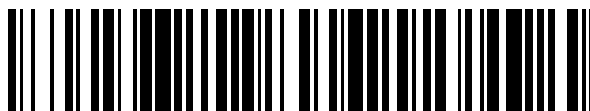


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 369 556**

51 Int. Cl.:  
**C09B 67/02** (2006.01)  
**C09B 67/04** (2006.01)  
**C09B 67/10** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06026618 .6**  
96 Fecha de presentación: **21.12.2006**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1852473**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **07.11.2007**

54 Título: **COLORANTE DE NIGROSINA GRANULADO Y TÉCNICA RELACIONADA CON EL MISMO.**

30 Prioridad:  
**27.12.2005 JP 2005375545**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**01.12.2011**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**01.12.2011**

73 Titular/es:  
**ORIENT CHEMICAL INDUSTRIES, LTD.  
7-14, SHINMORI 1-CHOME, ASAHI-KU  
OSAKA-SHI, OSAKA, JP**

72 Inventor/es:  
**Hayashi, Akihiko y  
Morikawa, Satonari**

74 Agente: **de Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 369 556 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

Colorante de nigrosina granulado y su técnica relacionada con el mismo

5 La presente invención se refiere a un colorante granulado de nigrosina que se usa para impartir un color a resina termoplástica y para otros propósitos y tiene buena manejabilidad y buena dispersabilidad en resina, a un método para producir el mismo, a una mezcla maestra de alta concentración que usa el colorante granulado, a un método para producir la misma, y a una composición coloreada que usa el colorante granulado, o mezcla maestra de alta concentración.

10 Debido a que las resinas termoplásticas tienen excelentes propiedades mecánicas y químicas, son muy usadas en productos de plástico moldeado en el campo de componentes para automóviles, productos eléctricos/electrónicos y similares, y se está incrementando la demanda en el campo de los plásticos de ingeniería. Adicionalmente, las resinas termoplásticas son apropiadas para un amplio margen de aplicaciones industriales formulando materiales de refuerzo fibroso en resinas termoplásticas para mejorar la resistencia térmica y la resistencia mecánica, y para conferir propiedades mecánicas adecuadas para varias aplicaciones. En particular, en el campo de los automóviles, bicicletas y similares, ha habido una notable tendencia hacia la sustitución de las partes metálicas convencionales por partes de resina termoplástica reforzada con fibra, con el propósito de reducción de peso, racionalización del procedimiento de fabricación y prevención de la corrosión.

20 Las resinas termoplásticas se colorean para decoración, identificación por color, mejora de la fotoestabilidad de los productos moldeados, protección del contenido y sombreado y para otros propósitos, siendo el color negro el más importante en la industria. Tradicionalmente, se han usado varios pigmentos inorgánicos y colorantes/pigmentos orgánicos, tales como negro de carbono, colorantes complejos metálicos negros, colorantes de nigrosina y negro de perinona para impartir colores negros vivos con excelente aspecto y brillo superficial, y por consiguiente se han usado mucho para impartir un color a resinas termoplásticas con varios intentos.

25 Específicamente, tales intentos incluyen una mezcla moldeada en la que se colorea una resina de poliamida con negro de carbono y nigrosina (publicación de patente japonesa examinada SHO-60-43379), o incluye una composición de resina de poliamida negra reforzada con fibra de vidrio que comprende una resina de poliamida, una fibra de vidrio tratada superficialmente y un colorante de azina (publicación de patente japonesa abierta a consulta por el público HEI-6-128479), o incluye una composición de resina de poliamida negra en la que la resina de poliamida está coloreada con un colorante de nigrosina, negro de anilina y negro de carbono (publicación de patente japonesa abierta a consulta por el público HEI-9-255869), o incluye una composición de resina de poliéster en la que la resina de poliéster está coloreada con un colorante que tiene un anillo de fenazina (colorante de nigrosina) (publicación de patente japonesa abierta a consulta por el público HEI-10-292098), o incluye una composición de resina termoplástica coloreada en la que una resina cristalina (por ejemplo, resina de poliamida, resina de poli(tereftalato de butileno), etc.) está coloreada con un colorante de nigrosina modificada y técnica relacionada (Documento WO00/26302).

35 La enciclopedia alemana RÖMPP CHEMIE LEXIKON, vol.10 (Georg Thieme Verlag KG Stuttgart, New York, 1997), página 1600 define granulado, es decir, material granulado como sigue:

40 Granulado se deriva de la palabra latina "granulum" que quiere decir "grano fino" y define una acumulación de granos granulados. Un grano granulado forma una agregación asimétrica de partículas de polvo (cristales completos o material cristalino roto o partículas de fármaco). Al contrario que un pelet, pero similarmente a un aglomerado, el grano granulado no comprende una forma geométrica armónica; la forma de un balón o esfera, de una varilla pequeña, de un cilindro y similares está solo parcialmente proporcionada o indicada. En general, la superficie del grano granulado es desigual, gruesa o dentada. Frecuentemente, la masa del grano granulado es más o menos porosa. La "granulación" describe una etapa de preparar granos granulados a partir de partículas, por ejemplo, la etapa de formular fármacos, fertilizantes y partículas de plástico. Un procedimiento técnico usado a menudo es el procedimiento del lecho fluidizado. La calidad y utilidad de una masa de material granulado puede estar definida por la densidad aparente y por el ángulo de reposo. Los granulados de materiales no féreos forman partículas de forma irregular que tienen un tamaño de 2 a 50 mm y se obtienen por etapas tales como granulación, atomización y reducción de tamaño por trituración, rotura, molienda y similares.

50 Generalmente, al colorear una resina termoplástica reforzada con fibra, surge un problema que el colorante (el pigmento negro particularmente) es difícil de dispersar suficientemente uniforme en la resina incluso con un tiempo prolongado de amasado, porque está presente en la resina un material de refuerzo fibroso. En particular, ha sido problemático el deterioro del brillo, aspecto y similares del producto moldeado coloreado por el material de refuerzo fibroso flotante sobre la superficie del producto moldeado durante el moldeo. En este aspecto, hay espacio para la mejora de las composiciones de resina coloreada que comprenden un colorante de nigrosina.

55 Adicionalmente, debido a que los colorantes de nigrosina son polvos que tienen pequeños valores de densidad aparente y diámetro medio de partícula, puede ocurrir la formación de polvo de colorante de nigrosina durante la carga de colorante, mezcla con la resina, y similares, presentando el problema del deterioro del medio de trabajo, de modo que se han requerido medidas especiales para prevenir la formación de polvo.

