



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

① Número de publicación: 2 364 066

(51) Int. Cl.:

C09B 57/00 (2006.01) **C09B 17/00** (2006.01) C09D 11/02 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

Т3

- 96 Número de solicitud europea: 05752699 .8
- 96 Fecha de presentación : **20.06.2005**
- 97 Número de publicación de la solicitud: 1761606 97) Fecha de publicación de la solicitud: 14.03.2007
- 54 Título: Preparados de pigmentos de pteridina.
- (30) Prioridad: **30.06.2004 EP 04103060**
- 73 Titular/es: BASF SE 67056 Ludwigshafen, DE
- (45) Fecha de publicación de la mención BOPI: 24.08.2011
- (72) Inventor/es: Bugnon, Philippe; Karrer, Karin; Hahn, Marcel y Sieber, Werner
- (45) Fecha de la publicación del folleto de la patente: 24.08.2011
- (74) Agente: Carvajal y Urquijo, Isabel

ES 2 364 066 T3

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

DESCRIPCION

Preparados de pigmentos de pteridina

5

10

15

20

25

35

45

La presente invención se refiere a un nuevo preparado de 2,4,5,7-tetraaminopirimido[5,4g]pteridina, a un procedimiento para la producción del mismo y a su uso para colorear materiales orgánicos de alto peso molecular y en la producción de colorantes de impresión, pasta de impresión o tintas de impresión.

Las pteridinas, por ejemplo incluyendo 2,4,5,7-tetraaminopirimido[5,4g]pteridina y su uso como pigmentos ya son conocidas.

En US-B1-6.600.042, WO-A-00/31079, WO-A-99/55707 y WO-A-98/18866 se describe la preparación de pirimidopteridina, por ejemplo, 2,4,5,7-tetraaminopirimido[5,4g]pteridina, y se menciona el uso en la coloración en masa. Plastificantes, que podrían añadirse al polímero, pueden ser ésteres de ácido fosfórico.

Sin embargo, para ciertas aplicaciones, especialmente para la coloración de materiales plásticos específicos, tales como poliolefinas o PVC, o en el uso de dichos pigmentos como componentes de color en colorantes de impresión, o tintas, que se pueden utilizar en procesos de impresión y en procesos de impresión por chorro de tinta, se ha comprobado que los preparados comerciales actualmente disponibles no satisfacen todos los requisitos, especialmente en términos de la dispersabilidad requerida y la resistencia del color hasta ahora insatisfactorias asociadas con los mismos.

Existe la necesidad por tanto de nuevas formas de preparados de pigmentos de pteridina que formen dispersiones estables adecuadas para su uso en colorantes de impresión, pastas de impresión y tintas de impresión o tintas de impresión por chorro de tinta, que produzcan coloraciones tintóreamente fuertes y que exhiban buenas propiedades de solidez en general, así como la necesidad de procedimientos de producción que den lugar a estas formas de preparados.

De manera sorprendente, se ha comprobado ahora que el preparado de 2,4,5,7-tetraaminopirimido[5,4g]pteridina de acuerdo con la invención satisface sustancialmente los criterios anteriores.

En consecuencia, la presente invención se refiere a un preparado de pigmento que comprende, como componente (A),

2,4,5,7-tetraaminopirimido[5,4g]pteridina de fórmula

$$\begin{array}{c|c}
N & NH_2 \\
N & N \\
N & N \\
N & NH_2
\end{array}$$
(1).

como componente (B), un fosfato o un polifosfato inorgánico, 30 y opcionalmente, como componente (C), otros aditivos.

Los compuestos de fosfato adecuados como componente (B) para el preparado de pigmento de acuerdo con la invención son fosfatos inorgánicos y también polifosfatos, preferentemente metafosfatos cíclicos orgánicos o metafosfatos lineales, especialmente hexametafosfato.

Los fosfatos anteriores pueden estar en forma de ácidos libres o, preferentemente, en forma de sales, tales como, por ejemplo, sales de $Na^{\scriptscriptstyle +}$, $NH_4^{\scriptscriptstyle +}$, $K^{\scriptscriptstyle +}$ o $N(R,R_1R_2R_3)^{\scriptscriptstyle +}$, en donde R a R_3 son cada uno independientemente entre sí hidrógeno o alquilo C_1 - C_{12} , especialmente alquilo C_1 - C_4 .

