™ de BYK CHEMIE GMBH.

Los dispersantes particularmente preferidos para dispersiones pigmentadas basadas en disolventes son Solsperse™ 32000 y 39000 de NOVEON.

15 Los dispersantes particularmente preferidos para dispersiones pigmentadas basadas en aceite son Solsperse™ 11000, 11200, 13940, 16000, 17000 y 19000 de NOVEON.

Los dispersantes particularmente preferidos para dispersiones pigmentadas curables por UV son los dispersantes Solsperse™ 32000 y 39000 de NOVEON.

20 El dispersante polimérico se usa preferiblemente en una cantidad del 2 a 600% en peso, más preferiblemente del 5 al 200% en peso en base al peso del pigmento.

Medios de dispersión

25 En una realización el medio de dispersión consiste en disolvente (o disolventes) orgánico. Los disolventes orgánicos adecuados incluyen alcoholes, cetonas, ésteres, éteres, glicoles y poliglicoles y derivados de los mismos, lactonas, disolventes que contienen N tales como amidas. Las mezclas preferidas de uno o más. Preferiblemente se usan mezclas de uno o más de estos disolventes.

30 Los ejemplos de alcoholes incluyen alcohol metílico, alcohol etílico, alcohol n-propílico, alcohol isopropílico, alcohol n-butílico, alcohol heptílico, alcohol octílico, alcohol ciclohexílico, alcohol bencílico, alcohol feniletílico, alcohol fenilpropílico, alcohol furfurílico, alcohol de anís y fluoroalcoholes.

35 Los ejemplos de cetonas adecuadas incluyen acetona, metil etil cetona, metil n-propil cetona, metil isopropil cetona, metil n-butil cetona, metil isobutil cetona, metil n-amil cetona, metil isoamil cetona, dietil cetona, etil n-propil cetona, etil isopropil cetona, etil n-butil cetona, etil isobutil cetona, di-n-propil cetona, diisobutil cetona, ciclohexanona, metilciclohexanona e isoforona, 2,4-pentanediona y hexafluoroacetona.

40 Los ejemplos de ésteres adecuados incluyen acetato de metilo, acetato de etilo, acetato de n-propilo, acetato de isopropilo, acetato de n-butilo, acetato de isobutilo, acetato de hexilo, acetato de octilo, acetato de bencilo, acetato de fenoxietilo, fenil acetato de etilo, lactato de metilo, lactato de etilo, lactato de propilo, lactato de butilo; propionato de metilo, propionato de etilo, propionato de bencilo, carbonato de etileno, carbonato de propileno, acetato de amilo, benzoato de etilo, benzoato de butilo, laurato de butilo, miristato de isopropilo, palmirato de isopropilo, fosfato de trietilo, fosfato tributilo, ftalato de dietilo, ftalato de dibutilo, malonato de dietilo, malonato de dipropilo, succinato de dietilo, succinato de dibutilo, glutarato de dietilo, adipato de dietilo, adipato de dibutilo y sebacato de dietilo.

Los ejemplos de éteres adecuados incluyen butil fenil éter, bencil etil éter, hexil éter, dietil éter, dipropil éter, tetrahydrofurano y dioxano.

50 Los ejemplos de glicoles y poliglicoles adecuados incluyen etilenglicol, dietilenglicol, trietilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol y tripropilenglicol.

Los ejemplos de derivados de glicoles y poliglicoles adecuados incluyen éteres tales como mono alquil éteres de alquilenglicol, dialquil éteres de alquilenglicol, monoalquil éteres de polialquilenglicol, dialquil éteres de polialquilenglicol y ésteres de glicol éteres precedentes tales como ésteres de acetato y propionato, en caso de éteres de dialquilo se puede esterificar solo una función de éter (lo que da como resultado la mezcla éter/éster) o ambas funciones de éteres (lo que da como resultado éster de dialquilo).

60 Los ejemplos de mono alquil éteres de alquilenglicol incluyen mono metil éter de etilenglicol, mono etil éter de etilenglicol, mono propil éter de etilenglicol, mono butil éter de etilenglicol, mono hexil éter de etilenglicol, mono 2-etilhexil éter de etilenglicol, mono fenil éter de etilenglicol, mono metil éter de propilenglicol, mono etil éter de propilenglicol, mono n-propil éter de propilenglicol, mono n-butil éter de propilenglicol, mono iso-butil éter de propilenglicol, mono t-butil éter de propilenglicol y mono fenil éter de propilenglicol.

65

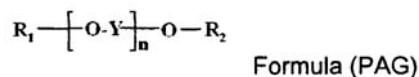
Los ejemplos de dialquil éteres de alquilenglicol adecuados incluyen dimetil éter de etilenglicol, dietil éter de etilenglicol, metil etil éter de etilenglicol, dibutil éter de etilenglicol, dimetil éter de propilenglicol, dietil éter de propilenglicol y dibutil éter de propilenglicol.

5 Los ejemplos de mono alquil éteres de polialquilenglicol adecuados incluyen mono metil éter de dietilenglicol, mono etil éter de dietilenglicol, mono-n-propil éter de dietilenglicol, mono n-butil éter de dietileno, mono hexil éter de dietilenglicol, mono metil éter de trietilenglicol, mono etil éter de trietilenglicol, mono butil éter de trietilenglicol, mono metil éter de dipropileno, mono etil éter de dipropilenglicol, n-propil éter de dipropilenglicol, mono n-butil éter de dipropilenglicol, mono t-butil éter de dipropileno, mono metil éter de tripropilenglicol, mono etil éter de tripropilenglicol, mono n-propil éter de tripropilenglicol y mono n-butil éter de tripropilenglicol.

15 Los ejemplos de dialquil éteres de polialquilenglicol adecuados incluyen dimetil éter de dietilenglicol, dimetil éter de trietilenglicol, dimetil éter de tetraetilenglicol, dietil éter de dietilenglicol, dietil éter de trietilenglicol, dietil éter de tetraetilenglicol, metil etil éter de dietilenglicol, metil etil éter de trietilenglicol, metil etil éter de tetraetilenglicol, di-n-propil éter de dietilenglicol, di-iso-propil éter de dietilenglicol, dimetil éter de dipropilenglicol, dietil éter de dipropilenglicol, di n-propil éter de dipropileno, di t-butil éter de dipropileno, dimetil éter de tripropilenglicol y dietil éter de tripropilenglicol.

20 Los ejemplos de ésteres de glicoles adecuados monometil éter acetato de etilenglicol, monoetil éter acetato de etilenglicol, monopropil éter acetato etilenglicol, monobutil éter acetato de etilenglicol, monoetil éter acetato de dietilenglicol, monobutil éter acetato de dietilenglicol, monometil éter acetato de propilenglicol, monoetil éter acetato de propilenglicol, monometil éter acetato de dipropilenglicol y monometil éter propionato de propilenglicol.

25 Los disolventes preferidos para su uso en la dispersión de pigmentos y tintas de chorro de tinta de acuerdo con la presente invención son uno o más dialquiléteres polialquilenglicol representados por la fórmula (PAG)



30 en la que,

cada R_1 y R_2 se seleccionan independiente de un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono;

Y representa un grupo etileno y/o un grupo propileno; en la que

35 n es un número entero seleccionado de 4 a 20 para un primer dialquiléter de polialquilenglicol; y n es un número entero seleccionado de 5 a 20 para un segundo polialquilenglicol.

40 Los grupos alquilo R_1 y R_2 de los dialquiléteres de polialquilenglicol de acuerdo con la Fórmula (PAG) representan preferiblemente metilo y/o etilo. Más preferiblemente los grupos alquilo R_1 y R_2 son grupos metilo.

En una realización preferida los dialquiléteres de polialquilenglicol de acuerdo con la Fórmula (PAG) son dialquiléteres de polietilenglicol.

45 En otra realización preferida, en la dispersión de pigmentos o en la tinta de chorro de tinta está presente una mezcla de 2, 3, 4 o más dialquiléteres de polialquilenglicol, más preferiblemente dialquiléteres de polietilenglicol.

50 Las mezclas de dialquiléteres de polietilenglicol adecuadas para las dispersiones de pigmentos incluyen mezclas de dimetil éteres de polietilenglicol que tienen un peso molecular de al menos 200, tal como Poliglicol DME 200™, Poliglicol DME 250™ y Poliglicol DME 500™ de CLARIANT. Los dialquiléteres de polialquilenglicol usados en tintas de chorro de tinta no acuosas tienen preferiblemente un peso molecular medio entre 200 y 800, y más preferiblemente no están presentes dialquiléteres de polialquilenglicol con un peso molecular de más de 800. La mezcla de dialquiléteres de polialquilenglicol es preferiblemente una mezcla líquida homogénea a temperatura ambiente.

55 Los disolventes adecuados de otees de glicoles disponibles en el mercado incluyen disolventes Cellosolve™ y Carbitol™ de UNION CARBIDE, disolventes Ektasolve™ de EASTMAN, disolventes Dowanol™ de DOW, disolventes de Oxitoll™, disolventes Dioxitoll™, disolventes de Proxitoll™ y disolventes Diproxitol™ de SHELL CHEMICAL y disolventes Arcosolv™ de LYONDELL.