- Además, se produce una mezcla maestra de colorante de nigrosina, por ejemplo, mezclando una resina y un colorante en un mezclador mecánico tal como un mezclador Henschel, y extruyendo-moldeando la mezcla usando un extrusor de un solo tornillo o un extrusor de dos tornillos en forma de un pelet de resina. En este procedimiento de fabricación, sin embargo, son posibles inconvenientes, que incluyen fenómenos tales como bóveda en la tolva y alimentación brusca de materias primas (resina, colorante de nigrosina, etc.) en el tornillo durante el amasado de extrusión debido a las diferencias de fluidez entre colorante de nigrosina y resina, y una falta de fluidez debido al humedecimiento del colorante y adhesión como resultado de la exposición del colorante al gas de la resina, aditivos y similares en el procedimiento de extrusión. Como tales, los colorantes de nigrosina son extremadamente poco manejables; ha sido difícil introducir un colorante de nigrosina en una mezcla maestra a altas concentraciones.
- La presente invención ha sido desarrollada en vista de los problemas anteriormente mencionados en la técnica anterior, y se pretende que proporcione un colorante que modifica la formación de polvo de colorante de nigrosina, asegure buena manejabilidad en el transporte, envasado, carga y similares, sea improbable que pierda la forma durante el manejo, y permita buena y uniforme dispersión de un colorante de nigrosina en una resina mezclando o amasando con la resina en varias formas de impartir color, incluyendo colorear una resina que contiene material de refuerzo fibroso y colorante de resina de alta concentración, un método para producir el mismo, una mezcla maestra que no exhiba bóveda o separación del colorante de la resina durante la mezcla o amasado de dicho colorante con la resina durante la producción y que contiene uniformemente una alta concentración de colorante de nigrosina, un método para producir el mismo, y una composición coloreada que contiene uniformemente un colorante de nigrosina, tiene una temperatura de cristalización bien controlada con el colorante de nigrosina, permite la más fácil comercialización de productos que deben cumplir las rigurosas demandas para el moldeo de precisión y la precisión dimensional, confiera buen aspecto y brillo superficial a los productos moldeados, tenga excelente fotoestabilidad, sufra pocos cambios de color con el tiempo, y tenga buenas propiedades mecánicas.
- Para resolver el (los) anteriormente mencionado(s) problema(s) y objetivos, un primer aspecto de la presente invención proporciona un colorante granulado,
- obtenible por el método de granulación húmeda,
- en el que una mezcla de colorante de nigrosina en polvo y agua se procesa y seca en forma de partículas granuladas que tienen
- una densidad aparente de 0,4 a 0,7 g/ml, y
  - una dureza de 1 a 20 N
- Preferentemente, dicho colorante de nigrosina en polvo tiene un diámetro medio de partícula de 5 a 20  $\mu\text{m}$ .
- Preferentemente dicho colorante de nigrosina en polvo tiene una superficie específica de 1,5 a 5,5  $\text{m}^2/\text{g}$ .
- Preferentemente, dicho colorante de nigrosina comprende un contenido de Fe de no más de 1% en peso.
- Preferentemente, dicho colorante granulado se obtiene mezclando 100 partes en peso de dicho colorante de nigrosina y de 20 a 55 partes en peso de agua y procesando y secando la mezcla formada de este modo.
- Preferentemente, dicha mezcla de colorante de nigrosina en polvo y agua se procesa y forma y seca en partículas granuladas que forman pelets cilíndricos que tienen un diámetro de 2 a 4 mm.
- Un segundo aspecto de la presente invención proporciona un método para producir un colorante granulado según un método de granulación húmeda, y que comprende las etapas de:
- mezclar un colorante de nigrosina en polvo y agua, para obtener una mezcla húmeda;
  - granular y formar con dicha mezcla húmeda por medio de una máquina de granulación por extrusión partículas granuladas cilíndricas; y
  - secar dichas partículas granuladas cilíndricas para proporcionar partículas granuladas que tienen
    - una densidad aparente de 0,4 a 0,7 g/ml; y
    - una dureza de 1 a 20 N
- Preferentemente, 100 partes en peso de dicho colorante de nigrosina se mezclan con 20 a 55 partes en peso de agua por medio de un mezclador mecánico rotatorio para proporcionar dicha mezcla húmeda.
- Preferentemente, la presión y/o la velocidad de rotación de dicha máquina de granulación por extrusión se ajusta de tal manera como para proporcionar partículas granuladas cilíndricas que comprenden después de dicha etapa de secado una dureza de 1 a 20 N.

Un tercer aspecto de la presente invención proporciona una mezcla maestra de alta concentración obtenida mezclando por lo menos el colorante granulado como se describe anteriormente con una resina termoplástica,

en el que 100 partes en peso de dicha resina termoplástica se mezclan con tal cantidad de dicho colorante granulado que contiene de 25 a 100 partes en peso de dicho colorante de nigrosina.

5 Según un aspecto adicional, la presente invención proporciona un método para producir una mezcla maestra de alta concentración,

que comprende una resina termoplástica y por lo menos un tipo de colorante granulado en el que dicho colorante granulado se produce según el método de granulación húmeda que comprende las etapas de

- mezclar un colorante de nigrosina en polvo y agua, para obtener una mezcla húmeda;

10 - granular y formar con dicha mezcla húmeda por medio de una máquina de granulación por extrusión partículas granuladas cilíndricas; y

- secar dichas partículas granuladas cilíndricas para proporcionar partículas granuladas que tienen

- una densidad en masa de 0,4 a 0,7 g/ml; y

- una dureza de 1 a 20 N; y

15 - mezclar 100 partes en peso de dicha resina termoplástica con tal cantidad del colorante granulado producido de este modo que contiene de 25 a 100 partes en peso de dicho colorante de nigrosina.

Según un aspecto adicional, la presente invención proporciona una composición coloreada obtenida mezclando por lo menos el colorante granulado como se describe anteriormente o la mezcla maestra de alta concentración como se describe anteriormente con una resina termoplástica o con un elastómero termoplástico,

20 en el que 100 partes en peso de dicha resina termoplástica o dicho elastómero termoplástico se mezclan con tal cantidad de dicho colorante granulado o de dicha mezcla maestra de alta concentración que contiene de 0,01 a 10 partes en peso de dicho colorante de nigrosina.

Preferentemente, dicha resina termoplástica es una o dos o más resinas sintéticas seleccionadas del grupo que consiste en resinas de poliamida, resinas de poli(tereftalato de etileno), resinas de poli(tereftalato de butileno), y resinas de poli(sulfuro de etileno).

25 Por consiguiente, el colorante granulado de la presente invención es un colorante granulado que es un producto de granulación de un colorante de nigrosina en polvo, en el que el producto de granulación tiene una densidad aparente de 0,4 a 0,7 g/ml y una dureza de 1 a 20 N.

30 La dureza anteriormente mencionada (dureza determinada usando un medidor de dureza del tipo KIYA) es preferentemente de 2 a 15 N, más preferentemente de 3 a 12 N. Haciendo que el colorante granulado tenga tal dureza, se puede conseguir al mismo tiempo tanto buena manejabilidad durante el transporte y similares como buena dispersabilidad del colorante de nigrosina en la resina.

35 El colorante de nigrosina en polvo anteriormente descrito en el colorante granulado de la presente invención preferentemente tiene un diámetro medio de partícula de 5 a 20  $\mu\text{m}$ . La superficie específica del colorante de nigrosina en polvo es preferentemente de 1,5 a 5,5  $\text{m}^2/\text{g}$ . El contenido de Fe del anteriormente mencionado colorante de nigrosina en el colorante granulado de la presente invención es preferentemente no mayor de 1% en peso.

40 El producto de granulación anteriormente descrito de la presente invención puede ser cilíndrico. Preferentemente, el anteriormente descrito producto de granulación de la presente invención es un pelet cilíndrico que tiene un diámetro de 2 a 4 mm. Más preferentemente, el diámetro es de 2,5 a 3,5 mm. La longitud del pelet cilíndrico es preferentemente de 7 a 12 mm. Más preferentemente la longitud es de 8 a 10 mm.

Los problemas de la presente invención son bien resueltos por un colorante granulado en forma de tales pelets en el que el producto de granulación tiene una densidad aparente de 0,4 a 0,7 g/ml y una dureza de 1 a 20 N.

45 El anteriormente descrito colorante granulado es preferentemente un producto seco de una mezcla granulada de 100 partes en peso de un colorante de nigrosina y de 20 a 55 partes en peso de agua.

50 El método para producir un colorante granulado de la presente invención comprende una etapa de mezcla para mezclar un colorante de nigrosina en polvo y agua, una etapa de granulación para obtener un producto de granulación cilíndrico de la mezcla obtenida en dicha etapa de mezcla usando una máquina de granulación por extrusión, y una etapa de secado para secar el producto de granulación obtenido en dicha etapa de granulación, en el que el producto de granulación después de secar por dicha etapa de secado tiene una densidad aparente de 0,4 a

0,7 g/ml y una dureza de 1 a 20 N. La anteriormente mencionada dureza es preferentemente de 2 a 15 N, más preferentemente de 3 a 12 N.