Con preferencia, el preparado de pigmento de acuerdo con la invención comprende, como componente (C),

- 40 a) ceras, tales como ceras de polietileno, ceras de polipropileno, ésteres de glicol, polietilenglicoles (PEG), especialmente PEG 900 a 1800, y/o
 - b) surfactantes, tales como derivados de sorbitán, en especial monolaurato de sorbitán, ésteres de glicerol o derivados a base de lanolina y/o
 - c) dispersantes, especialmente dispersantes poliméricos que contienen grupos que tienen afinidad por pigmentos, en donde los dispersantes poliméricos pueden estar en forma de homopolímeros o copolímeros y son especialmente

copolímeros de alto peso molecular que contienen grupos que tienen afinidad por pigmentos, y/o d) resinas poliméricas como ligantes.

La producción del preparado de pigmento de acuerdo con la invención se lleva a cabo en una pluralidad de etapas de acuerdo con el siguiente esquema:

5 Primera etapa:

Segunda etapa:

15

20

25

30

$$\begin{bmatrix} NH_2 & NH_2 \\ N & NH_2 & NH_2 \\ N & N & NH_2 \end{bmatrix} + X - (2)$$

$$H_2N - N - N - NH_2 - N$$

en donde HX es un ácido y X es un anión ácido.

La primera etapa es conocida, por ejemplo, a partir de WO/2001 029040; la segunda etapa, que similarmente ha sido dada a conocer en dicho documento, es modificada de acuerdo con la invención del modo que se describe a continuación:

Para la producción de un preparado de pigmento adecuado para colorear material orgánico de alto peso molecular de origen natural o sintético, en especial para colorear poliolefinas puras o sustituidas, en primer lugar el componente (B), por ejemplo hexametafosfato, se añade a una torta de prensa húmeda del compuesto de fórmula

$$\begin{bmatrix} NH_2 & NH_2 \\ N & N & NH_2 \end{bmatrix}^+ X^-$$

$$\begin{bmatrix} NH_2 & NH_2 \\ N & N & NH_2 \end{bmatrix}^+ X^-$$
(2),

obtenido a partir de la primera etapa en donde X⁻ es un anión ácido.

Se añaden NaOH y luego opcionalmente el componente (C), por ejemplo monolaurato de sorbitán, a la mezcla a temperatura ambiente, se efectúa un calentamiento y el preparado de pigmento resultante se aísla después de la filtración y secado.

Para la producción de un preparado de pigmento adecuado para su uso en colorantes de impresión, pastas de impresión o tintas de impresión, en primer lugar el componente (B), por ejemplo hexametafosfato, y opcionalmente el componente (C), por ejemplo monolaurato de sorbitán, se añaden en cualquier orden a la torta de prensa húmeda del compuesto de fórmula (2) obtenido a partir de la primera etapa, se añade NaOH a la mezcla a temperatura ambiente, se efectúa un calentamiento y el preparado de pigmento resultante se aísla después de la filtración y secado.

Para la producción de un preparado de pigmento adecuado para su uso en tintas de impresión por chorro de tinta, en primer lugar una torta de prensa húmeda del compuesto de fórmula (2) obtenida a partir de la primera etapa, se dispersa en agua con ayuda de dispersantes, y luego se añaden, en cualquier orden, el componente (B), por ejemplo hexametafosfato, y NaOH, a una temperatura ligeramente elevada.

Para la producción del preparado de pigmento de acuerdo con la invención, el compuesto de fórmula (2) puede estar en forma sólida, por ejemplo en forma de un polvo o gránulos, o bien en forma de un pigmento en bruto obtenido

directamente de la síntesis.

5

10

15

30

35

40

El material de partida preferentemente empleado es un pigmento en bruto que no ha sido secado. El pigmento se puede emplear, por ejemplo, en forma de una torta de prensa húmeda, por ejemplo una torta que tiene un contenido en humedad residual de 5 a 60% en peso, con preferencia un contenido en humedad residual de 20 a 40% en peso. Similarmente, es posible utilizar directamente la mezcla obtenida en la reacción para la producción del pigmento.

El material orgánico de alto peso molecular a colorear de acuerdo con la invención puede ser de origen natural o sintético. Dichos materiales pueden ser, por ejemplo, resinas naturales o aceites secantes, caucho o caseína, o pueden ser materiales naturales modificados, tales como caucho clorado, resinas alquídicas modificadas con aceite, viscosa o éteres o ésteres de celulosa, tales como acetato de celulosa, propionato de celulosa, acetobutirato de celulosa o nitrocelulosa, pero en especial son polímeros orgánicos completamente sintéticos (tanto plásticos termoendurecibles como termoplásticos), como los obtenidos por polimerización, policondensación o poliadición. Entre la clase de las resinas de polimerización se pueden mencionar especialmente poliolefinas puras, tales como polietileno, polipropileno o poliisobutileno, y poliolefinas sustituidas, tales como productos de polimerización de cloruro de vinilo, acetato de vinilo, estireno, acrilonitrilo, ésteres de ácido acrílico y/o ácido metacrílico, o butadieno, y también productos de copolimerización de dichos monómeros, en especial ABS (acrilonitrilo/butadieno/estireno) o EVA (etileno/acetato de vinilo).