60 Las lactonas son compuestos que tienen una estructura de anillo formada por enlaces de ésteres y pueden ser de los tipos γ -lactona (estructura de anillo de 5 miembros), δ -lactona (estructura de anillo de 6 miembros) o ϵ -lactona (estructura de anillo de 7 miembros). Los ejemplos adecuados de lactonas incluyen γ -butirolactona, γ -valerolactona, γ -hexalactona, γ -heptalactona, γ -octalactona, γ -nonalactona, γ -decalactona, γ -undecalactona, δ -valerolactona, δ -hexalactona, δ -heptalactona, δ -octalactona, δ -nonalactona, δ -decalactona, δ -undecalactona y ϵ -caprolactona.

Los ejemplos adecuados de disolventes orgánicos que contienen N incluyen 2-pirrolidona, N-metilpirrolidona, N,N-dimetilacetamida, N,N-dimetilformamida, acetonitrilo y N,N-dimetildodecanamida.

5 En otra realización el medio de dispersión comprende tipos de aceites líquidos, solos o en combinación con un disolvente (o disolventes) orgánico. Los disolventes orgánicos adecuados incluyen alcoholes, cetonas, ésteres, éteres, glicoles y poliglicoles y derivados de los mismos, lactonas, disolventes que contienen N tales como amidas, ésteres de ácidos grasos superiores y mezclas de uno o más de los disolventes descritos anteriormente para medios de dispersión basados en disolventes.

10 La cantidad de disolvente polar es preferiblemente inferior que la cantidad de aceite. El disolvente orgánico tiene preferiblemente un punto de ebullición elevado, preferiblemente por encima de 200 °C. Los ejemplos de combinaciones adecuadas se describen en el documento GB 2303376 (FUJITSU ISOTEC) especialmente para el uso de alcohol oleico y en el documento EP 1157070 A (MARCONI DATA SYSTEMS) para la combinación de aceite
15 y disolvente orgánico volátil.

Los aceites adecuados incluyen hidrocarburos saturados e hidrocarburos insaturados, aceites aromáticos, aceites parafínicos, aceites parafínicos extraídos, aceites nafténicos, aceites nafténicos extraídos, aceites ligeros o pesados hidrotratados, aceites vegetales, aceites blancos, aceites nafta petróleo, hidrocarburos sustituidos con halógeno,
20 siliconas y derivados y mezclas de los mismos.

Los hidrocarburos pueden seleccionarse de hidrocarburos alifáticos de cadena lineal o ramificada, hidrocarburos acíclicos e hidrocarburos aromáticos. Son ejemplos de hidrocarburos los hidrocarburos saturados tales como n-hexano, isohexano, n-nonano, isononano, dodecano e isododecano; hidrocarburos insaturados tales como 1-hexeno, 1-hepteno y 1-octeno; hidrocarburos cíclicos saturados tales como ciclohexano, cicloheptano, ciclooctano, ciclodecano y decalina; hidrocarburos insaturados cíclicos tales como ciclohexeno, ciclohepteno, cicloocteno, 1,3,5,7-ciclooctatetraeno y ciclododeceno e hidrocarburos aromáticos tales como benceno, tolueno, xileno, naftaleno, fenantreno, antraceno y derivados de los mismos. En la bibliografía se usa a menudo la expresión aceite parafínico. Los aceites parafínicos adecuados pueden ser del tipo de parafina normal (octano y alcano superiores), isoparafinas (isooctano e isoalcanos superiores) y cicloparafinas (ciclooctano y cicloalcanos superiores) y mezclas de aceites de parafina. La expresión "parafina líquida" se usa a menudo para referirse a una mezcla que comprende principalmente tres componentes de una parafina normal, una isoparafina y una parafina monocíclica, que se obtiene por alto refinado de una fracción de aceite lubricante relativamente volátil mediante un lavado con ácido sulfúrico o similares; como se describe en el documento US 6730153 (SAKATA INX). Los hidrocarburos adecuados también se describen como destilados de petróleo de-aromatizados.
25
30
35

Los ejemplos adecuados de hidrocarburos halogenados incluyen dicloruro de metileno, cloroformo, tetraclorometano y cloroformo de metilo. Otros ejemplos adecuados de hidrocarburos sustituidos con halógeno incluyen perfluoroalcanos, líquidos inertes basados en fluorina e yoduros de fluorocarbono.
40

Los ejemplos adecuados de aceites de silicona incluyen polisiloxano de dialquilo (por ejemplo, disiloxano de hexametilo, disiloxano de tetrametilo, trisiloxano de octametilo, trisiloxano de hexametilo, trisiloxano de heptametilo, tetrasiloxano de decametilo, trifluoropropil heptametil trisiloxano, dietil tetrametil disiloxano), polisiloxano de dialquilo cíclico (por ejemplo, ciclotrisiloxano de hexametilo, ciclotetrasiloxano de octametilo, ciclotetrasiloxano de tetrametilo, ciclotetrasiloxano tetra(trifluoropropil)tetrametilo) y aceite de metilfenil silicona.
45

Aceite blanco es una expresión usada para aceites minerales blancos, que son aceites minerales altamente refinados que consisten en hidrocarburos no polares alifáticos y alicíclicos saturados. Los aceites blancos son hidrófobos, incoloros, insípidos, inodoros y no cambian de color con el paso del tiempo.
50

Los aceites vegetales incluyen aceites semi-secos tales como aceite de semilla de soja, aceite de semilla de algodón, aceite de girasol, aceite de colza, aceite de mostaza, aceite de sésamo y aceite de maíz; aceites sin secar tales como aceite de oliva, aceite de cacahuete y aceite de camelia y aceites secos tales como aceite linaza y aceite de cártamo, en los que estos aceites vegetales pueden usarse en solos o como una mezcla de los mismos.
55

Los ejemplos de otros aceites adecuados incluyen aceites de vaselina, aceites sin secar y aceites semi-secos.

Los aceites adecuados disponibles en el mercado incluyen los tipos de hidrocarburos alifáticos tales como la gama Isopar™ (isoparafinas) y la gama Varsol/Naphtha de EXXON CHEMICAL, la gama Soltrol™ e hidrocarburos de CHEVRON PHILLIPS CHEMICAL y la gama Shellsol™ de SHELL CHEMICALS.
60

Las parafinas normales adecuadas disponibles en el mercado incluyen la gama normal Norpar™ de EXXON MOBIL CHEMICAL.

65 Los hidrocarburos nafténicos adecuados disponibles en el mercado incluyen la gama Nappar™ de EXXON MOBIL CHEMICAL.

Los destilados de petróleo de-aromatizados adecuados disponibles en el mercado incluyen los tipos de Exsol™ D de EXXON MOBIL CHEMICAL

5 Los hidrocarburos fluoro-sustituídos adecuados disponibles en el mercado incluyen fluorocarbonos de DAIKIN INDUSTRIES LTD, Chemical Division.

Los aceites de silicona adecuados disponibles en el mercado incluyen las gamas de fluido de silicona de SHIN-ETSU CHEMICAL, Silicone Division.

10 Los aceites blancos adecuados disponibles en el mercado adecuados incluyen aceites blancos Witco™ CROMPTON CORPORATION.

15 Si la dispersión de pigmentos no acuosa es una dispersión de pigmento curable, el medio de dispersión comprende uno o más monómeros y/u oligómeros para obtener un medio de dispersión líquido. Algunas veces puede ser ventajoso añadir una pequeña cantidad de un disolvente orgánico para mejorar la disolución de dispersante. El contenido de disolvente orgánico debe ser menor que el 20% en peso basado en el peso total de la tinta de chorro de tinta. En otros casos, puede ser ventajoso añadir una pequeña cantidad de agua, por ejemplo, para mejorar la dispersión de la tinta de chorro tinta sobre una superficie hidrófila, pero preferiblemente la tinta de chorro de tinta no contiene agua.

20 Los disolventes orgánicos preferidos incluyen alcoholes, hidrocarburos aromáticos, cetonas, ésteres, hidrocarburos alifáticos, ácidos grasos superiores, carbitoles, celosolves, ésteres de ácidos grasos superiores. Los alcoholes adecuados incluyen metanol, etanol, propanol, 1-butanol, 1-pentanol, 2-butanol, t-butanol. Los hidrocarburos aromáticos adecuados incluyen tolueno y xileno. Las cetonas adecuadas incluyen metil etil cetona, metil isobutil cetona, 2,4-pentanediona y hexafluoroacetona. También pueden usarse glicoles, glicoléteres, N-metilpirrolidona, N,N-dimetilacetamida, N, N-dimetilformamida.

25 En el caso de una tinta de chorro de tinta curable, el medio de dispersión consiste preferiblemente en monómeros y/u oligómeros.