- 5 La etapa de mezcla en el anteriormente descrito método para producir un colorante granulado es preferentemente una etapa para mezclar 100 partes en peso de un colorante de nigrosina y de 20 a 55 partes en peso de agua usando un mezclador mecánico rotatorio. La etapa de granulación en el anteriormente descrito método para producir un colorante granulado es preferentemente una etapa para obtener un producto de granulación cilíndrico que tiene una dureza después de secado de 1,0 a 20 N, preferentemente de 2 a 15 N, más preferentemente de 3 a 12 N granulando la mezcla obtenida en dicha etapa de mezcla, ajustando la presión y/o velocidad de rotación de la máquina de granulación por extrusión.
- 10 La mezcla maestra de alta concentración de la presente invención es una mezcla maestra obtenida mezclando por lo menos el colorante anteriormente descrito y una resina termoplástica, en la que están contenidas de 25 a 100 partes en peso de un colorante de nigrosina en el anteriormente mencionado colorante granulado por 100 partes en peso de la anteriormente mencionada resina termoplástica.
- 15 El método para producir una mezcla maestra de alta concentración de la presente invención comprende una etapa de mezcla para mezclar un colorante de nigrosina en polvo y agua, una etapa de granulación para obtener un producto de granulación cilíndrico de la mezcla obtenida en dicha etapa de mezcla usando una máquina de granulación por extrusión, una etapa de secado para secar el producto de granulación obtenido en dicha etapa de granulación, y una etapa de moldeo-mezcla para mezclar por lo menos el colorante granulado obtenido vía dicha etapa de secado y una resina termoplástica, y moldear la mezcla en forma de una mezcla maestra que comprende de 25 a 100 partes en peso del colorante de nigrosina en dicho colorante por 100 partes en peso de dicha resina termoplástica usando una máquina de extrusión, en el que el producto de granulación después de secar por medio de dicha etapa de secado tiene una densidad aparente de 0,4 a 0,7 g/ml y una dureza de 1 a 20 N. La anteriormente mencionada dureza es preferentemente de 2 a 15 N, más preferentemente de 3 a 12 N.
- 20
- 25 La composición coloreada de la presente invención es una composición coloreada obtenida mezclando por lo menos el colorante granulado de la presente invención o la mezcla maestra de alta concentración de la presente invención 1, y una resina termoplástica o elastómero termoplástico, en la que están contenidas de 0,01 a 10 partes en peso del colorante de nigrosina en dicho colorante granulado o mezcla maestra de alta concentración por 100 partes en peso de dicha resina termoplástica o elastómero termoplástico.
- 30 Los presentes inventores encontraron que es posible prevenir la formación de polvo de colorante de nigrosina, para asegurar la estabilidad de forma para el producto de granulación durante el manejo en el transporte, envasado, carga y similares, y para prevenir los inconvenientes, que incluyen fenómenos tales como bóveda en la tolva y la alimentación brusca de materias primas (resina, colorante de nigrosina, etc.) en el tornillo, debido a las diferencias de fluidez del colorante y la resina, y una falta de fluidez debida al humedecimiento del colorante por el gas de la máquina de extrusión, durante la mezcla o amasado con la resina durante la producción de una mezcla maestra o
- 35 composición coloreada, granulando un colorante de nigrosina en polvo en forma de un producto de granulación (preferentemente en forma cilíndrica) ajustando la dureza y la densidad aparente, y desarrollaron la presente invención.
- 40 El colorante granulado de la presente invención modifica la formación de polvo de colorante de nigrosina, asegura buena manejabilidad en el transporte, envasado, carga y similares, es improbable que pierda la forma durante el manejo, y previene la bóveda y la separación de la resina en el alimentador de tornillo y similares o la dispersión no uniforme en la resina para asegurar buena fluidez y estable dispersabilidad y permitir buena dispersión del colorante de nigrosina en la resina durante la mezcla o amasado con la resina en varias formas de impartir color a una resina, incluyendo colorear una resina que contiene un material de refuerzo fibroso y un colorante de resina de alta concentración.
- 45 La mezcla maestra de alta concentración de la presente invención, que comprende uniformemente una alta concentración de colorante de nigrosina, se puede producir sin bóveda o separación del colorante de la resina durante la mezcla o amasado del colorante granulado de la presente invención con la resina en la producción.
- 50 La composición coloreada de la presente invención comprende uniformemente un colorante de nigrosina, tiene una temperatura de cristalización bien controlada con el colorante de nigrosina, permite una más fácil comercialización de los productos que deben cumplir las rigurosas demandas del moldeo de precisión y precisión dimensional, confiere buen aspecto y brillo superficial a los productos moldeados, tiene excelente fotoestabilidad, sufre poco cambio de color con el tiempo, tiene buenas propiedades mecánicas, y es más apropiada como material para productos de moldeo sofisticados.
- 55 El colorante granulado de la presente invención modifica la formación de polvo de colorante de nigrosina, asegura una seguridad incrementada del medio de trabajo, y permite un más fácil transporte, envasado y carga, asegurando de este modo mucho mejor manejabilidad comparada con la nigrosina en polvo. El colorante granulado de la presente invención también exhibe buena fluidez y dispersabilidad estable en resina, y se usa apropiadamente para producir una mezcla maestra de alta concentración y una composición de resina de composición ordinaria.

Además, debido a que el colorante de nigrosina en el colorante granulado de la presente invención funciona como agente de control de carga positivamente cargado, permite el uso apropiado del colorante granulado de la presente invención para fabricar un toner para revelar imágenes electrostáticas utilizando su buena dispersabilidad en resina.

5 Además, debido a que el colorante granulado de la presente invención funciona como colorante negro de nigrosina soluble en aceite, se puede usar apropiadamente en disolución en un disolvente y similares en líquidos de impresión, tinta de instrumentos de escribir y similares, y se puede usar también como colorante para cuero y similares.

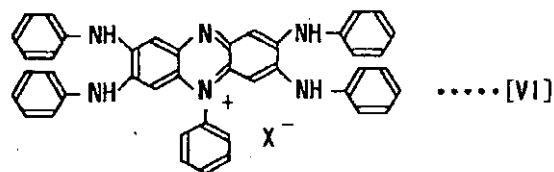
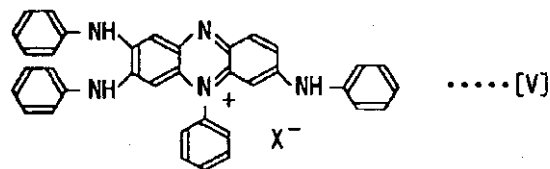
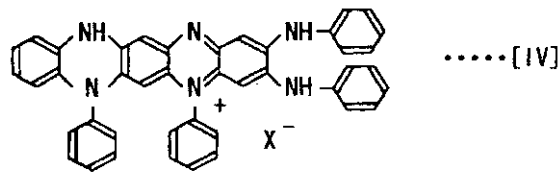
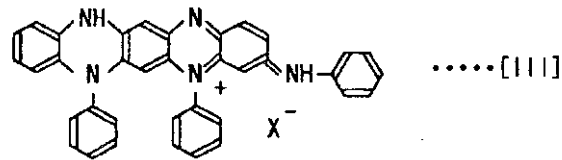
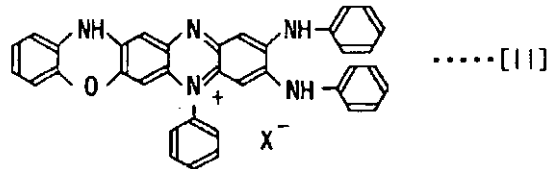
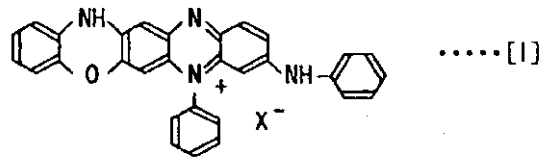
10 Debido a que la composición coloreada de la presente invención tiene baja anisotropía y es excelente en resistencia térmica, calidad de deslizamiento y precisión dimensional, es excelente en propiedades mecánicas, particularmente en resistencia al impacto, y confiere excelente aspecto superficial a los productos moldeados, es útil como plástico de ingeniería en, por ejemplo, componentes eléctricos/electrónicos tales como conectores, tomas de corriente, cajas de relé, cajas de condensadores variables, lectores ópticos, enchufes, substratos impresos, sintonizadores, altavoces, micrófonos, auriculares, chasis FDD, soportes de escobilla de motor, antenas parabólicas, componentes relacionados con ordenadores, componentes de VTR, componentes de televisión, hierros, secadores, componentes de olla arrocera eléctrica, componentes de horno microondas, componentes acústicos, discos audio/láser, discos compactos, componentes de iluminación, componentes de refrigerador, componentes de acondicionador de aire, y componentes de procesador de textos; componentes de máquinas de oficina tales como partes de máquina de escribir; componentes relacionados con el teléfono, componentes relacionados con el facsímil, componentes relacionados con máquinas copiadoras, dispositivos de lavado, componentes de motores, encendedores, componentes relacionados con máquinas; componentes relacionados con equipo óptico/equipo de precisión tales como microscopios, binoculares, cámaras, y relojes de pulsera y relojes; componentes relacionados con automóviles/vehículos tales como conectores de alternador, reguladores IC, varias válvulas tales como válvulas de gases de escape, varias tuberías del sistema de suministro de combustible/escape/toma de aire, toberas de toma de aire, colectores de admisión, bombas de combustible, juntas de refrigeración del motor, cuerpos principales del carburador, espaciadores de carburador, medidores de flujo de aire, interruptores de arranque, arneses de cable de transmisión, surtidores de limpiaparabrisas, substratos de panel de control de acondicionador de aire, conectores de fusibles, terminales de bocina, paneles de aislamiento de conexiones eléctricas y cajas de encendedor; y varias otras aplicaciones.

30 La Figura 1 es una gráfica que muestra los resultados de un ensayo de fluidez que usa un analizador de fluidez de polvo.