El preparado de pigmento de acuerdo con la invención es adecuado especialmente para la coloración de poliolefinas puras o sustituidas.

Entre las series de resinas de poliadición y resinas de policondensación se pueden mencionar los productos de condensación de formaldehído con fenoles, los así llamados fenoplastos, y los productos de condensación de formaldehído con urea, tiourea y melamina, los así llamados aminoplastos, los poliésteres usados como resinas de revestimiento superficial, bien saturadas, tales como resinas alquídicas, o insaturadas, tales como resinas maleicas, y también poliésteres y poliamidas lineales o siliconas.

El preparado de pigmento de acuerdo con la invención es especialmente adecuado para la coloración de materiales plásticos, preferentemente cloruro de polivinilo y poliolefinas, en especial polipropileno. Más especialmente, el preparado de pigmento de acuerdo con la invención es adecuado para la coloración de fibras sintéticas, especialmente fibras de polipropileno.

En productos coloreados, por ejemplo de cloruro de polivinilo o poliolefinas, el preparado de pigmento de acuerdo con la invención se distingue por sus buenas propiedades pigmentarias en general, tal como una buena solidez a la migración, al calor, a la luz y a la intemperie y también un buen poder cubriente y una alta resistencia del color, pero especialmente por una buena capacidad de dispersión con un efecto post-limpieza especialmente bajo.

La invención se refiere también por tanto a un procedimiento para la coloración en masa de materiales de alto peso molecular, que comprende mezclar, con el material orgánico de alto peso molecular, de 0,01 a 30% en peso de un preparado de pigmentos de acuerdo con la invención. Convenientemente, el pigmento se mezcla con anterioridad al conformado del material orgánico de alto peso molecular. Tiene una preferencia especial un procedimiento en donde el material orgánico de alto peso molecular, una vez conformado, se encuentra en forma de una masa plástica o masa fundida, por ejemplo a una temperatura de 100 a 350° C, con preferencia a una temperatura de 150 a 330° C, especialmente de 150 a 300° C en el caso de masas plásticas y de 250 a 330° C en el caso de masas fundidas.

Los citados compuestos de alto peso molecular pueden estar presentes como compuestos individuales o en mezclas como masas plásticas o fundidas, que opcionalmente pueden ser hiladas para formar fibras.

También pueden estar en forma de sus monómeros o en estado polimerizado en forma disuelta como formadores de película o ligantes para composiciones de revestimiento superficial o para tintas de impresión, por ejemplo, aceite de linaza hervido, nitrocelulosa, resinas alquídicas, resinas de melamina, resinas de urea-formaldehído o resinas acrílicas.

La pigmentación de los materiales orgánicos de alto peso molecular empleando el preparado de pigmento de acuerdo con la invención se efectúa, por ejemplo, mezclando dicho preparado de pigmento, opcionalmente en forma de una mezcla madre, con dichos sustratos empleando, por ejemplo, molinos de cilindros o aparatos de mezcla o molienda. El material pigmentado se lleva entonces normalmente a la forma final deseada de acuerdo con métodos conocidos per se, tales como calandrado, moldeo por compresión, extrusión, revestimiento, colada o moldeo por inyección. Con el fin de producir artículos de moldeo no rígidos o reducir su fragilidad, con frecuencia es deseable incorporar los así llamados plastificantes en los compuestos de alto peso molecular antes del conformado. Como plastificantes se pueden utilizar, por ejemplo, ésteres de ácido fosfórico, ácido ftálico o ácido sebácico. En el procedimiento de acuerdo con la invención, los plastificantes se pueden incorporar en los polímeros antes o después de la incorporación del preparado de pigmento. También es posible, además de añadir el preparado de pigmento de

acuerdo con la invención a los materiales orgánicos de alto peso molecular, añadir cargas y otros constituyentes impartidores de color, tales como pigmentos blancos, de color o negros y pigmentos de efectos, en las respectivas cantidades deseadas, con el fin de conseguir diferentes tonalidades de color.

En consecuencia, otra modalidad se refiere también al uso del preparado de pigmento de acuerdo con la invención para la coloración en masa de material orgánico de alto peso molecular de una manera conocida per se, por ejemplo mezclando entre sí el preparado de pigmento de acuerdo con la invención y el material orgánico de alto peso molecular.

5

10

25

30

35

40

45

Las coloraciones obtenidas, por ejemplo en materiales plásticos, fibras, revestimientos superficiales o impresiones, se distinguen por una tonalidad de color amarillo-verdoso, por una resistencia del color elevada, por una alta saturación, por una muy buena capacidad de dispersión, por una buena solidez a la sobre-pulverización, a la migración y al calor, así como a la luz y a la intemperie.