Monómeros y oligómeros

35 Como compuesto curable para la tinta de chorro de tinta puede usarse cualquier monómero u oligómero. También puede usarse una combinación de monómeros, oligómeros y/o prepolímeros. Los monómeros, oligómeros y/o prepolímeros pueden poseer diferentes grados de funcionalidad y puede usarse una mezcla que incluya combinaciones de mono-, bi-, tri- y mayores funcionalidades de monómeros, oligómeros y/o prepolímeros. La viscosidad de la tinta de chorro de tinta puede ajustarse variando la proporción entre los monómeros y oligómeros.

40 Puede emplearse cualquier método de polimerización por radicales convencional, sistema de foto-curación usando un generador foto-ácido o foto-básico o una copolimerización alternante por foto-inducción. En general, se prefiere la polimerización por radicales y la polimerización catiónica pero también puede emplearse la copolimerización alternante por foto inducción que no necesita iniciador. Adicionalmente, también es eficaz un sistema híbrido de combinaciones de estos sistemas.

45 La polimerización catiónica es superior en eficacia debido a la ausencia de inhibición de la polimerización por oxígeno, sin embargo, es costosa y lenta, especialmente en condiciones de humedad relativa elevada. Si se usa la polimerización catiónica se prefiere usar un compuesto epoxi junto con un compuesto oxetano para aumentar la tasa de polimerización. La polimerización por radicales es el proceso de polimerización preferido.

50 Puede emplearse cualquier compuesto polimerizable comúnmente conocido en la técnica. Para usar como un compuesto curable por radiación en la tinta de chorro de tinta curable por radiación se prefieren particularmente monómeros, oligómeros o prepolímeros de acrilato monofuncionales y/o polifuncionales, tales como, acrilato de isoamilo, acrilato de estearilo, acrilato de laurilo, acrilato de octilo, acrilato de decilo, acrilato de isoamilistilo, acrilato de isostearilo, 2-etilhexil-diglicol acrilato, 2-hidroxi-butil acrilato, ácido 2-acriloiloxietil hexahidroalifático, acrilato de butoxietilo, acrilato de etoxi dietilenglicol, acrilato de metoxi dietilenglicol, acrilato de metoxi polietilenglicol, acrilato de metoxi propilenglicol, acrilato de fenoxietilo, acrilato de tetrahidrofurfurilo, acrilato de isobornilo, 2-hidroxi-etil acrilato, 2-hidroxi-propil acrilato, 2-hidroxi-3-fenoxipropil acrilato, acrilato de éter vinílico, etoxi (met)acrilato de éter vinílico, ácido 2-acriloiloxietil succínico, ácido 2-acriloiloxietil ftálico, ácido 2-acriloiloxietil -2-hidroxi-etil-ftálico, acrilato flexible modificado con lactona y t-butilciclohexil acrilato, diacrilato de trietilenglicol, diacrilato de tetraetilenglicol, diacrilato de polietilenglicol, diacrilato de dipropilenglicol, diacrilato de tripropilenglicol, diacrilato de polipropilenglicol, 1,4-butanediol acrilato, 1,6-hexanodiol diacrilato, 1,9-nonanodiol diacrilato, diacrilato de neopentilglicol, diacrilato de dimetilol-triciclodecano, diacrilato de aducto de bisfenol A EO (óxido de etileno), diacrilato de aducto de bisfenol A PO (óxido de propileno), diacrilato de hidroxipivalato neopentil glicol, diacrilato de neopentil glicol propoxilado, diacrilato de dimetiloltriclodecano alcoxilado y diacrilato de politetrametilenglicol, triacrilato de trimetilolpropano, triacrilato de trimetilolpropano modificado con EO, triacrilato de tri(propilenglicol), triacrilato de trimetilolpropano

modificado con caprolactona, triacrilato de pentaeritritol, tetraacrilato de pentaeritritol, tetraacrilato de pentaeritritoletoxi, hexaacrilato de dipentaeritritol, tetraacrilato de ditrimetilolpropano, triacrilato de glicerolpropoxi y hexaacrilato de dipentaeritritol modificado con caprolactamo o una N-vinilamida tal como, N-vinilcaprolactama o N-vinilformamida; o acrilamida o acrilamida sustituida, tal como acrilolmorfolina.

5 Otros acrilatos monofuncionales adecuados incluyen acrilato de caprolactona, formal acrilato de trimetilolpropano cíclico, nonil fenol acrilato etoxilado, acrilato de isodecilo, acrilato de isooctilo, acrilato octildecilo, fenol acrilato alcoxilado, acrilato de tridecilo y dimetanol diacrilato de ciclohexanona alcoxilado.

10 Otros acrilatos difuncionales adecuados incluyen diacrilato de ciclohexanona dimetanol alcoxidado, diacrilato de hexanediol alcoxilado, diacrilato de dioxano glicol, diacrilato de dimetil ciclohexanona, diacrilato de dietilenglicol y diacrilato de neopentilglicol.

15 Otros acrilatos trifuncionales adecuados incluyen triacrilato de glicerina propoxilado y triacrilato de trimetilolpropano propoxilado.

Otros acrilatos funcionales superiores incluyen tetraacrilato de di-trimetilolpropano, pentaacrilato de dipentaeritritol, tetraacrilato de pentaeritritol etoxilado, acrilatos de glicol y ésteres de acrilato metoxilados.

20 Adicionalmente, con estos acrilatos pueden usarse los metacrilatos correspondientes a los acrilatos mencionados anteriormente.

25 De los metacrilatos, se prefieren metacrilato de metoxipolietilenglicol, metacrilato de metoxitrietilenglicol, metacrilato de hidroxietilo, metacrilato de fenoxietilo, metacrilato de ciclohexilo, dimetacrilato de tetraetilenglicol y dimetacrilato de polietilenglicol debido a su sensibilidad relativamente elevada y a una mayor adhesión a una superficie receptora de tinta.

30 Adicionalmente, las tintas de chorro de tinta también pueden contener oligómeros polimerizables. Los ejemplos de estos oligómeros polimerizables incluyen acrilatos epoxi, acrilatos alifáticos de uretano, acrilatos aromáticos de uretano, acrilatos de poliéster y oligómeros acrílicos de cadena lineal.

Los ejemplos adecuados de compuestos de estireno son estireno, p-metilestireno, p-metoxiestireno, β-metilestireno, p-metil-β-metilestireno, α-metilestireno y p-metoxi-β-metilestireno.

35 Los ejemplos adecuados de compuestos de vinilnaftaleno son 1-vinilnaftaleno, α-metil-1-vinilnaftaleno, β-metil-1-vinilnaftaleno, 4-metil-1-vinilnaftaleno y 4-metoxi-1-vinilnaftaleno.

40 Los ejemplos adecuados de compuestos N-vinilo heterocíclicos son N-vinilcarbazol, N-vinilpirrolidona, N-vinilindol, N-vinilpirrol, N-vinilfenotiazina, N-vinilacetanilida, N-viniletiacetoamida, N-vinilsuccinimida, N-vinilftalimida, N-vinilcaprolactamo y N-vinilimidazol.

El compuesto catiónicamente polimerizable de la tinta de chorro de tinta puede ser uno o más monómeros, uno o más oligómeros o una combinación de los mismos.

45 Ejemplos adecuados de compuestos catiónicamente curables pueden encontrarse en *Advances in Polymer Science*, 62, págs 1 - 47 (1984) por J. V. Crivello.

El compuesto catiónico curable puede contener al menos una olefina, tioéter, acetal, tioxano, tietano, aziridina, heterociclo N-, O-, S- o P-, aldehído, lactamo o un grupo éster cíclico.

50 Los ejemplos de compuestos catiónicos polimerizables incluyen monómeros y/u oligómeros de epóxidos, éteres de vinilo, estirenos, oxetanos, oxazolinas, vinilnaftalenos, compuestos N-vinilo heterocíclicos, compuestos tetrahidrofurfurilo.

55 El monómero catiónicamente polimerizable puede ser mono-, di- o multi - funcional o una mezcla de los mismos.

En el "Handbook of Epoxy Resins" de Lee y Neville, McGraw Hill Book Company, Nueva York (1967) y en "Epoxy Resin Technology" de P. F. Bruins, John Wiley and Sons Nueva York (1968), se indica una lista de compuestos catiónicos curables adecuados que tienen al menos un grupo epoxi.

60 Los ejemplos de compuestos catiónicos curables que tienen al menos un grupo epoxi incluyen 1,4-butanediol diglicidil éter, 3-(bis(glicidiloximetil)metoxi)-1,2- propano diol, óxido de limoneno, 2-bifenil glicidil éter, 3, 4-epoxiciclohexilmetil-3',4'- epoxiciclohexano carboxilato, epóxidos basados en epiclorhidrina-bisfenol S, estirénicos epoxidados y más epóxidos basados en epiclorhidrina-bisfenol F y A y novolaks epoxidadas.

65 Los compuestos epoxi adecuados que comprenden al menos dos grupos epoxi en la molécula son poliepóxido

alicíclico, poliglicidil éster de ácido polibásico, poliglicidil éster de poliol, poliglicidil éster de polioxialquilenglicol, poliglicidil éster de poliol aromático poliglicidil, éster de poliol aromático, compuesto poliepoxi uretano y poliepoxi polibutadieno.