La Figura 2 es una gráfica que muestra los resultados de un ensayo de fluidez que usa un medidor simple de fluidez.

Colorantes de nigrosina usados en la presente invención

35 Como colorante de nigrosina que es una materia prima para el colorante granulado (producto de granulación de colorante de nigrosina en polvo) de la presente invención, la mezcla condensada de la serie de azina negra descrita como C.I. SOLVENT BLACK 5, C.I. SOLVENT BLACK 5:1, C.I. SOLVENT BLACK 5:2 y C.I. SOLVENT BLACK 7 en el INDICE DE COLOR se puede usar apropiadamente (en esta memoria descriptiva, los nombres genéricos C.I. se describen según la tercera edición del INDICE DE COLOR). La síntesis del colorante de nigrosina se puede conseguir, por ejemplo, oxidando y deshidratando-condensando anilina, hidrocloreto de anilina y nitrobenzeno en presencia de cloruro de hierro a una temperatura de 160 a 180°C. La nigrosina se produce en forma de una mezcla de varios compuestos diferentes que depende de las condiciones de reacción, materias primas cargadas, relación de carga y similares; por ejemplo, se postula que la nigrosina puede ser una mezcla de varias trifenazinaoxacinas representadas por la siguiente fórmula (I) o (II) y compuestos de fenazinaoxacina representados por las fórmulas (III) a (VI)



[En las fórmulas (I) a (VI), X<sup>-</sup> representa un anión, por ejemplo, Cl<sup>-</sup> u OH<sup>-</sup>]

5 Los ejemplos de colorantes de nigrosina comercialmente disponibles incluyen Spirit Black SB, Spirit Black SSBB, Spirit Black AB (todos están clasificados como C.I. SOLVEN BLACK 5); Nigrosine Base SA, Nigrosine Base SAP, Nigrosine Base SAP-L, Nigrosine Base EE, Nigrosine base EE-L, Nigrosine Base EX, Nigrosine Base EX-BP (todos están clasificados como C.I. SOLVENT BLACK 7) y similares [todos son nombres de producto de nigrosinas fabricadas por Orient Chemical Industries, Ltd.]. Entre estos colorantes de nigrosina, se puede seleccionar el deseado que cumpla los requisitos.

El colorante de nigrosina anteriormente mencionado, por ejemplo, puede ser uno que tiene un diámetro medio de partícula de 5 a 30  $\mu\text{m}$ . Preferentemente, el diámetro medio de partícula es de 5 a 20  $\mu\text{m}$ , más preferentemente de 5 a 15  $\mu\text{m}$ . Usando tal colorante de nigrosina es posible obtener un producto de granulación que tiene una dureza que cumple los requisitos de la presente invención con alto rendimiento.

5 Como ejemplo del método para determinar el diámetro medio de partícula en este caso, se puede mencionar un método que comprende añadir agua al colorante, previamente mezclado con un activador, y realizar la determinación en condiciones particulares. Los ejemplos de analizadores útiles incluyen un analizador de distribución de precisión [Multilyzer III (nombre de producto): fabricado por Beckman Coulter, K.K.], un analizador de distribución de tamaño de partícula por difracción/dispersión [número de producto: LA-910, fabricado por Horiba Ltd.] y similares.

10 Para obtener un colorante granulado de buena calidad, es preferible que el anteriormente mencionado colorante de nigrosina tenga una superficie específica de 1,5 a 5,5  $\text{m}^2/\text{g}$ , tal como se determina por el método BET. Más preferentemente, la superficie específica es de 2,5 a 4,0  $\text{m}^2/\text{g}$ . Cuando un colorante de nigrosina se mezcla con un aglomerante y se granula por extrusión por compresión y similares usando una máquina de granulación, es posible obtener un producto de granulación con buen rendimiento mezclando apropiadamente un colorante de nigrosina que tiene una superficie específica de 1,5 a 5,5  $\text{m}^2/\text{g}$ , tal como se determina por el método BET, con un aglomerante (por ejemplo, agua); el producto de granulación obtenido es capaz de exhibir bien el efecto de la presente invención.

15 Además, es importante que el colorante de nigrosina en el colorante granulado de la presente invención debe ser un colorante de nigrosina que tiene un contenido de Fe de no más de 1,0% en peso. Más preferentemente, el contenido de Fe no es mayor de 8000 ppm. La dispersabilidad y compatibilidad del colorante de nigrosina para la resina son por lo tanto mejoradas, de modo que se obtiene una mezcla maestra de alta concentración particularmente buena. El contenido de Fe en tal nigrosina se puede determinar por absorciometría atómica.

20 Un tratamiento para reducir el contenido de Fe de tal nigrosina, por ejemplo, se puede realizar como se describe a continuación. Específicamente, el contenido de Fe en el colorante de nigrosina después de secar se puede reducir o ajustar retirando el hidróxido de hierro separado durante el tratamiento base de la nigrosina con la adición de hidróxido de sodio al producto de condensación de nigrosina obtenido condensando anilina e hidrocloreuro de anilina con nitrobeneno en presencia de cloruro férrico, usando una centrífuga tal como un decantador de tornillo o una centrífuga Sharpless.

25 Un colorante de nigrosina particularmente preferible es un colorante de nigrosina que tiene bajos contenidos del material de partida de reacción anilina y del disolvente de reacción nitrobeneno. Específicamente, se puede mencionar un colorante de nigrosina que tiene un contenido de anilina de no más de 2000 ppm, preferentemente no más de 1000 ppm (más preferentemente no más de 700 ppm), y un contenido de nitrobeneno de no más de 500 ppm (más preferentemente no más de 300 ppm).

30 Como ejemplos del método para purificar tal colorante de nigrosina, se pueden mencionar los siguientes métodos (1) a (6).

(1) Un método de añadir un disolvente que tiene un punto de ebullición de 100 a 230°C, y retirar la anilina y/o nitrobeneno junto con el disolvente con calentamiento a presión reducida. Los ejemplos de tales disolventes incluyen xileno, tolueno, etilbeneno, mesitileno, decahidronaftaleno, éter dibutilico, etilenglicol y similares.

35 (2) Un método de lavar el colorante de nigrosina con una disolución en la que es soluble anilina y/o nitrobeneno, y retirar el disolvente. Como ejemplos de tal disolución, se pueden mencionar disolventes orgánicos (por ejemplo, alcoholes, glicoles), disoluciones acuosas, disoluciones mixtas de disolventes orgánicos y agua, o disoluciones ácidas de estos disolventes o disoluciones.

(3) Un método de retirar la anilina y/o nitrobeneno simplemente calentando a presión reducida.

(4) Un método de destilación térmica.

40 (5) Un método de destilación tal como destilación de vapor.

(6) Un método de oxidación usando oxígeno, ozono, polvo blanqueante u otro oxidante.

Procedimiento de granulación del colorante de nigrosina para obtener un colorante granulado

45 El colorante granulado de la presente invención es un producto de granulación de un colorante de nigrosina en polvo, tal producto de granulación tiene una densidad aparente de 0,4 a 0,7 g/ml y una dureza de 1 a 20 N, preferentemente de 2 a 15 N, y más preferentemente de 3 a 12 N.

Cuando se usa el colorante granulado de la presente invención, puede ser efectivo incluso si se usa como colorante una mezcla del colorante granulado de la presente invención y un colorante de nigrosina sin granular (por ejemplo, colorante de nigrosina en polvo). Por ejemplo, cuando el colorante granulado de la presente invención es por lo



menos 70% en peso (preferentemente no menos de 75% en peso, más preferentemente no menos de 80% en peso) del colorante de nigrosina usado como colorante, puede ser totalmente efectivo.

Como forma apropiada del producto de granulación, se puede mencionar un pelet cilíndrico que tiene un diámetro ( $\varnothing$ ) de 2 a 4 mm. Una de sus longitudes preferibles es de 7 a 12 mm.

5 En la presente invención, un producto de granulación que tiene una sección transversal no completamente circular pero con una irregularidad de no más del 20% del diámetro, un producto de granulación que tiene una sección transversal casi circular, tal como un elipsoide o círculo deformado, y/o un producto de granulación que tiene una sección transversal cuya forma y dimensiones no son constantes en la dirección axial, se puede también considerar un producto de granulación cilíndrico.

10 Con respecto a la forma del producto de granulación, es aceptable una columna no cilíndrica. Por ejemplo, el producto de granulación puede ser un pelet columnar no cilíndrico de 2 a 4 mm (más preferentemente de 2,5 a 3,5 mm) de altura y anchura y de 3 a 10 mm (más preferentemente de 8 a 10 mm) de longitud.