Para colorear materiales plásticos, especialmente plásticos a base de poliolefinas puras o sustituidas, preferentemente se utilizan preparados de pigmento que comprenden 2,4,5,7-tetraaminopirimido[5,4g]pteridina de fórmula (1), hexametafosfato sódico y monolaurato de sorbitán.

Para la pigmentación de composiciones de revestimiento superficial y tintas de impresión, el preparado de pigmento de acuerdo con la invención en general se dispersa finamente o se disuelve, opcionalmente junto con aditivos usuales, tales como cargas, otros pigmentos, secantes o plastificantes, en un disolvente orgánico y/o acuoso o mezcla de tales disolventes. También es posible emplear un procedimiento en donde los componentes individuales se dispersan o disuelven por separado o en donde una pluralidad de los mismos se dispersan o disuelven de forma conjunta y solo entonces se combinan todos los componentes.

Otra modalidad se refiere también por tanto al uso del preparado de pigmento de acuerdo con la invención en la producción de colorantes de impresión, pastas de impresión o tintas de impresión. La presente invención se refiere también al uso de los preparados de pigmento de acuerdo con la invención en la producción de colorantes de impresión, pastas de impresión o tintas de impresión, opcionalmente también junto con otros colorantes, así como a los colorantes de impresión, pastas de impresión, pastas de impresión y tintas de impresión resultantes.

La cantidad del preparado de pigmento de acuerdo con la invención a añadir a las pastas de impresión depende de la resistencia del color deseada; en general, han resultado ser adecuadas las cantidades de 0,01 a 15% en peso, especialmente de 0,02 a 10% en peso, basado en el material que ha de ser impreso.

Para impresión, se utilizarán los espesantes usuales, por ejemplo, productos naturales modificados o sin modificar, por ejemplo alginatos, goma británica, goma arábiga, goma cristalina, harina de algarrobilla, tragacanto, carboximetilcelulosa, hidroxietilcelulosa, almidón o productos sintéticos, por ejemplo poliacrilamidas, ácido poliacrílico o copolímeros del mismo, o alcoholes polivinílicos.

Las pastas de impresión también comprenden, si se desea, donadores de ácido, tal como butirolactona o hidrogenofosfato sódico, conservantes, agentes secuestrantes, emulsionantes, disolventes orgánicos, por ejemplo alcoholes, ésteres, tolueno y xileno, ligantes, por ejemplo nitrocelulosa y copolímeros vinílicos, plastificantes, por ejemplo ácido cítrico, agentes oxidantes, agentes eliminadores del aire, foto-estabilizantes y estabilizantes UV.

Para impresión, la pasta de impresión se aplica directamente a toda la superficie del material a imprimir o a partes del mismo, empleándose convenientemente máquinas de impresión del tipo usual, por ejemplo máquinas de impresión flexográfica/intaglio, máquinas de impresión printing, máquinas de impresión rotativas o máquinas de impresión de película plana. Las pastas de impresión de acuerdo con la invención son también adecuadas para la impresión por transferencia.

Los preparados de pigmento de acuerdo con la invención imparten a los materiales mencionados, especialmente a material de poliéster, tonalidades de color igualadas que tienen muy buenas propiedades de solidez en la práctica.

La presente invención se refiere también al uso de los preparados de acuerdo con la invención en la producción de tintas, por ejemplo tintas empleadas en procesos de impresión por chorro de tinta.

La cantidad total del preparado de pigmento de acuerdo con la invención presente en las tintas es con preferencia de 0,5 a 35% en peso, especialmente de 1 a 30% en peso y más especialmente de 1 a 20% en peso, basado en el peso total de la tinta. El límite inferior especialmente preferido es de 1,2% en peso, especialmente 1,5% en peso. El límite superior especialmente preferido es de 15% en peso, especialmente 10% en peso.

Las tintas normalmente comprenden también un solubilizante o un humectante, tal como un disolvente orgánico miscible en agua, por ejemplo un alcohol C₁-C₄, tal como metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol, sec-