5 Los ejemplos de biseóxidos cicloalifáticos incluyen copolímeros de epóxidos y componentes hidroxilo tales como glicoles, polioles o éter vinílico, tales como 3, 4-epoxiciclohexilmetil-3',4'-epoxiciclohexilcarboxilato; bis (3,4-epoxiciclohexilmetil) adipato; biseóxido de limoneno; diglicidil éster del ácido hexahidroftálico.

10 Los ejemplos de éteres vinílicos que tienen al menos un grupo éter vinílico incluyen éter etil vinílico, éter n-butil vinílico, éter isobutil vinílico, éter octadecil vinílico, éter ciclohexil vinílico, éter butanediol divinílico, éter hidroxil butil vinílico, éter ciclohexano dimetanol monovinílico, éter fenil vinílico, éter p-metilfenil vinílico, éter p-metoxifenil vinílico, éter α -metilfenil vinílico, éter β -metilisobutil vinílico y éter β -cloroisobutil vinílico, éter dietilenglicol vinílico, éter trietilenglicol vinílico, éter n-propil vinílico, éter isopropil vinílico, éter dodecil vinílico, éter dietilenglicol monovinílico, éter ciclohexanodimetanol divinílico, 4-(viniloxi) butil benzoato, bis[4-(viniloxi)butil]adipato, bis[4-(viniloxi)butil] succinato, 4-(viniloxi metil) ciclohexilmetil benzoato, bis [4-(viniloxi) butil]isofalato, bis [4-(viniloximetil) ciclohexilmetil] glutarato, tris[4-(viniloxi)butil]trimelitato, 4-(viniloxi), butil esteatita, bis [4-(viniloxi)butil] hexanodil biscarbamato, bis [4-(viniloxi)metil]ciclohexil]metil]tereftalato, bis [4-(viniloxi)metil]ciclohexil]metil] isofalato, bis[4-(viniloxi)butil](4-metil-1,3-fenileno)-biscarbamato, bis[4-viniloxi]butil](metilenedi-4,1-fenileno)biscarbamato y 3-amino-1-propanol vinil éter.

20 Los ejemplos adecuados de compuestos oxetano que tienen al menos un grupo oxetano incluyen 3-etil-3-hidroxi-1-oxetano, la mezcla oligomérica 1,4-bis[3-etil-3-oxetanilmetoxi]metil]benceno, 3-etil-3-fenoximetil-oxetano, bis(1-etil[(3-oxetanil)]metil]éter, 3-etil-3-[(2-etilhexiloxi)metil]oxetano, 3-etil-[(tri-etoxisilil propoxi)metil oxetano] y 3,3-dimetil-2(p-metoxi-fenil)-oxetano.

25 Una clase de monómeros y oligómeros preferida que puede usarse tanto en composiciones curables por radiación como cationicamente curables son acrilatos de éter vinílico tales como los descritos en el documento US 6310115 (AGFA), incorporados por referencia en el presente documento.

30 Los compuestos particularmente preferidos son met(acrilato) de 2-(2-viniloxietoxi)etilo, más preferiblemente el compuesto es acrilato de 2-(2-viniloxietoxi)etilo.

Iniciadores

35 Preferiblemente la tinta de chorro de tinta curable también puede contener un iniciador. El iniciador típicamente inicia la reacción de polimerización. El iniciador puede ser un iniciador térmico, pero es preferiblemente un fotoiniciador. El fotoiniciador requiere menos energía para activarse que los monómeros, oligómeros y/o prepolímeros para formar el polímero. El fotoiniciador adecuado para su uso en las tintas de chorro de tinta curables puede un iniciador Norrish de tipo I, un iniciador Norrish de tipo II o un generador de fotoácido.

40 El iniciador (o iniciadores) térmico adecuado para su uso en las tintas de chorro de tinta curables incluyen terc-amil peroxibenzoato, 4,4-azobis(4-ácido cianovalérico), 1,1'-azobis(ciclohexanocarbonitrilo), 2,2'-azo-bis-isobutironitrilo (AIBN), peróxido de benzoilo, 2,2-bis (terc-butilperoxi)butano, 1,1-bis(terc-butilperoxi)ciclohexano, 1,1-bis (terc-butilperoxi)ciclohexano, 2,5-bis(terc-butilperoxi)-2,5-dimetilhexano, 2,5-bis(terc-butilperoxi)-2,5-dimetil-3-hexina, bis(1,(terc-butilperoxi)-1-metiletil)benzeno), 1,1-bis(terc-butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano, hidroperóxido de terc-butilo, peracetato de terc-butilo, peróxido de terc-butilo, peroxibenzoato de terc-butilo, carbonato de terc-butilperoxi isopropilo, hidroperóxido de cumeno, peróxido de ciclohexanona, peróxido de dicumilo, peróxido de laurilo, peróxido 2,4-pentanediona, ácido peracético y persulfato potásico.

50 El fotoiniciador o sistema fotoiniciador absorbe la luz y es responsable de la producción de especies de iniciación tales como radicales libres y cationes. Los radicales libres y cationes son especies de alta energía que inducen la polimerización de monómeros, oligómeros y polímeros y con monómeros y oligómeros polifuncionales por lo que también inducen la reticulación.

55 La radiación con radiación actínica puede realizarse en dos etapas cambiando la longitud de onda o intensidad. En estos casos se prefiere el uso de 2 tipos de fotoiniciadores juntos.

También puede usarse una combinación de diferentes tipos de iniciador, por ejemplo, un fotoiniciador y un terminador.

60 Un iniciador Norrish de tipo I preferido se selecciona del grupo que consiste en benzoinéteres, bencil cetales, α,α -dialcoxiacetofenonas, α -hidroxialquilfenonas, α -aminoalquilfenonas, óxidos de acilfosfina, sulfidos de acilfosfina, α -halocetonas, α -halosulfonas y α -halofenilgloxalatos.

65 Un iniciador Norrish de tipo II preferido se selecciona del grupo que consiste en benzofenonas, tioxantonas, 1,2-dicetonas y antraquinonas. Un co-iniciador preferido se selecciona del grupo que consiste en una amina alifática, una amina aromática y un tiol. Como co-iniciadores particularmente preferidos se encuentran las aminas terciarias,

los tioles heterocíclicos y el ácido 4-dialquilamino benzoico.

Los fotoiniciadores adecuados se describen en CRIVELLO, J.V., et al VOLUME N III: Photoinitiators for Free Radical Cationic, 2ª edición. Editado por BRADLEY, G. Londres, UK. John Wiley and Sons Ltd, 1998. págs. 287-294.

Los ejemplos específicos de fotoiniciadores pueden incluir, pero sin limitación, los siguientes compuestos o combinaciones de los mismos: benzofenona y benzofenonas sustituidas, 1-hidroxiciclohexil fenil cetona, tioxantonas tales como isopropiltioxantona, 2-hidroxi-2-metil-1-fenilpropan-1-ona, 2-bencil-2-dimetilamino-(4-morfolinofenil) butan-1-ona, bencil dimetilquetal, bis(2,6-dimetilbenzoil)-2,4, óxido de 4-trimetilfenilfosfina, óxido de 2,4,6-trimetilbenzoildifenilfosfina, 2-metil-1-[4-(metiltio)fenil] -2-morfolinopropan-1-ona, 2,2-dimetoxi-1,2-difeniletan-1-ona o 5,7-diyodo-3-butoxi-6-fluorona, fluoruro de difeniliodonio y hexafluorofosfato de trifenilsulfonio.

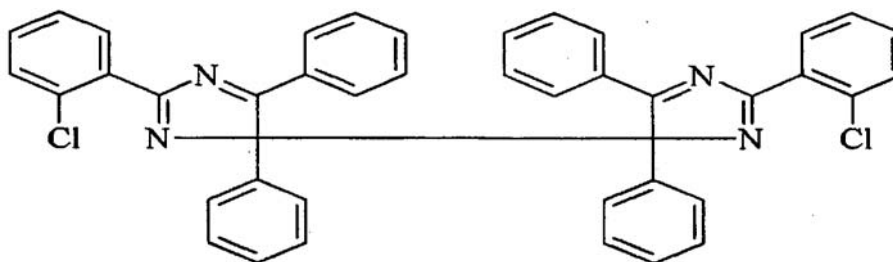
Los fotoiniciadores adecuados comerciales incluyen Irgacure™ 184, Irgacure™ 500, Irgacure™ 907, Irgacure™ 369, Irgacure™ 1700, Irgacure™ 651, Irgacure™ 819, Irgacure™ 1000, Irgacure™ 1300, Irgacure™ 1870, Darocur™ 1173, Darocur™ 2959, Darocur™ 4265 y Darocur™ ITX disponibles de CIBA SPECIALTY CHEMICALS, Lucerin TPO disponible de BASF AGE, Esacure™ KT046, Esacure™ KIP150, Esacure™ KT37 y Esacure™ EDB disponibles de LAMBERTI, H-Nu™ 470 y H-Nu™ 470 X disponible de SPECTRA GROUP Ltd..