15 Aunque el método de granulación para obtener el colorante granulado de la presente invención no está sometido a limitación, se puede mencionar la granulación por extrusión como método usado apropiadamente. Como máquina de granulación por extrusión para realizar la granulación por extrusión se puede mencionar, el tipo de tornillo de presión frontal, tipo de tornillo de presión lateral, tipo de ariete de presión frontal, tipo de rodillo de presión lateral, tipo de rodillo de presión frontal, tipo de cesta de presión lateral, y tipo de pantalla de presión frontal y similares, dando preferencia a, por ejemplo, una máquina de granulación por extrusión del tipo de rodillo de presión dorsal.

20 El método para producir el colorante granulado de la presente invención comprende una etapa de mezcla para mezclar un colorante de nigrosina en polvo y agua, una etapa de granulación para obtener un producto de granulación cilíndrico de la mezcla obtenida en la anteriormente mencionada etapa de mezcla usando una máquina de granulación por extrusión, y una etapa de secado para secar el producto de granulación obtenido en la anteriormente mencionada etapa de granulación, en la que el producto de granulación después de secar por la anteriormente mencionada etapa de secado tiene una densidad aparente de 0,4 a 0,7 g/ml, y una dureza de 1 a 20 N, preferentemente de 2 a 15 N, y más preferentemente de 3 a 12 N. La etapa de mezcla es preferentemente una etapa para mezclar 100 partes en peso de un colorante de nigrosina y de 20 a 55 partes en peso de agua (preferentemente de 30 a 45 partes en peso de agua) usando un mezclador mecánico rotatorio. La etapa de granulación funciona preferentemente usando una máquina de granulación tal como una máquina de granulación por extrusión.

30 La dureza es importante para el colorante granulado de la presente invención. Ajustando apropiadamente su dureza, se obtiene colorante granulado de la presente invención con dos características: es improbable una pérdida de forma y la estabilidad y facilidad de manejo se mantienen durante el transporte, carga y similares, y la nigrosina es bien dispersable en la resina durante la mezcla o amasado con la resina al colorear la resina en el momento del moldeo de la resina y similares. La dureza del colorante granulado (es decir, el producto de granulación después de la etapa de secado de la granulación) es de 1 a 20 N. Preferentemente, la dureza es de 2 a 15 N, más preferentemente de 3 a 12 N.

40 El ajuste de la dureza del colorante granulado de la presente invención se puede conseguir, por ejemplo, ajustando la presión de granulación y/o la velocidad de rotación de la máquina de granulación de extrusión en la etapa de granulación para granular la mezcla obtenida en la etapa de mezcla usando la máquina de granulación por extrusión. Además de este ajuste de la dureza en la etapa de granulación, un producto de granulación con una dureza apropiadamente ajustada se puede obtener eficientemente ajustando la dureza de la mezcla después de la etapa de mezcla para mezclar un colorante de nigrosina y un aglomerante preferentemente de 1 a 20 N, más preferentemente de 2 a 15 N.

45 Además de agua, se pueden usar aglomerantes no acuosos como aglomerante para obtener el colorante granulado de la presente invención. Los ejemplos de aglomerante distintos del agua sola incluyen un tensioactivo, cera, jabón metálico, polietilenglicol, o una mezcla de cualquiera de estos y agua.

Los ejemplos del anteriormente mencionado tensioactivo incluyen un tensioactivo no iónico, tensioactivo aniónico, y se puede usar un tensioactivo catiónico.

50 Los ejemplos del anteriormente mencionado tensioactivo aniónico incluye un ácido bencenosulfónico que tiene opcionalmente de 0 a 2 grupos alquilo o grupos hidroxilo o una de sus sales, un ácido alquildifenil-eter-sulfónico o una de sus sales, un ácido  $\alpha$ -olefinsulfónico o una de sus sales, ácido poliestirenosulfónico o una de sus sales, un éster alquilico de ácido sulfúrico o una de sus sales, un éster de ácido sulfúrico y polioxitileno-alquilfenil-éter o una de sus sales, una sal de éster de ácido fosfórico y alquil-éter, un éster de ácido alquilfosfórico y similares.

55 Los ejemplos del anteriormente mencionado tensioactivo catiónico incluyen cloruro de lauriltrimetilamonio, cloruro de didecildimetilamonio y similares.

Los ejemplos de la cera anteriormente mencionada incluye lo que generalmente se conoce como cera de polietileno, cera de polipropileno, cera sintética, cera de parafina, microcera, cera de montana, cera de éster, cera de ceresina, y cera de cloruro. Preferentemente, la anteriormente mencionada cera es una cera de polietileno que tiene un peso molecular de 500 a 10000.

- 5 Los ejemplos del anteriormente mencionado jabón metálico incluyen sales de ácido esteárico, ácido palmítico, ácido láurico, ácido octílico, ácido ricinoléico, ácido oleico, ácido nafténico y similares con metales tales como magnesio, cinc, calcio, aluminio, potasio, bario, litio, cadmio, estroncio y estaño.

- 10 Además de un colorante de nigrosina, el colorante granulado, mezcla maestra de alta concentración o composición coloreada en la presente invención puede comprender un colorante o pigmento conocido dentro de los límites del propósito de la presente invención. Los pigmentos/colorantes negros incluyen negro de carbono y negro de anilina. Los colorantes auxiliares y similares para el ajuste de color incluye varios colorantes/pigmentos orgánicos tales como las series azo, complejos metálicos de la serie azo, serie de azometina, serie de antraquinona, serie de quinacridona, serie de dioxazina, serie de dicetopirrolpirrol, serie de antrapiridona, serie de isoindolinona, serie de indanotrona, serie de perinona, serie de perileno, serie de índigo, serie de tioindigo, serie de quinoftalona, serie de quinolina y serie de trimetilmetano.

- 15 Además de los anteriormente mencionados ingredientes, el colorante granulado se puede suplementar según sea apropiado con los comúnmente usados estabilizantes térmicos, antioxidantes, absorbentes ultravioleta, cargas y similares.

Procedimiento de producción de mezcla maestra de alta concentración usando el colorante granulado

- 20 La mezcla maestra de alta concentración de la presente invención es una mezcla maestra obtenida mezclando por lo menos el colorante granulado anteriormente descrito de la presente invención y una resina termoplástica, que comprende de 25 a 100 partes en peso (más preferentemente de 60 a 100 partes en peso) de un colorante de nigrosina en el colorante granulado por 100 partes en peso de la resina termoplástica. La mezcla maestra de alta concentración de la presente invención se puede obtener también usando una mezcla del colorante granulado de la presente invención y un colorante de nigrosina sin granular (por ejemplo, colorante de nigrosina en polvo) como colorante. Por ejemplo cuando el colorante granulado de la presente invención da cuenta de por lo menos el 70% en peso (preferentemente no menos de 75% en peso, más preferentemente no menos de 80% en peso) del colorante de nigrosina usado como colorante, se puede obtener la mezcla maestra de alta concentración de la presente invención que comprende uniformemente un colorante de nigrosina a una alta concentración.

- 30 El efecto de la mezcla maestra de alta concentración de la presente invención es notablemente particular cuando la concentración de colorante de nigrosina es alta. Por consiguiente, la mezcla maestra de alta concentración de la presente invención permite la obtención fácil y segura de una mezcla maestra que comprende uniformemente un colorante de nigrosina a una alta concentración (por ejemplo, no menos de 40% en peso). En el caso de una mezcla maestra convencional en la que se mezcla en seco un colorante de nigrosina en polvo, la concentración de colorante de nigrosina es de alrededor de 20 a alrededor de 40% en peso, siendo el límite superior 40% en peso. Sin embargo, se puede preparar una mezcla maestra de alta concentración que usa el colorante granulado de la presente invención para que tenga una concentración de colorante de nigrosina de 40 a 50% en peso o más, y previene la bóveda y similares por el colorante de nigrosina en la tolva en la etapa de producción de la mezcla maestra.

- 40 La mezcla maestra de alta concentración de la presente invención se obtiene por un método de producción que comprende una etapa de mezcla para mezclar un colorante de nigrosina en polvo y agua, una etapa de granulación para obtener un producto de granulación cilíndrico de la mezcla obtenida en la anteriormente mencionada etapa de mezcla usando una máquina de granulación por extrusión, una etapa de secado para secar el producto de granulación obtenido en la anteriormente mencionada etapa de granulación (en la que el producto de granulación después de secar por la etapa de secado tiene una densidad aparente de 0,4 a 0,7 g/ml y una dureza de 1 a 20 N, preferentemente de 2 a 15 N, más preferentemente de 3 a 12 N), y una etapa de mezcla-moldeo para mezclar por lo menos el colorante granulado obtenido vía la anteriormente mencionada etapa de secado y una resina termoplástica, y moldear la mezcla en forma de una mezcla maestra que comprende de 25 a 100 partes en peso de un colorante de nigrosina en el anteriormente mencionado colorante granulado por 100 partes en peso de la anteriormente mencionada resina termoplástica usando una máquina de extrusión (por ejemplo, mezcla maestra en la forma de un pelet de resina).