butanol, terc-butanol o isobutanol; una amida, por ejemplo dimetilformamida o dimetilacetamida; una cetona o alcohol de cetona, por ejemplo acetona, metilisobutilcetona, alcoholes de diacetona; un éter, por ejemplo tetrahidrofurano o dioxano; un compuesto heterocíclico conteniendo nitrógeno, por ejemplo N-metil-2-pirrolidona o 1,3-dimetil-2-imidazolidona; un polialquilenglicol, preferentemente un polietilenglicol de bajo peso molecular que tiene un peso molecular de 100 a 800, por ejemplo dietilenglicol, trietilenglicol, tetraetilenglicol, polietilenglicol 200, polietilenglicol 300, polietilenglicol 400 o polietilenglicol 600, en especial aquellos que tienen un peso molecular de 150 a 400, o un polipropilenglicol de bajo peso molecular, por ejemplo dipropilenglicol, tripropilenglicol, polipropilenglicol P400 o polipropilenglicol P425; un alquiléter de un poliplquilenglicol, por ejemplo, monobutiléter de dietilenglicol, 2-(2-metoxietoxi)etanol, 2-(2-etoxietoxi)etanol, 2-[2-(2-metoxietoxi)etoxi]etanol etoxietoxi)etoxi]etanol; un alquilen(C2-C6)glicol o un tioglicol, por ejemplo etilenglicol, propilenglicol, butilenglicol, 1,5pentanoglicol, tiodiglicol, hexilenglicol; o un poliol adicional, por ejemplo glicerol o 1,2,6-hexanotriol; o un alguil(C₁-C₄)éter de un alcohol polihídrico, por ejemplo 2-metoxietanol o 1-metoxipropan-2-ol. Las tintas pueden comprender además ε-caprolactama como solubilizante.

10

20

30

35

45

Como humectantes en las tintas de acuerdo con la invención llegan también a entrar en consideración, por ejemplo, urea o una mezcla de lactato sódico (convenientemente en forma de una solución acuosa al 50-60%) y glicerol y/o propilenglicol en cantidades preferentemente de 0,1 a 30% en peso, en especial de 2 a 30% en peso.

Con preferencia, las tintas comprenden al menos un solubilizante o un humectante del grupo consistente en polietilenglicoles que tienen un peso molecular de 150 a 400, monobutiléter de dietilenglicol, N-metil-2-pirrolidona y glicerol y especialmente tetraetilenglicol, polietilenglicol 400, monobutiléter de dietilenglicol y glicerol, normalmente en una cantidad de 2 a 30% en peso, en especial de 5 a 25% en peso y más especialmente de 20 a 25% en peso, basado en el peso total de la tinta.

Las tintas pueden comprender espesantes de origen natural o sintético, inter alia para la finalidad de ajustar la viscosidad.

Ejemplos de espesantes que se pueden mencionar incluyen los espesantes comercialmente disponibles de alginato, éteres de almidón y éteres de harina de algarrobilla, especialmente alginato sódico por sí mismo o en mezcla con celulosa modificada, por ejemplo metil, etil, carboximetil, hidroxietil, metilhidroxietil, hidroxipropil o hidroxipropilmetil celulosa, en especial con preferentemente 20 a 25% en peso de carboximetilcelulosa. Además pueden mencionarse como espesantes sintéticos, por ejemplo, aquellos basados en ácidos poli(met)acrílicos o poli(met)acrilamidas.

Las tintas contienen dichos espesantes, por ejemplo, en una cantidad de 0,01 a 2% en peso, en especial de 0,01 a 1% en peso y preferentemente de 0,01 a 0,5% en peso, basado en el peso total de la tinta.

Las tintas pueden también comprender sustancias tampón, por ejemplo, bórax, boratos, fosfatos, polifosfatos o citratos. Como ejemplos se pueden mencionar bórax, borato sódico, tetraborato sódico, dihidrogenofosfato sódico, hidrogenofosfato disódico, tripolifosfato sódico, pentapolifosfato sódico y citrato sódico. Se pueden emplear especialmente en cantidades de 0,1 a 3% en peso, con preferencia de 0,1 a 1% en peso, basado en el peso total de la tinta, con el fin de establecer un valor pH, por ejemplo, de 4 a 9, especialmente de 5 a 8,5.

Las tintas pueden comprender surfactantes o agentes humectantes como otros aditivos.

Surfactantes o agentes humectantes adecuados incluyen surfactantes aniónicos o no iónicos, comercialmente disponibles.

Además, las tintas pueden comprender otros aditivos usuales, por ejemplo antiespumantes o especialmente sustancias que inhiben el crecimiento fúngico y/o bacteriano. Dichos aditivos se emplean normalmente en cantidades de 0,01 a 1% en peso, basado en el peso total de la tinta.

Conservantes que entran en consideración incluyen agentes que proporcionan formaldehido, por ejemplo paraformaldehido y trioxano, especialmente soluciones acuosas de formaldehido al 30-40% en peso aproximadamente, compuestos de imidazol, por ejemplo 2-(4-tiazolil)bencimidazol, compuestos de tiazol, por ejemplo 1,2-bencisotiazolin-3-ona o 2-n-octil-isotiazolin-3-ona, compuestos de yodo, nitrilos, fenoles, compuestos de haloalquiltio o derivados de piridina, especialmente 1,2-bencisotiazolin-3-ona o 2-n-octil-isotiazolin-3-ona.