Los fotoiniciadores catiónicos adecuados incluyen compuestos, que forman ácidos apróticos o ácidos de Bronstead después de exposición suficiente a la luz ultravioleta y/o visible para iniciar la polimerización. El fotoiniciador usado puede ser un solo compuesto, una mezcla de dos o más compuestos activos o una combinación de dos o más compuestos diferentes, es decir, co-iniciadores. Los ejemplos no limitantes de fotoiniciadores catiónicos adecuados son sales de arildiazonio, sales de diariliodonio, sales de triarilsulfonio, sales de triarilselenonio y similares.

La tinta de chorro de tinta curable puede contener un sistema fotoiniciador que contenga uno o más fotoiniciadores y uno más sensibilizadores que transfieren energía al fotoiniciador (o fotoiniciadores). Los sensibilizadores adecuados incluyen tintes fotorreducibles de xanteno, fluoreno, benzoxanteno, benzotioxanteno, tiazina, oxazina, cumarina, pironina, porfirina, acridina, azo, diazo, cianina, merocianina, diarilmetilo, triarilmetilo, triarilquinona, fenilendiamina, benzimidazol, fluorocromo, quinolina, tetrazol, naftol, bencidina, rodamina, índigo y/o indantreno. La cantidad del sensibilizador es en general del 0,01 al 15% en peso, preferiblemente del 0,05 al 5% en cada caso en base al peso total de la tinta de chorro de tinta curable.

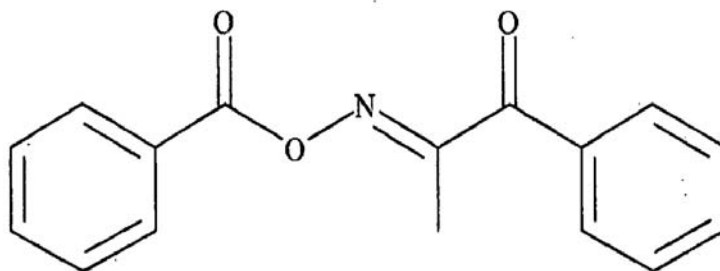
Para aumentar más la fotosensibilidad, la tinta de chorro de tinta curable puede contener adicionalmente co-iniciadores. Por ejemplo, se conoce la combinación de titanocenos y triclorometil-s-triazinas, de titanocenos y éteres de cetoxima y de acridinas y triclorometil-s-triazinas. Puede conseguirse un aumento adicional en la sensibilidad añadiendo dibenzalacetona o derivados de aminoácidos. La cantidad de co-iniciador o co-iniciadores es en general del 0,01 al 20% en peso, preferiblemente del 0,05 al 10% en peso, en cada caso, en base al peso total de la tinta de chorro de tinta curable.

Un sistema iniciador preferido es 2,2'-bis(o-clorofenil)-4,4',5,5'-tetrafenil-(7Cl,8Cl) 4,4'-Bi-4H-imidazol que corresponde a la fórmula química:



en presencia de un iniciador tal como 2-mercapto benzoxazol.

Otro tipo preferido de iniciador es un éster de oxima. Un ejemplo adecuado tiene la fórmula química:



Una cantidad preferida de iniciador es de 0,3-50% en peso del peso total del fluido curable y más preferiblemente del 1-15% en peso del peso total de la tinta de chorro de tinta curable.

5 La irradiación con radiación actínica puede realizarse en dos etapas cambiando la longitud de onda o la intensidad. En dichos casos se prefiere el uso de 2 tipos de fotoiniciadores juntos.

10 Inhibidores

La tinta de chorro de tinta curable por radiación puede contener un inhibidor de polimerización. Los inhibidores de polimerización adecuados incluyen antioxidantes de tipo fenol, estabilizadores de luz de aminas impedidas, antioxidantes de tipo fósforo, monometil éter hidroquinona normalmente usado en monómeros de (met)acrilato y también puede usarse hidroquinona, t-butilcatecol y pirogallol.

15 Son inhibidores comerciales adecuados, por ejemplo, Sumilizer™ GA-80, Sumilizer™ GM y Sumilizer™ GS producidos por Sumitomo Chemical Co. Ltd.; Genorad™ 16, Genorad™ 18 y Genorad™ 20 de Rahn AG; Irgastab™ UV10 e Irgastab™ UV22, Tinuvin™ 460 y CGS20 de Ciba Specialty Chemicals; gama Floorstab™ UV (UV-1, UV-2, UV-5 y UV-8) de Kromachem Ltd, gama Additol™ S (S100, S110, S120 y S130) de Cytec Surface Specialties.

20 Dado que la sobreadición de estos inhibidores de polimerización disminuirá la sensibilidad de la tinta al curado, antes de la mezcla se prefiere determinar la cantidad que pueda impedir la polimerización. La cantidad de un inhibidor de polimerización es preferiblemente menor del 2% en peso de la tinta total.

25 Aglutinantes

Las composiciones de tinta de chorro de tinta no acuosas comprenden preferiblemente una resina aglutinante. El aglutinante funciona como un agente que controla la viscosidad y también proporciona una flexibilidad relativa al sustrato resina polimérica, por ejemplo un sustrato de cloruro de polivinilo, también denominado sustrato de vinilo. El aglutinante debe seleccionarse para tener una buena solubilidad en el disolvente (o en los disolventes).

30 Los ejemplos adecuados de resinas aglutinantes incluyen resinas acrílicas, resinas acrílicas modificadas, resinas acrílicas de estireno, copolímeros acrílicos, resinas de acrilato, resinas de aldehído, resinas, ésteres de resina, resinas modificadas y resinas de resinas modificadas, polímeros de acetilo, resinas de acetal tales como butiral de polivinilo, resinas de cetona, resinas fenólicas y resinas fenólicas modificadas, resinas maléicas y resinas maléicas modificadas, resinas de terpeno, resinas de poliéster, resinas de poliamida, resinas de poliuretano, resinas epoxi, resinas vinílicas, resinas de copolímero cloruro de vinilo-acetato de vinilo, resinas de tipo celulosa tales como nitrocelulosa, aceto-propionato de celulosa y acetato-butirato de celulosa y resina de copolímero tolueno de vinilo- α -metilestireno. Estos aglutinantes pueden usarse solos o en una mezcla de los mismos. Preferiblemente, el aglutinante es una resina termoplástica que forma una película.

40 La cantidad de resina aglutinante en la tinta de chorro de tinta está preferiblemente en el intervalo del 0,1 al 30% en peso, más preferiblemente del 1 al 20% en peso, más preferiblemente del 2 al 10% en peso basado en el peso total de la tinta de chorro de tinta.

45 Tensioactivos

La tinta de chorro de tinta puede contener al menos un tensioactivo. El tensioactivo (o tensioactivos) puede ser aniónico, catiónico, no iónico o zwitteriónico y se añade normalmente en una cantidad total menor que el 20% en peso basado en el peso total de la tinta de chorro de tinta y particularmente en un total menor que el 10% en peso basado en el peso total de la tinta de chorro.

55 Los tensioactivos adecuados incluyen tensioactivos fluorados, sales de ácidos grasos, ésteres de sales de un alcohol superior, sales de alquilbenceno sulfonato, sales de ésteres de sulfosuccinato y sales de ésteres de fosfato de un alcohol superior (por ejemplo, dodecibenceno sulfonato sódico y dioctilsulfosuccinato sódico), aductos de óxido de etileno de un alcohol superior, aductos de óxido de etileno de un alquilfenol, aductos de óxido de etileno de un éster

de ácido graso de alcohol polihídrico y aductos de acetilenglicol y de óxidos de etileno de los mismos (por ejemplo, nonifenil éter de polioxietileno y SURFYNOL™ 104, 104H, 440, 465 y TG disponibles en AIR PRODUCTS & CHEMICALS INC.).

5 Para las tintas de chorro de tinta no acuosas los tensioactivos preferidos se seleccionan de tensoactivos de fluoro (tales como hidrocarburos fluorados) y tensoactivos de silicona. Las siliconas son típicamente siloxanos y pueden estar alcoxiladas, modificadas con poliéter, hidroxifuncionales modificadas con poliéter, modificadas con amina, modificadas con epoxi y otras modificaciones o combinaciones de las mismas. Los siloxanos preferidos son

10 poliméricos, por ejemplo poldimetilsiloxanos.
 En una tinta de chorro de tinta curable, como tensioactivo puede usarse un compuesto fluorado o de silicona, preferiblemente se usan tensoactivo reticulado. Los monómeros polimerizables que tienen efectos tensoactivos incluyen acrilatos modificados con silicona, metacrilatos modificados con silicona, siloxanos acrilatados, siloxanos modificados con acrílico modificados con poliéter, acrilatos fluorados, y metacrilatos fluorados. Los monómeros

15 Humectantes/Penetrantes

20 Los humectantes adecuados incluyen triacetina, N-metil-2-pirrolidona, glicerol, urea, tiourea, etilen urea, alquil urea, alquil tiourea, dialquil urea y dialquil tiourea, dioles, incluyendo etanodioles, propanodioles, propanotrioles, butanodioles, pentanodioles y hexanodioles; glicoles, incluyendo propilenglicol, polipropilenglicol, etilenglicol, polietilenglicol, dietilenglicol, tetraetilenglicol y mezclas y derivados de los mismos. Los humectantes preferidos son

25 Preparación de una tinta de chorro de tinta pigmentada

30 La tinta de chorro de tinta puede prepararse precipitando o moliendo el pigmento en el medio de dispersión en presencia del dispersante.