- 50 Específicamente, se puede obtener una mezcla maestra en forma de un pelet, por ejemplo, mezclando el colorante granulado de la presente invención y una resina, y si es necesario otros materiales, tan uniformemente como sea posible, por medio de un método opcionalmente escogido de mezcla, homogeneizando esta mezcla amasando en un estado fundido usando una máquina de extrusión calentada, extruyéndola a continuación en forma de filamento y cortando el filamento hasta una longitud deseada.

Como la anteriormente mencionada resina termoplástica, se puede mencionar resina de poliamida (nailon), resina de polietileno, resina de polipropileno, resina de poli(tereftalato de etileno), resina de poli(tereftalato de butileno),

resina de poli(sulfuro de etileno), resina de policarbonato, resina de polisulfona y resina de poliéter-éter-cetona y similares. La mezcla maestra de alta concentración de la presente invención se puede formular también con varios aditivos (por ejemplo, colorante auxiliar, cera, etc.) según sea necesario.

Composición coloreada usando el colorante granulado o la mezcla maestra

5 La composición coloreada de la presente invención es una composición coloreada obtenida mezclando por lo menos el colorante granulado de la presente invención o la mezcla maestra de alta concentración de la presente invención y una resina termoplástica o elastómero termoplástico, en la que están contenidas de 0,01 a 10 partes en peso (preferentemente de 0,01 a 5 partes en peso) de un colorante de nigrosina en el anteriormente mencionado colorante granulado o mezcla maestra de alta concentración por 100 partes en peso de la anteriormente mencionada resina termoplástica o elastómero termoplástico. Se puede usar como colorante un colorante de nigrosina sin granular (por ejemplo colorante de nigrosina en polvo) junto con un colorante granulado, como se describe anteriormente.

15 Los ejemplos de resina termoplástica en la composición coloreada de la presente invención incluyen resina de poliamida (nailon), resina de polietileno, resina de polipropileno, resina de poli(tereftalato de etileno), resina de poli(tereftalato de butileno), resina de poli(sulfuro de etileno), resina de policarbonato, resina de polisulfona, resina de poliéter-éter-cetona y similares. Estas resinas termoplásticas se pueden usar solas o en combinación de dos o más tipos. Se puede usar también un copolímero o mezcla basada principalmente en estos polímeros; o una mezcla polimérica que comprende estas resinas termoplásticas a no menos de 10% en peso, y similares.

20 Una resina termoplástica preferible es 1 o 2 o más resinas sintéticas seleccionadas del grupo que consiste en resina de poliamida, resina de polietileno, resina de poli(tereftalato de etileno), resina de poli(tereftalato de butileno), y resina de poli(sulfuro de etileno).

25 Los ejemplos del elastómero termoplástico en la composición coloreada de la presente invención incluyen elastómeros termoplásticos tales como los elastómeros termoplásticos de la serie de poliestireno, elastómeros termoplásticos de la serie de poliolefina, elastómeros termoplásticos de la serie de poliuretano y elastómeros termoplásticos de la serie de poliéster.

La composición coloreada de la presente invención produce productos moldeados que tienen excelente aspecto y resistencia al impacto, y es muy práctica. La composición coloreada de la presente invención tiene por lo menos un 10% mejor característica de elongación comparada con la misma composición, pero que no contiene un colorante.

30 La composición coloreada de la presente invención puede contener un material de refuerzo y un material de carga, con tal de que no se interfiera con el objetivo de la presente invención. Los ejemplos de estos materiales de refuerzo y materiales de carga incluyen cargas inorgánicas fibrosas, en polvo, granulares o tubulares tales como fibra de vidrio, fibra de carbono, fibra de poliamida aromática, fibra de yeso, fibra de latón, fibra de acero inoxidable, fibra de acero, fibra cerámica, fibra de fibra de boro, grafito, mica, talco, sílice, carbonato de calcio, bolas de vidrio, copos de vidrio, microbolas de vidrio, arcilla, wallastenita, óxido de titanio y disulfuro de molibdeno. Estos materiales de refuerzo y materiales de carga pueden ser aquellos tratados con un agente de copulación tal como los de la serie del silano o la serie del titanato, y otros agentes de tratamiento de la superficie.

40 En el caso de la fibra de vidrio, por ejemplo, su contenido es preferentemente de 5 a 120 partes en peso por 100 partes en peso de resina termoplástica. Si el contenido de fibra de vidrio es menor de 5 partes en peso, es difícil de conseguir un efecto de refuerzo satisfactorio con la fibra de vidrio; si el contenido de fibra de vidrio excede de 120 partes en peso, tiende a decrecer la moldeabilidad. Preferentemente, el contenido de fibra de vidrio es de 10 a 60 partes en peso, particular y preferentemente de 20 a 50 partes en peso, por 100 partes en peso de resina termoplástica.

45 Además, la composición coloreada de la presente invención se puede formular con varios aditivos según se requiera. Los ejemplos de tales aditivos incluyen colorantes auxiliares, agentes dispersantes, estabilizantes, plastificantes, modificadores, absorbentes ultravioleta o estabilizantes frente a la luz, antioxidantes, agentes antibacterianos/antifúngicos, agentes antiestáticos, retardantes de la llama, y elastómeros para una resistencia al impacto mejorada.

Los ejemplos de modificadores incluyen compuestos de silicio tales como aceite de silicona modificada con amino y aceite de silicona modificada con alquilo.

50 Los ejemplos de absorbentes ultravioleta o estabilizantes frente a la luz incluyen compuestos de benzotriazol, compuestos de benzofenona, compuestos de salicilato, compuestos de cianoacrilato, compuestos de benzoato, compuestos de oxalida, compuestos de amina impedida y nicolatos.

Los ejemplos de antioxidantes incluyen compuestos de fenol, compuestos de fósforo, compuestos de azufre y compuestos de tioéter.

55 Los ejemplos de agentes antibacterianos/antifúngicos incluyen 2-(4'-tiazolil)-benzimidazol, 10,10'-oxibisfenoarsina,

N-(fluorodichlorometilto)ftalimida, y

Bis(2-piridiltio-1-oxido)cinc.

5 Los ejemplos de retardantes de la llama incluyen compuestos que contienen halógeno tales como derivados de tetrabromobisfenol A, hexabromodifenil-eter y anhídrido tetrabromoftálico; compuestos que contienen fósforo tales como fosfato de trifenilo, fosfito de trifenilo, fósforo rojo y polifosfato de amonio; compuestos que contienen nitrógeno tales como urea y guanidina; compuestos que contienen silicio tales como aceite de silicona, silano orgánico y silicato de aluminio; y compuestos de antimonio tales como trióxido de antimonio y fosfato de antimonio.

10 El moldeo de la composición coloreada de la presente invención se puede conseguir por varios medios ordinarios de moldeo. Por ejemplo, se puede moldear un pelet coloreado de la composición coloreada de la presente invención usando una máquina de procesar tal como un extrusor, máquina de moldeo por inyección o molino de rodillo. También es posible mezclar pelets o polvo de una resina termoplástica, el colorante granulado o mezcla maestra de alta concentración de la presente invención, y, si es necesario, varios aditivos, en un mezclador apropiado, y moldear esta composición coloreada. Se puede emplear cualquier método comúnmente conocido de moldeo, por ejemplo, moldeo por inyección, moldeo por extrusión, moldeo por compresión, moldeo por soplado, moldeo a vacío, moldeo por soplado de inyección, moldeo por rotación, moldeo por calandrado, y moldeo en disolución.

### Ejemplos

La presente invención se describe aquí a continuación con más detalle por medio de los siguientes ejemplos, que sin embargo, no se debe considerar que limitan el alcance de la invención. En la descripción a continuación, "parte(s) en peso" se abrevia como "parte(s)".