Las tintas se pueden preparar de manera convencional mezclando entre sí los constituyentes individuales, por ejemplo en la cantidad deseada de agua. Las sustancias suspendidas y constituyentes insolubles presentes en la tinta se separan, por ejemplo, por filtración a través de un filtro que tiene un tamaño de poro de 0,2 a 0,5 µm.

50 Se prefieren las tintas que tienen una viscosidad de 1 a 40 mPa.s, en especial de 1 a 20 mPa.s y preferentemente de 1 a 10 mPa.s.

Los preparados de pigmento usados preferentemente en la producción de tintas son aquellos que comprenden 2,4,5,7-tetraaminopirimido[5,4g]pteridina de fórmula (1), hexametafosfato sódico, monolaurato de sorbitán y un dispersante que contiene grupos que tienen afinidad por los pigmentos.

Las tintas de acuerdo con la invención son adecuadas para utilizarse en sistemas de registro en donde la tinta se expresa a partir de una pequeña abertura en forma de gotitas y se dirige sobre un sustrato plano en el cual se forma una imagen. Sustratos adecuados incluyen, por ejemplo, papel, películas de material plástico o materiales fibrosos textiles, especialmente papel o películas de material plástico y más especialmente papel. Los sistemas de registro adecuados incluyen, por ejemplo, impresoras de chorro de tinta comercialmente disponibles para utilizarse en la impresión de papel o de material textil.

Como ejemplos de papel que se puede imprimir con las tintas de acuerdo con la invención pueden mencionarse papel para chorro de tinta, papel de fotografía, papel de brillo, papel revestido con material plástico, comercialmente disponibles, por ejemplo, Epson Ink-jet Paper, Epson Photo Paper, Epson Glossy Paper, Epson Glossy Film, HP Special Ink-jet Paper, Encad Photo Gloss Paper y Ilford Photo Paper. Las películas de material plástico que se pueden imprimir con las tintas de acuerdo con la invención son, por ejemplo, transparentes o decoloridas/opacas.

Películas de material plástico adecuadas son, por ejemplo, 3M Transparency Film. Se da preferencia al papel de brillo tal como, por ejemplo, Epson Glossy Paper.

Como materiales de fibra textil entran en consideración especialmente los materiales de fibra que contienen nitrógeno o que contienen grupos hidroxi, por ejemplo, género textil tejido hecho de celulosa, seda, lana o poliamidas sintéticas, especialmente seda.

En el caso del método de impresión por chorro de tinta, se pulverizan gotitas individuales de tinta sobre un sustrato desde una boquilla de un modo controlado. Se trata principalmente del método de chorro de tinta continuo y del método con demanda de gotas que se utilizan para esa finalidad. En el caso del método de chorro de tinta continuo, las gotitas se producen de manera continua, siendo descargadas las gotitas no requeridas para la operación de impresión al interior de un receptáculo y recicladas. En el caso del método con demanda de gotas, por otro lado, las gotitas se generan en la forma deseada y se emplean para la impresión, es decir, las gotitas son generadas únicamente cuando se requiera para la operación de impresión. La producción de las gotitas se puede efectuar, por ejemplo, por medio de un cabezal piezo de chorro de tinta o por energía térmica (chorro de burbujas). Para el procedimiento de acuerdo con la invención, se prefiere la impresión por medio de un cabezal piezo de chorro de tinta, pero también se da preferencia a la impresión de acuerdo con el método de chorro de tinta continuo.

Las tintas de acuerdo con la invención son adecuadas especialmente como componentes de color amarillo para la impresión o fotoimpresión en múltiples colores y proporcionan un foto-amarillo neutro.

Las impresiones producidas de acuerdo con la invención exhiben buenas propiedades de solidez a la luz y al agua. Se distinguen especialmente por una alta brillantez de colores y por una elevada resistencia del color. Las tintas de acuerdo con la invención son estables en almacenamiento y no exhiben precipitación o sedimentación alguna cuando se almacenan durante periodos prolongados.

Los siguientes ejemplos sirven para ilustrar la invención. Salvo que se indique otra cosa, las temperaturas se ofrecen grados Celsius, las partes son partes en peso y los porcentajes son porcentajes en peso. Las partes en peso están relacionadas con las partes en volumen en una relación de kg a litros.