Los aparatos de mezcla pueden incluir un amasador a presión, un amasador abierto, un mezclador planetario, un disolventador y un Mezclador Dalton Universal. Los aparatos de molienda y de dispersión adecuados son un molino de

35 bolas, un molino de perlas, un molino coloidal, un dispersador de alta velocidad, rodillos dobles un molino de perlas, un acondicionador de pintura y rodillos triples. Las dispersiones también pueden prepararse usando energía por ultrasonidos.
 Como medios de molienda pueden usarse diversos tipos de materiales diferentes, tales como vidrios, cerámicas, metales y plásticos. En una realización preferida, el medio de molienda puede comprender partículas, de manera

40 preferible con forma sustancialmente esférica, por ejemplo, perlas constituidas esencialmente por una resina polimérica o perlas de circonio estabilizadas con itrio.
 En el proceso de mezcla, molienda y dispersión, cada proceso se realiza preferiblemente con refrigeración para

45 impedir la acumulación de calor.
 En el proceso de mezcla, molienda y dispersión, cada proceso se realiza con refrigeración para impedir la acumulación de calor y para las tintas de chorro de tinta curables por radiación, en condiciones lumínicas, tanto

50 como sea posible, en las que la radiación actínica se ha excluido sustancialmente.
 La tinta de chorro de tinta puede contener más de un pigmento y puede prepararse usando dispersiones individuales para cada pigmento o, como alternativa, pueden mezclarse diversos pigmentos y molerse conjuntamente en la

55 preparación de la dispersión.
 El proceso de dispersión puede realizarse en un modo continuo, discontinuo o semi-discontinuo.

Las cantidades y proporciones preferidas de los ingredientes de la molienda en el molino variarán ampliamente dependiendo de los materiales específicos y de las aplicaciones deseadas. Los contenidos de la mezcla de molienda comprenden la molienda del molino y el medio de molienda. La molienda del molino comprende pigmento,

60 dispersante polimérico y un vehículo líquido. Para las tintas de chorro de tinta el pigmento está normalmente presente en el molino de molienda del 1 al 50% en peso, excluyendo el medio de molienda. La proporción en peso del pigmento sobre el dispersante polimérico es de 20:1 a 1:2.
 El tiempo de molienda puede variar ampliamente y depende del pigmento, de los medios mecánicos y de las

65 condiciones de residencia seleccionadas, del tamaño de partícula inicial y final deseado, etc. En la presente invención pueden prepararse dispersiones de pigmentos con un tamaño medio de partícula inferior a 100 nm.

Después de completar la molienda, el medio de molienda se separa del producto particulado molido (en una forma de dispersión seca o líquida) usando técnicas de separación convencionales, tales como filtración, tamizado a través de un tamiz de malla y similares. A menudo el tamizado se realiza dentro del molino, por ejemplo en un molino de perlas. Preferiblemente, el concentrado de pigmento molido se separa del medio de molienda por filtración.

En general es deseable fabricar las tintas de chorro de tinta en forma de una molienda molida concentrada que posteriormente se diluye a la concentración apropiada para su uso en el sistema de impresión de chorro de tinta. Esta técnica permite la preparación de una mayor cantidad de tinta pigmentada del equipo. Mediante dilución, la tinta de chorro de tinta se ajusta a la viscosidad, tensión superficial, color, matiz, densidad de saturación y cobertura del área de impresión deseada para la aplicación particular.

Factor de Separación Espectral

Se encontró que el factor de separación espectral SSF era una excelente medición para caracterizar una tinta de chorro de tinta pigmentada, ya que tiene en cuenta las propiedades relacionadas con respecto a la absorción de luz (por ejemplo longitud de onda de absorción máxima λ_{max} , forma del espectro de absorción y valor de absorción a λ_{max}) así como las propiedades relacionadas con calidad y estabilidad de dispersión.

Una medición de la absorción a una mayor longitud de onda da una indicación de la forma del espectro de absorción. La calidad de dispersión puede evaluarse basándose en el fenómeno de dispersión de luz inducido por las partículas sólidas en las soluciones. Cuando se mide en transmisión, la dispersión de luz en tintas pigmentadas puede detectarse como una absorción aumentada a longitudes de onda superiores a las del pico de absorción del propio pigmento. La estabilidad de la dispersión puede evaluarse comparando el FSS antes y después de un tratamiento térmico, por ejemplo, de un pico a 80°C.

El factor de separación espectral SSF de la tinta se calcula usando los datos del espectro registrado de una solución de tinta o de una imagen lanzada por chorro sobre un sustrato y comparando la absorción máxima con respecto a la absorción a una mayor longitud de onda de referencia λ_{ref} . El factor de separación espectral se calcula como la proporción de la absorción máxima A_{max} sobre la absorción A_{ref} a una longitud de onda de referencia.

$$SSF = \frac{A_{max}}{A_{ref}}$$

El SSF es una excelente herramienta para diseñar conjuntos de tinta de chorro de tinta con una gama de color amplia. A menudo actualmente los conjuntos de tinta de chorro de tinta se comercializan de manera que las diferentes tintas no se corresponden suficientemente entre sí. Por ejemplo, la absorción combinada de todas las tintas no proporciona una absorción completa sobre todo el espectro visible, por ejemplo, existen "huecos" entre el espectro de absorción de los colorantes. Otro problema es que una tinta podría absorberse en intervalo de otra tinta. La gama de color resultante de estos conjuntos de tinta de chorro de tinta es baja o mediocre.

Ejemplos

Materiales

Todos los materiales usados en los siguientes ejemplos estaban fácilmente disponibles de fuentes convencionales tales como Aldrich Chemical Co. (Bélgica) y Acros (Bélgica) salvo que se especifique otra cosa.

DEGDEE es dietiléter de dietilenglicol de ACROS.

SOLSPERSE™ 32000 es un hiperdispersante de NOVEON.

El Terc-butóxido de potasio procedía de ACROS.

El dietil-5-(hidroximetil)isofthalato de ALDRICH.

El tionilcloruro de ACROS.

La 1,4-butanosultona de ACROS.

La tridodecilamina de ACROS.

PR202 es la abreviatura de Pigmento Rojo I.C. 202 para el que usó CINQUASIA MAG RT235D de CIBA

SPECIALTY CHEMICALS.

PR209 es la abreviatura de Pigmento Rojo I.C 209 para el que se usó HOSTAPERM™ RED EG TRANSPARANT.

5 PR282 es la abreviatura de Pigmento Rojo I.C 282 para el que se usó IRGAZIN™ MAGENTA 2012.

QMIX es la abreviatura de un cristal mezclado de Pigmento Violeta I.C. 19 y Pigmento Rojo I.C. 122, para el que se usó CROMOPHTAL JET MAGENTA 2BC de CIBA SPECIALTY CHEMICALS.

10 PV19 es la abreviatura de Pigmento Violeta I.C. 19 para el que se usó INK JET RED E5B02 de CLARIANT.

PO71 es la abreviatura de Pigmento Naranja I.C. 71 para el que se usó Cromophtal™ DPP Orange TR de Ciba Specialty Chemicals.

15 PO73 es la abreviatura de Pigmento Naranja I.C. 73 para el que se usó Irgazin™ DPP Orange RA de Ciba Specialty Chemicals.

PR264 es la abreviatura de Pigmento Rojo I.C. 264 para el que se usó Irgazin™ DPP Rubine TR de Ciba Specialty Chemicals.

20 PR254 es la abreviatura de Pigmento Rojo I.C. 254 para el que se usó Irgazin™ DPP Red BTR de Ciba Specialty Chemicals.

Métodos de medición

25 1. Medición del SSF

El factor de separación espectral SSF de la tinta se calculó usando los datos del espectro registrado de una solución de tinta y comparando la absorbancia máxima con respecto a la absorbancia a una longitud de onda de referencia. La longitud de onda de referencia depende del pigmento (o pigmentos) usado:

- sí la tinta de color tiene una absorbancia máxima A_{max} entre 400 y 500 nm entonces la absorbancia A_{ref} debe determinarse a una longitud de onda de referencia de 600 nm,
- sí la tinta de color tiene una absorbancia máxima A_{max} entre 500 y 600 nm entonces la absorbancia A_{ref} debe determinarse a una longitud de onda de referencia de 650 nm,
- sí la tinta de color tiene una absorbancia máxima A_{max} entre 600 y 700 nm entonces la absorbancia A_{ref} debe determinarse a una longitud de onda de referencia de 830 nm.

40 La absorbancia se determinó en transmisión con un espectrofotómetro de doble haz Shimadzu UV-2101 PC. La tinta se diluyó con acetato de etilo para tener una concentración de pigmento del 0,002%. Se realizó una medición espectrofotométrica del espectro de absorción UV-VIS-NIR de la tinta diluida en modo transmisión con un espectrofotómetro de doble haz usando los ajustes de la [Tabla 2](#). Se usaron células de cuarzo con una longitud de trayectoria de 10 mm y como blanco se seleccionó acetato de etilo.