20 Los Ejemplos 1 a 10 y los Ejemplos comparativos 1 a 6 se refieren a colorantes granulados y mezclas maestras.

#### Ejemplo 1

(1) Producción de colorante granulado (colorante de nigrosina: agua = 100:35)

25 Después de que 2000 g de Nigrosine Base SAP (nombre de un producto fabricado por Orient Chemical Industries, Ltd.; un colorante de nigrosina como C.I. Solvent Black 7, que tiene una superficie específica de 3,50 m<sup>2</sup>/g, un diámetro medio de partícula de 7 µm, un contenido de Fe de 6000 ppm, un contenido de anilina de 1,50% en peso, un contenido de nitrobenzeno de 0,1% en peso, y un pH del producto de 5,1) y 700 g de agua se mezclaron en un amasador durante 3 minutos, se retiró la mezcla.

30 Esta mezcla se sometió a tratamiento de granulación por extrusión usando una máquina de granulación por extrusión (modelo Disc Pelleter F-5, un producto comercial fabricado por DALTON Corporation) con un diámetro de abertura de la boquilla de disco seleccionado de 3 mm, ajustando la velocidad de rotación del rodillo (120 rpm) y manteniendo una presión de rodillo constante (100 kg/cm<sup>2</sup>), para dar un colorante húmedo que comprende un pelet cilíndrico (producto de granulación) y material parcialmente sin granular. Este pelet se retiró y se determinó que su dureza era 4,9 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza del tipo KIYA: WPF1600). La densidad aparente del producto de granulación era 0,64 g/ml.

35 El colorante húmedo obtenido se secó a 70°C durante 5 horas para dar un colorante que comprende 86% en peso de un pelet cilíndrico. El colorante obtenido se tamizó para dar un pelet cilíndrico de Ø 2,92 mm x 9,23 mm (colorante granulado A-1). Se determinó que la dureza del pelet cilíndrico era 9,8 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza del tipo KIYA: WPF1600). La densidad aparente del producto de granulación era 0,50 g/ml.

(2) Producción de mezcla maestra (colorante de nigrosina:resina = 30:70)

40 30 partes de colorante granulado A-1 y 70 partes de resina de poliamida 6 (ZYTEL [marca registrada] 7331 JNC: nombre de un producto fabricado por DuPont) se mezclaron en un pequeño tambor giratorio. Cuando se prepara una mezcla maestra de esta mezcla usando un extrusor de dos tornillos (fabricado por PLABOR Co., Ltd., modelo BT-30-S2-42L), todo el volumen se procesó con éxito sin problemas respecto a la medida de la alimentación y la formación de filamentos. Después de la formación de filamentos, la mezcla maestra se enfrió en una cámara de agua, a  
45 continuación se cortó en la longitud especificada usando un peletizador. La mezcla maestra negra A-1 obtenida se identificó como pelets que contienen uniformemente el colorante de nigrosina.

#### Ejemplo 2

(1) Producción de colorante granulado (colorante de nigrosina:agua = 100:35)

50 Después de que 2000 g de Nigrosine Base SAP y 700 g de agua se mezclaron en un amasador durante 3 minutos, se retiró la mezcla. Esta mezcla se sometió a tratamiento de granulación por extrusión usando una máquina de granulación por extrusión (modelo Disc Pelleter F-5) con un diámetro de abertura de la boquilla de disco seleccionado de 2 mm, ajustando la velocidad de rotación del rodillo y manteniendo una presión de rodillo constante

para dar un colorante húmedo que comprende un pelet cilíndrico (producto de granulación) y material parcialmente sin granular. Este pelet se retiró y se determinó que su dureza era 1,96 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza del tipo KIYA: WPF1600). La densidad aparente del producto de granulación era 0,59 g/ml.

5 El colorante húmedo obtenido se secó a 70°C durante 5 horas para dar un colorante que comprende 80% en peso de un pelet cilíndrico. El colorante obtenido se tamizó para dar un pelet cilíndrico de Ø 1,92 mm x 9,37 mm (colorante granulado A-2). Se determinó que la dureza del pelet cilíndrico era 3,92 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza del tipo KIYA: WPF1600).

(2) Producción de mezcla maestra (colorante de nigrosina:resina = 50:50)

10 50 partes de colorante granulado A-2 y 50 partes de resina de poliamida 66 (ZYTEL 101 NC010: nombre de un producto fabricado por DuPont) se mezclaron en un pequeño tambor giratorio. Cuando se prepara una mezcla maestra de esta mezcla usando un extrusor de dos tornillos (fabricado por PLABOR Co., Ltd., modelo BT-30-S2-42L), todo el volumen se procesó con éxito sin problemas respecto a la medida de la alimentación y formación de filamentos. Después de la formación de filamentos, la mezcla maestra se enfrió en una cámara de agua, a continuación se cortó a la longitud especificada usando un peletizador. La mezcla maestra negra A-2 obtenida se identificó como pelets que contienen uniformemente el colorante de nigrosina.

Ejemplo 3

(1) Producción de colorante granulado (colorante de nigrosina:agua = 100:47,8)

20 Después de que 2000 g de Nigrosine Base SAP y 950 g de agua se mezclaron en un amasador durante 3 minutos, se retiró la mezcla. Esta mezcla se sometió a tratamiento de granulación por extrusión usando una máquina de granulación por extrusión (modelo Disc Pelleter F-5) con un diámetro de abertura de la boquilla de disco seleccionado de 5 mm, ajustando la velocidad de rotación del rodillo y manteniendo una presión de rodillo constante para dar un colorante húmedo que comprende un pelet cilíndrico (producto de granulación) y material parcialmente sin granular. Este pelet se retiró y se determinó que su dureza era 6,86 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza del tipo KIYA: WPF1600). La densidad aparente del producto de granulación era 0,60 g/ml.

25 El colorante húmedo obtenido se secó a 70°C durante 5 horas para dar un colorante que comprende 78% en peso de un pelet cilíndrico. El colorante obtenido se tamizó para dar un pelet cilíndrico de Ø 4,93 mm x 15,48 mm (colorante granulado A-3). Se determinó que la dureza del pelet cilíndrico era 8,82 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza del tipo KIYA: WPF1600). La densidad aparente del producto de granulación era 0,48 g/ml.

30 50 partes de colorante granulado A-3 y 50 partes de resina de poliamida 66 (ZYTEL 101 NC010: nombre de un producto fabricado por DuPont) se mezclaron en un pequeño tambor giratorio. Cuando se preparó una mezcla maestra de esta mezcla usando un extrusor de dos tornillos (fabricado por PLABOR Co., Ltd., modelo BT-30-S2-42L), todo el volumen se procesó con éxito sin problemas respecto a la medida de la alimentación y formación de filamentos. Después de la formación de filamentos, la mezcla maestra se enfrió en una cámara de agua, a continuación se cortó a la longitud especificada usando un peletizador. La mezcla maestra negra A-3 obtenida se identificó como pelets que contienen uniformemente el colorante de nigrosina.

Ejemplo 4

(1) Producción de colorante granulado (colorante de nigrosina:agua = 100:25)

40 Después de que 2000 g de Nigrosine Base SAP (nombre de un producto fabricado por Orient Chemical Industries, Ltd.; un colorante de nigrosina como C.I. Solvent Black 7, que tiene una superficie específica de 3,35 m<sup>2</sup>/g, un diámetro medio de partícula de 12 µm, un contenido de Fe de 6100 ppm, un contenido de anilina de 1,53% en peso, un contenido de nitrobenzeno de 0,1% en peso, y un pH del producto de 4,9) y 500 g de agua se mezclaron en un amasador durante 3 minutos, se retiró la mezcla. Esta mezcla se sometió a tratamiento de granulación por extrusión usando una máquina de granulación por extrusión (modelo Disc Pelleter F-5) con un diámetro de abertura de la boquilla de disco seleccionado de 3 mm, ajustando la velocidad de rotación del rodillo y manteniendo una presión de rodillo constante, para dar un colorante húmedo que comprende un pelet cilíndrico (producto de granulación) y material parcialmente sin granular. Este pelet se retiró y se determinó que su dureza era 6,66 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza del tipo KIYA: WPF1600). La densidad aparente del producto de granulación era 0,57 g/ml.

50 El colorante húmedo obtenido se secó a 70°C durante 5 horas para dar un colorante que comprende 88% en peso de un pelet cilíndrico. El colorante obtenido se tamizó para dar un pelet cilíndrico de Ø 2,96 mm x 9,58 mm (colorante granulado A-4). Se determinó que la dureza del pelet cilíndrico era 12,35 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza del tipo KIYA: WPF1600). La densidad aparente del producto de granulación era 0,51 g/ml.