Ejemplo 1:

35

45

5

Se agita durante 20 horas a 113° C una suspensión de 6,20 g de 2,4,6-triamino-5-nitrosopirimidina (Chemie Uetikon, Germany), 5,15 g de 2,4-diamino-6-hidroxipirimidina comercial (Fluka, Switzerland) y 11,52 g de ácido tolueno-4-sulfónico monohidratado comercial en 110 ml de ácido acético glacial (100%). La mezcla de reacción se filtra a través de un filtro de papel duro mientras todavía está caliente. La torta de filtración húmeda, que contiene aproximadamente 31,5% en peso de la sal de pirimido[5,4g]pteridina de fórmula VI

se elabora adicionalmente como se indica en los siguientes ejemplos.

7

Ejemplo 2:

Se lavan con agua 200,0 g de la torta de filtración al 31,5% del ejemplo 1 y luego se dispersa en 465 g de agua y se añaden 2,92 g de hexametafosfato sódico (Fluka, Switzerland) y 36,5 g de monolaurato de sorbitán (Span 20, Fluka, Switzerland). La conversión a la forma de pigmento se efectúa por adición de 67 ml de una solución acuosa 2 M de NaOH (pH 12 aproximadamente), agitándose en primer lugar la mezcla durante 30 minutos a temperatura ambiente y luego durante 18 horas a 90° C. Después de enfriar, la suspensión se filtra, se lava con agua hasta neutralidad y se seca en vacío a 60° C.

En tinta de impresión de nitrocelulosa, el pigmento obtenido proporciona una coloración amarilla brillante intensa.

Ejemplo 3: (Ejemplo Comparativo)

- Se lavan con agua 24,2 g de la torta de filtración al 31,5% del ejemplo 1 y luego se dispersa en 50 g de agua y se añaden 2,92 g de hexametafosfato sódico (Fluka, Switzerland). La conversión a la forma de pigmento se efectúa por adición de 10 ml de una solución acuosa 2 M de NaOH (pH 12 aproximadamente), agitándose en primer lugar la mezcla durante 30 minutos a temperatura ambiente y luego durante 18 horas a 90° C. Después de enfriar, la suspensión se filtra, se lava con agua hasta neutralidad y se seca en vacío a 60° C.
- 15 En tinta de impresión de nitrocelulosa, el pigmento obtenido proporciona solo una coloración pálida con una fuerte tendencia hacia la sedimentación.

Ejemplo 4: (Ejemplo Comparativo)

Se lavan con agua 17,7 g de la torta de filtración al 31,5% del ejemplo 1 y luego se dispersa en 50 g de agua y se añaden 36,5 g de monolaurato de sorbitán (Span 20, Fluka, Switzerland). La conversión a la forma de pigmento se efectúa por adición de 10 ml de una solución acuosa 2 M de NaOH (pH 12 aproximadamente), agitándose en primer lugar la mezcla durante 30 minutos a temperatura ambiente y luego durante 18 horas a 90° C. Después de enfriar, la suspensión se filtra, se lava con agua hasta neutralidad y se seca en vacío a 60° C.

En tinta de impresión de nitrocelulosa, el pigmento obtenido proporciona solo una coloración pálida con una fuerte tendencia hacia la sedimentación.

25 **Ejemplo 5**:

20

30

Se lavan con agua 141,0 g de la torta de filtración al 31,5% del ejemplo 1 y luego se dispersa en 300 g de agua y se añaden 37,4 g de monolaurato de sorbitán (Span 20, Fluka, Switzerland). La conversión a la forma de pigmento se inicia por adición de 51,3 ml de una solución acuosa 2 M de NaOH (pH 12 aproximadamente). Después de 60 minutos, se añaden 2,1 g de hexametafosfato sódico (Fluka, Switzerland) y la mezcla se calienta a 90° C y se agita durante 2 horas. Después de enfriar, la suspensión se filtra, se lava con agua hasta neutralidad y se seca en vacío a 60° C.

En poliolefinas y en PVC, el pigmento obtenido proporciona una coloración brillante intensa con excelente capacidad de dispersión.

Ejemplo 6:

- A 466,3 g de la torta de filtración al 31,5% del ejemplo 1 se añaden 200 g de un copolímero en bloque de alto peso molecular que contiene grupos que tienen afinidad por pigmentos y 290 g de agua y se dispersa durante 24 horas con ayuda de un Dynomill. Se calientan 221 g de la dispersión resultante a 40° C con agitación y se añaden 22 ml de una solución alcalina que contiene 16% en peso de NaOH y 4% en peso de hexametafosfato sódico (Fluka, Switzerland). La suspensión se filtra, se introduce en 220 ml de agua y se agita adicionalmente a 40° C durante 80 minutos. A continuación, se añaden otros 5 ml de la solución alcalina anterior y se continúa la agitación durante 20 minutos más. Luego se añaden 100 g de Amberlite MB 150 (una resina de intercambio iónico a base de copolímeros de estireno/divinilbenceno, Rohm and Hass) y la mezcla se agita durante 2 horas más. La resina Amberlite MB 150 se separa entonces por filtración.
- Se obtienen 430 g de un concentrado de pigmento con un máximo de absorción en 460 nm. A 150 g de dicho concentrado de pigmento se añaden 68,5 g de agua, 36 g de 1,2-propanodiol, 18 g de glicerol, 0,5 g de lauriléter de polioxietileno (10), 6 g de caprolactama y 21 g de N-metilpirrolidona. La mezcla se centrifuga durante 30 minutos a 8.000 rpm y luego se filtra empleando un filtro de fibra de vidrio de 0,7 µm, para obtener así una tinta que tiene una viscosidad de 4,6 mPa.s.