45 **Tabla 2**

Modo	Absorbancia
Intervalo de longitud de onda	240-900nm
Anchura de la abertura	2,0 nm
Intervalo de barrido	1,0 nm
Velocidad de barrido	Rápida (1.165 nm/min)
Detector	fotomultiplicador (UV-VIS)

Las tintas de chorro de tinta pigmentadas eficaces que presentan un estrecho espectro de absorción y una alta absorbancia máxima tienen un valor de al menos 30 para el SSF.

50 2. Estabilidad de dispersión

La estabilidad de la dispersión se evaluó comparando el SSF antes y después de un tratamiento térmico de una semana a 80°C. Las tintas de chorro de tinta pigmentadas que presentan una buena estabilidad de dispersión tienen un SSF, después del tratamiento térmico, aún mayor que 30 y una pérdida del SSF de menos del 35%.

3. Tamaño medio de partícula

El tamaño de partícula de las partículas pigmentadas en una tinta de chorro de tinta pigmentada se determinó por espectroscopía de correlación fotónica a una longitud de onda de 633 nm con un láser 4mW HeNe en una muestra diluida de la tinta de chorro de tinta pigmentada. El analizador de tamaño de partícula usado fue un Malvern™ nano-S disponible de Goffin-Meyvis.

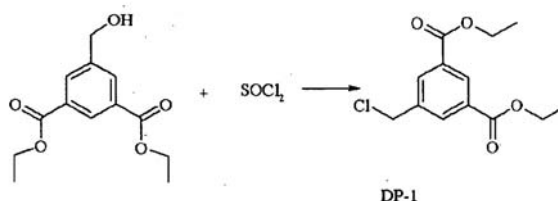
La muestra se preparó por adición de una gota de tinta a una cubeta que contenía 1,5 ml de acetato de etilo y se mezcló hasta que se obtuvo una muestra homogénea. El tamaño de partícula medido es el valor medio de 3 mediciones consecutivas que consisten en 6 procesos de 20 segundos. Para unas buenas características del chorro de tinta (características de lanzamiento del chorro y calidad de impresión) el tamaño medio de partícula de las partículas dispersadas es inferior a 200 nm, de manera preferible de aproximadamente 100 nm. Se considera que la tinta de chorro de tinta pigmentada es una dispersión de pigmentos estable si el tamaño de partícula permanece inferior a 200 nm después de un tratamiento térmico de 7 días a 80°C.

Ejemplo 1

Este ejemplo ilustra la síntesis de derivados dicetopirrol-pirrol que comprenden al menos un grupo ácido.

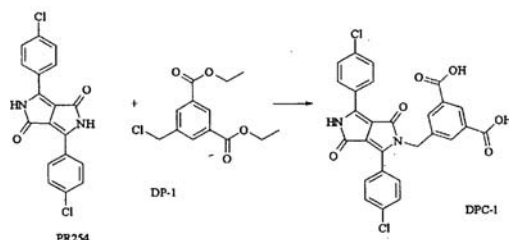
20 Sinergista DCP-1 de dispersión

La síntesis del sinergista DCP-1 de dispersión se realizó de acuerdo con el siguiente esquema de síntesis:



25 Se disolvieron 25 g (0,1 mol) de dietil-5-(hidroximetil)isofalato en una mezcla de 100 ml de cloruro de metileno y 0,3 g de dimetilacetamida (catalizador). Se añadieron gota a gota 19,6 g (0,165 mol) de cloruro de tionilo y la mezcla se agitó durante una noche. Después de este periodo, la mezcla se enfrió en un baño con hielo y se añadieron 150 ml de etanol. Cuando el cloruro de metileno se evaporó a presión reducida apareció un sólido. El producto sólido DP-1 se filtró y se lavó con un pequeño volumen de etanol. El rendimiento fue del 86%.

30



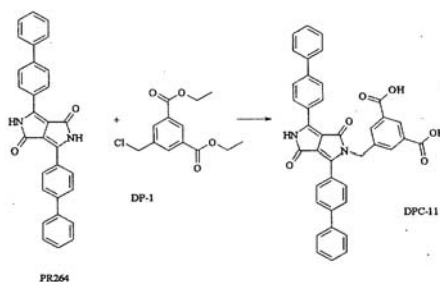
35 Se disolvieron 35,7 g (0,1 mol) de PR254 en 500 ml de dimetilsulfóxido por la adición de 22,44 g (0,2 mol) de terc-butóxido de potasio. La solución se calentó a aproximadamente 70 °C y se añadieron 27,1 g (0,1 mol) del compuesto DP-1. La etapa de alquilación se completó después de 4 horas, la mezcla se enfrió y se añadieron 50 ml de metanol. Se recogió por filtración un producto secundario y al filtrado se añadieron 60 ml (0,6 mol) de una solución de hidróxido de sodio (29%). La hidrolización se produjo durante un reflujo de 30 minutos. Después de este periodo se añadieron 50 ml de agua y el sinergista DPC-1 de dispersión se precipitó con 57,2 ml (1 mol) de ácido acético. El sinergista DPC-1 de dispersión se filtró y se lavó con agua. El rendimiento fue del 40%.

40

Sinergista DPC-11 de dispersión

La síntesis del sinergista DPC-11 de dispersión se realizó de acuerdo con el siguiente esquema de síntesis:

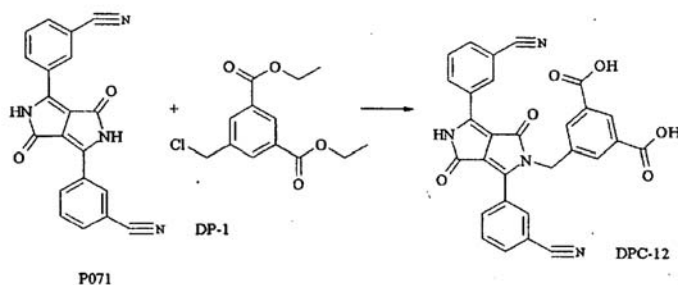
45



Se disolvieron 44,0 g (0,1 mol) de PR264 (= Pigmento Rojo I.C. 264) en 500 ml de dimetilsulfóxido por la adición de 22,44 g (0,2 mol) de terc-butóxido de potasio. La solución se calentó a aproximadamente 70 °C y se añadieron 27,1 g (0,1 mol) del compuesto DP-1. La etapa de alquilación se completó 4 horas después y la mezcla se enfrió a 50 °C. Se añadieron 500 ml de metanol y el producto de partida que no había reaccionado se recogió por filtración. La hidrolización comenzó con la adición de 60 ml (0,6 mol) de una solución de hidróxido de sodio al 29% al filtrado. La solución se calentó a 55 °C y después de 30 minutos se enfrió a temperatura ambiente. Se añadieron 57,2 ml (1 mol) de ácido acético y el sinergista se precipitó con agua. El sinergista DPC-11 de dispersión se filtró y se lavó con agua. El rendimiento fue del 16%.

Sinergista DPC-12 de dispersión

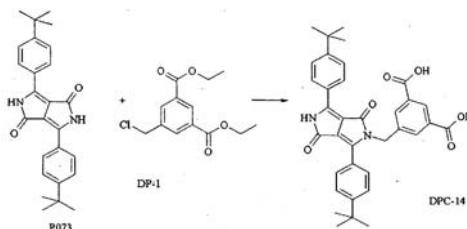
La síntesis del sinergista DPC-12 de dispersión se realizó de acuerdo con el siguiente esquema de síntesis:



Se disolvieron 33,8 g (0,1 mol) de P071 (= Pigmento Naranja I.C. 71) en 500 ml de dimetilsulfóxido por la adición de 22,44 g (0,2 mol) de terc-butóxido de potasio. La solución se calentó a aproximadamente 70°C y se añadieron 27,1 g (0,1 mol) del compuesto DP-1. La etapa de alquilación se completó 2 horas después y la mezcla se enfrió a 50 °C. Se añadieron 500 ml de metanol y 60 ml (0,6 mol) de una solución de hidróxido de sodio al 29% y la mezcla se agitó a 50 °C. Después de 30 minutos el producto de partida que no había reaccionado se recogió por filtración. Se añadieron 57,2 ml (1 mol) de ácido acético al filtrado y el sinergista se precipitó con agua. El sinergista DPC-12 de dispersión se filtro y se lavó con agua. El rendimiento fue del 32%.

Sinergista DCP-14 de dispersión

La síntesis del sinergista DCP-14 de dispersión se realizó de acuerdo con el siguiente esquema de síntesis:



Se disolvieron 40,0 g (0,1 mol) de P073 (= Pigmento Naranja I.C. 73) en 500 ml de dimetilsulfóxido por la adición de 22,44 g (0,2 mol) de terc-butóxido de potasio. La solución se calentó a aproximadamente 70°C y se añadieron 27,1 g (0,1 mol) del compuesto DP-1. La etapa de alquilación se completó 2 horas después y la mezcla se enfrió a 50°C. Se añadieron 500 ml de metanol y 60 ml (0,6 mol) de una solución de hidróxido de sodio al 29% y la mezcla se agitó a 50 °C. Después de 30 minutos el producto que no había reaccionado se recogió por filtración. Se añadieron 57,2 ml (1 mol) de ácido acético al filtrado y el sinergista se precipitó con agua. El sinergista DCP-14 de dispersión se filtro y se lavó con agua. El rendimiento fue del 46%.