REIVINDICACIONES

- 1. Un preparado de pigmento que comprende, como componente (A),
- 2,4,5,7-tetraaminopirimido[5,4g]pteridina de fórmula

$$\begin{array}{c|c}
NH_2 & NH_2 \\
N & N & N
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
NH_2 & NH_2 \\
N & N & NH_2
\end{array}$$

$$\begin{array}{c|c}
NH_2 & NH_2 &$$

5 como componente (B),

un fosfato o un polifosfato inorgánico,

y opcionalmente,

como componente (C),

otros aditivos.

- 2. Un preparado de pigmento según la reivindicación 1, en donde el componente (B) es un fosfato inorgánico en forma de una sal sódica o amónica, o el polifosfato seleccionado entre un metafosfato cíclico orgánico, o un metafosfato lineal, especialmente hexametafosfato, similarmente con preferencia en forma de una sal sódica o amónica.
- 3. Un preparado de pigmento según la reivindicación 1 o 2, que comprende, como componente (C), una cera, un éster glicólico o un polietilenglicol.
 - 4. Un preparado de pigmento según la reivindicación 1 o 2, que comprende, como componente (C), un surfactante, un éster de glicerol o un derivado a base de lanolina.
 - 5. Un preparado de pigmento según la reivindicación 1 o 2, que comprende, como componente (C), un dispersante, especialmente un dispersante polimérico que contiene grupos que tienen afinidad por pigmentos, más especialmente un copolímero de alto peso molecular que contiene grupos que tienen afinidad por pigmentos.
 - 6. Un procedimiento para la producción de un preparado de pigmento según la reivindicación 1, que comprende añadir componente (B), por ejemplo hexametafosfato, a un compuesto de fórmula

$$\begin{bmatrix} NH_2 & NH_2 \\ N & NH_2 \\ N & NH_2 \end{bmatrix}^+ X^-$$

$$(2),$$

- en donde X⁻ es un anión ácido, añadir NaOH y luego opcionalmente componente (C), por ejemplo monolaurato de sorbitán, a la mezcla a temperatura ambiente, calentar y aislar el preparado de pigmento resultante después de la filtración y secado.
 - 7. Un procedimiento para la producción de un preparado de pigmento según la reivindicación 1, que comprende añadir componente (B), por ejemplo hexametafosfato, y opcionalmente componente (C), por ejemplo monolaurato de sorbitán, en cualquier orden a un compuesto de fórmula

$$\begin{bmatrix} NH_2 & NH_2 \\ N & NH_2 & NH_2 \\ N & N & NH_2 \end{bmatrix}^{+} X^{-}$$
(2),

30

20

en donde X^- es un anión ácido, añadir NaOH a la mezcla a temperatura ambiente, calentar y aislar el preparado de pigmento resultante después de la filtración y secado.

8. Un procedimiento para la producción de un preparado de pigmento según la reivindicación 1, que comprende dispersar en agua, con ayuda de un dispersante, un compuesto de fórmula

$$\begin{bmatrix} NH_2 & NH_2 \\ NNN & NH_2 \\ NNN & NH_2 \end{bmatrix}^{+} X^{-}$$
 (2),

5

en donde X^- es un anión ácido, añadir entonces componente (B), por ejemplo hexametafosfato, y NaOH en cualquier orden a una temperatura ligeramente elevada.

- 9. Uso de un preparado de pigmento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 para la coloración en masa de material orgánico de alto peso molecular.
- 10. Un método de coloración en masa de material orgánico de alto peso molecular que comprende incorporar, en el material orgánico de alto peso molecular, un preparado de pigmento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5.
 - 11. Uso de un preparado de pigmento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 en la producción de un colorante de impresión, una pasta de impresión o una tinta de impresión.
- 15 12. Un colorante de impresión o pasta de impresión que comprende un preparado de pigmento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5.
 - 13. Una tinta de impresión que comprende un preparado de pigmento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5.