Ejemplo 2

Este ejemplo ilustra que cuando se usa un derivado dicetopirrolo-pirrol en combinación con un pigmento de quinacridona, se obtienen tintas de chorro de tinta estables no acuosas con alta calidad de dispersión para producir imágenes con alta calidad de imagen.

Preparación y evaluación de tintas de chorro de tinta no acuosas

Todas las tintas de chorro de tinta se prepararon de la misma manera para obtener una composición como se describe en la Tabla 3, excepto que se usaron diferentes pigmentos de quinacridona en combinación con el sinergista DPC-1 de dispersión. En ausencia de un derivado dicetopirrolo-pirrol como sinergista de dispersión, se usó una concentración de pigmento del 5,00% en peso en lugar del 4,50% en peso.

Tabla 3

Componente	% en peso
Pigmento	4,50
DPC-1	0,50
Solsperse™ 32000	5,00
DEGDEE	90,00

Se preparó una composición de tinta mezclando el pigmento, el dispersante polimérico Solsperse™ 32000, opcionalmente el sinergista de dispersión y el disolvente orgánico DEGDEE con un disolventor y posteriormente esta mezcla se trató con un procedimiento de molido con rodillo usando perlas de óxido de circonio estabilizado con itrio de 0,4 mm de diámetro ("medio de molienda con circonio de alta resistencia al desgaste" de TOSOH Co.). Un matraz de polietileno de 60 ml se llenó hasta la mitad de su volumen con las perlas de molienda y 20 ml de la mezcla. El matraz se cerró con una tapa y se puso sobre el molino de rodillo durante tres días. La velocidad se ajustó a 150 rpm. Después de moler, la dispersión se separó de las perlas usando una manga.

Usando el método anterior, las tintas de chorro de tinta comparadas COMP-1 a COMP-5 y las tintas de chorro de tinta la invención INV-1 a INV-5 se prepararon de acuerdo con la Tabla 4.

Evaluación de las tintas de chorro de tinta

Para evaluar la calidad de dispersión, se determinó el tamaño medio de partícula y el factor de separación espectral SSF y se determinaron de nuevo después de un tratamiento térmico de 7 días a 80 °C. Los resultados se indican en la Tabla 4.

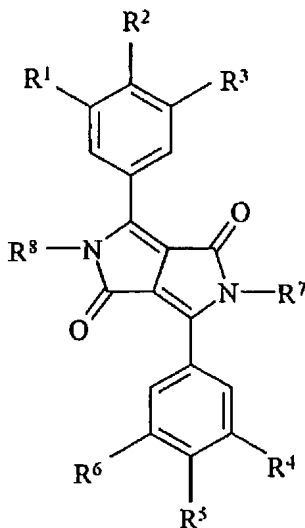
Tabla 4

Tinta de chorro de tinta	Pigmento	DPC-1	Sin tratamiento térmico		Después de 7d/80°C	
			SSF	Tamaño de partícula (nm)	% de pérdida de SSF	% de aumento del tamaño de partícula
COMP-1	PR202	No	46	170	61%	159%
COMP-2	PR209	No	202	77	72%	65%
COMP-3	PR282	No	18	982	36%	43%
COMP-4	PV19	No	92	98	71%	124%
COMP-5	QMIX	No	51	111	56%	128%
INV-1	PR202	Si	90	77	1%	3%
INV-2	PR209	Si	127	76	0%	0%
INV-3	PR282	Si	48	153	29%	46%
INV-4	PV19	Si	140	72	24%	3%
INV-5	QMIX	Si	114	70	0%	1%

En ausencia del sinergista de dispersión, se observó escasa calidad y/o estabilidad de dispersión para las tintas de chorro de tinta comparativas COMP-1 a COMP-5. Por otro lado, todas las tintas de chorro de tinta de la invención INV-1 a INV-5 que comprendían un pigmento de quinacridona y el derivado dicetopirrolo-pirrol DPC-1 que contenía 2 grupos carboxilo, como sinergista de dispersión, mostraron excelente calidad y estabilidad de dispersión.

REIVINDICACIONES

1. Una dispersión de pigmento no acuosa que comprende un pigmento de quinacridona, un dispersante polimérico y un sinergista de dispersión en un medio de dispersión, **caracterizada por que** el sinergista de dispersión es un derivado de dicetopirrol-pirrol que contiene al menos un grupo ácido o una sal del mismo y en la que el sinergista de dispersión es un derivado de dicetopirrol-pirrol de acuerdo con la fórmula (I):



Formula (I)

10 en la que:

R^1 , R^2 y R^3 se seleccionan independiente entre el grupo que consiste en un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo terc-butilo, un grupo fenilo, un grupo ciano o un grupo ácido;

15 R^4 , R^5 y R^6 se seleccionan independiente entre el grupo que consiste en un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo terc-butilo, un grupo fenilo y un grupo ciano; y

se **caracteriza por que** uno de R^7 y R^8 es un grupo que comprende al menos un grupo ácido mientras que el otro de R^7 y R^8 representa hidrógeno.

20 2. La dispersión de pigmento no acuosa de acuerdo con la reivindicación 1 en la que el grupo ácido para R^1 , R^2 y/o R^3 es un grupo carboxilo.

25 3. La dispersión de pigmento no acuosa de acuerdo con la reivindicación 1 en la que R^1 y R^3 representan un grupo carboxilo y R^2 representa hidrógeno.

30 4. La dispersión de pigmento no acuosa de acuerdo con la reivindicación 1 en la que R^1 , R^2 y R^3 se seleccionan independientemente entre el grupo que consiste en un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo de terc-butilo, un grupo fenilo o un grupo ciano.

5. La dispersión de pigmento no acuosa de acuerdo con la reivindicación 4 en la que R^1 , R^3 , R^4 y R^6 representan hidrógeno.

35 6. La dispersión de pigmento no acuosa de acuerdo con la reivindicación 5 en la que R^2 y R^5 representan un átomo de cloro.

7. La dispersión de pigmento no acuosa de acuerdo con la reivindicación 5 en la que R^2 y R^5 representan hidrógeno.

40 8. La dispersión de pigmento no acuosa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 en la que uno de los grupos R^7 y R^8 es un grupo que comprende dos grupos ácidos mientras que el otro grupo de R^7 y R^8 representa hidrógeno.

45 9. La dispersión de pigmento no acuosa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en la que el grupo que comprende dos funciones ácidas R^7 o R^8 se selecciona entre el grupo que consiste en un grupo ácido alcanoico, un grupo ácido alicíclico, un grupo ácido heterocíclico, un grupo ácido heteroaromático y un grupo ácido

aromático.

- 5 10. La dispersión de pigmento no acuosa de acuerdo con la reivindicación 9 en la que el grupo ácido aromático es un grupo ácido ftálico, un grupo ácido isoftálico o un grupo ácido tereftálico.
11. La dispersión de pigmento no acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 en la que la sal del grupo que comprende al menos un grupo ácido es un grupo de sal del ácido de amonio.
- 10 12. La dispersión de pigmento no acuosa de acuerdo con la reivindicación 11 en la que dicho grupo de sal del ácido de amonio es un grupo amonio sustituido seleccionado entre el grupo que consiste en $^+N(CH_3)_2(C_{18}H_{37})_2$, $^+NH(CH_3)_2(C_{18}H_{37})$, $^+N(CH_3)_2(C_{12}H_{25})_2$, $^+NH(CH_3)_2(C_{12}H_{25})$, $^+N(CH_3)_2(C_{10}H_{21})_2$, $^+NH(CH_3)_2(C_{10}H_{21})$, $^+N(CH_3)_2(C_8H_{17})_2$, $^+NH(CH_3)_2(C_8H_{17})$, $^+NH(C_8H_{17})_3$, $^+NH(C_{10}H_{21})_3$, $^+NH(C_{12}H_{26})_3$ y $^+NH(C_{18}H_{37})_3$.
- 15 13. La dispersión de pigmento no acuosa de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en la que la dispersión de pigmento no acuosa es una tinta de chorro de tinta curable o una tinta de chorro de tinta no acuosa que contiene un disolvente orgánico y/o aceite.
- 20 14. Un conjunto de tintas de chorro de tinta CMYK no acuosas que incluye una tinta de chorro de tinta magenta como se define en la reivindicación 13.
- 25 15. Un método para preparar una tinta de chorro de tinta pigmentada que comprende las etapas de:
- a) proporcionar un sinergista de dispersión como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12;
 - b) dispersar un pigmento de quinacridona en un medio de dispersión líquido no acuoso usando un polímero dispersante y dicho sinergista de dispersión.