(2) Producción de mezcla maestra (colorante de nigrosina:resina = 50:50)

50 partes de colorante granulado A-4 y 50 partes de resina de poliamida 66 (ZYTEL [marca registrada] 101 NC010:

nombre de un producto fabricado por DuPont) se mezclaron en un pequeño tambor giratorio. Cuando se prepara una mezcla maestra de esta mezcla usando un extrusor de dos tornillos (fabricado por PLABOR Co., Ltd., modelo BT-30-S2-42L), todo el volumen se procesó con éxito sin problemas respecto a la medida de la alimentación y formación de filamentos. Después de la formación de filamentos, la mezcla maestra se enfrió en una cámara de agua, a continuación se cortó a la longitud especificada usando un peletizador. La mezcla maestra negra A-4 obtenida se identificó como pelets que contienen uniformemente el colorante de nigrosina.

## Ejemplo 5

(1) Producción de colorante granulado (colorante de nigrosina:agua = 100:42,5)

Después de que 2000 g de Nigrosine Base SAP y 850 g de agua se mezclaron en un amasador durante 3 minutos, se retiró la mezcla. Esta mezcla se sometió a tratamiento de granulación por extrusión usando una máquina de granulación por extrusión (modelo Disc Pelleter F-5) con un diámetro de abertura de la boquilla de disco seleccionado de 3 mm, ajustando la velocidad de rotación del rodillo y manteniendo una presión de rodillo constante para dar un colorante húmedo que comprende un pelet cilíndrico (producto de granulación) y material parcialmente sin granular. Este pelet se retiró y se determinó que su dureza era 2,25 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza del tipo KIYA: WPF1600). La densidad aparente del producto de granulación era 0,55 g/ml.

El colorante húmedo obtenido se secó a 70°C durante 5 horas para dar un colorante que comprende 90% en peso de un pelet cilíndrico. El colorante obtenido se tamizó para dar un pelet cilíndrico de Ø 2,92 mm x 9,47 mm (colorante granulado A-5). Se determinó que la dureza del pelet cilíndrico era 3,33 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza del tipo KIYA: WPF1600). La densidad aparente del producto de granulación era 0,44 g/ml.

(2) Producción de mezcla maestra (colorante de nigrosina:resina = 50:50)

50 partes de colorante granulado A-5 y 50 partes de resina de poliamida 66 (ZYTEL 101 NC010) se mezclaron en un pequeño tambor giratorio. Cuando se preparó una mezcla maestra de esta mezcla usando un extrusor de dos tornillos (fabricado por PLABOR Co., Ltd., modelo BT-30-S2-42L), todo el volumen se procesó con éxito sin problemas respecto a la medida de la alimentación y formación de filamentos. Después de la formación de filamentos, la mezcla maestra se enfrió en una cámara de agua, a continuación se cortó a la longitud especificada usando un peletizador. La mezcla maestra negra A-5 obtenida se identificó como pelets que contienen uniformemente el colorante de nigrosina.

## Ejemplo 6

(1) Producción de colorante granulado (colorante de nigrosina:agua = 100:53,5)

Después de que 2000 g de Nigrosine Base SA y 1070 g de agua se mezclaron en un amasador durante 3 minutos, se retiró la mezcla. Esta mezcla se sometió a tratamiento de granulación por extrusión usando una máquina de granulación por extrusión (modelo Disc Pelleter F-5) con un diámetro de abertura de la boquilla de disco seleccionado de 3 mm, ajustando la velocidad de rotación del rodillo y manteniendo una presión de rodillo constante para dar un colorante húmedo que comprende un pelet cilíndrico (producto de granulación) y material parcialmente sin granular. Este pelet se retiró y se determinó que su dureza era 0,98 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza del tipo KIYA: WPF1600). La densidad aparente del producto de granulación era 0,52 g/ml.

El colorante húmedo obtenido se secó a 70°C durante 5 horas para dar un colorante que comprende 92% en peso de un pelet cilíndrico. El colorante obtenido se tamizó para dar un pelet cilíndrico de Ø 2,61 mm x 8,79 mm (colorante granulado A-6). Se determinó que la dureza del pelet cilíndrico era 1,08 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza del tipo KIYA: WPF1600). La densidad aparente del producto de granulación era 0,40 g/ml.

(2) Producción de una mezcla maestra (colorante de nigrosina:resina = 50:50)

50 partes de colorante granulado A-6 y 50 partes de resina de poliamida 66 (ZYTEL 101 NC010) se mezclaron en un pequeño tambor giratorio. Cuando se preparó una mezcla maestra de esta mezcla usando un extrusor de dos tornillos (fabricado por PLABOR Co., Ltd., modelo BT-30-S2-42L), todo el volumen se procesó con éxito sin problemas respecto a la medida de la alimentación y formación de filamentos. Después del formación de filamentos, la mezcla maestra se enfrió en una cámara de agua, a continuación se cortó a la longitud especificada usando un peletizador. La mezcla maestra negra A-6 obtenida se identificó como pelets que contienen uniformemente el colorante de nigrosina.

## Ejemplo 7

(1) Producción de colorante granulado (colorante de nigrosina:agua=100:35)

Después de 2000 g de Spirit Black AB (nombre de un producto fabricado por Orient Chemical Industries, Ltd.; un colorante de nigrosina como C.I. Solvent Black 5, que tiene una superficie específica de 3,59 m<sup>2</sup>/g, un diámetro medio de partícula de 7 µm, un contenido de Fe de 7000 ppm, un contenido de anilina de 1,8% en peso, un

5 contenido de nitrobenzeno de trazas, y un pH del producto de 4,0) y 700 g de agua se mezclaron en un amasador durante 3 minutos, se retiró la mezcla. Esta mezcla se sometió a un tratamiento de granulación por extrusión usando una máquina de granulación por extrusión (modelo Disc Pelletter F-5) con un diámetro de apertura de la boquilla de disco seleccionado de 3 mm, ajustando la velocidad de rotación del rodillo y manteniendo una presión del rodillo constante, para dar un colorante húmedo que comprende un pelet cilíndrico (producto de granulación) y material parcialmente sin granular. Este pelet se retiró y se determinó que su dureza era 6,47 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza del tipo KIYA: WPF1600). La densidad aparente del producto de granulación era 0,56 g/ml.

10 El colorante húmedo obtenido se secó a 70°C durante 5 horas para dar un colorante que comprende 89% en peso de un pelet cilíndrico. El colorante obtenido se tamizó para dar un pelet cilíndrico de Ø 2,95 mm x 9,12 mm (colorante granulado A-7). Se determinó que la dureza del pelet cilíndrico era 8,13 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza del tipo KIYA: WPF1600). La densidad aparente del producto de granulación era 0,49 g/ml.

(2) Producción de mezcla maestra (colorante de nigrosina:resina=30:70)

15 30 partes de colorante granulado A-7 y 70 partes de resina de poliamida 66 (ZYTEL 101 NC010) se mezclaron en un pequeño tambor giratorio. Cuando se preparó una mezcla maestra de esta mezcla usando un extrusor de dos tornillos (fabricado por PLABOR Co., Ltd., modelo BT-30-S2-42L), todo el volumen se procesó con éxito sin problemas respecto a la medida de la alimentación y la formación de filamentos. Después de la formación de filamentos, la mezcla maestra se enfrió en una cámara de agua, a continuación se cortó a la longitud especificada usando un peletizador. La mezcla maestra negra A-7 obtenida se identificó en forma de pelets que contienen uniformemente el colorante de nigrosina.

Ejemplo 8

(1) Producción de colorante granulado (colorante de nigrosina:agua=100:35)

25 Después de que 2000 g de Nigrosine Base EEL (nombre de un producto fabricado por Orient Chemical Industries, Ltd.; un colorante de nigrosina como C.I. Solvent Black 7, que tiene una superficie específica de 3,83 m<sup>2</sup>/g, un diámetro medio de partícula de 12 µm, un contenido de Fe de 5000 ppm, un contenido de anilina de 0,15% en peso, un contenido de nitrobenzeno de trazas, y un pH del producto de 7,3) y 700 g de agua se mezclaron en una amasador durante 3 minutos, se retiró la mezcla. Esta mezcla se sometió a tratamiento de granulación por extrusión usando una máquina de granulación por extrusión (modelo Disc Pelletter F-5) con un diámetro de apertura de la boquilla de disco seleccionado de 3 mm, ajustando la velocidad de rotación del rodillo y manteniendo una presión del rodillo constante, para dar un colorante húmedo que comprende un pelet cilíndrico (producto de granulación) y material parcialmente sin granular. Este pelet se retiró y se determinó que su dureza era 1,86 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza del tipo KIYA: WPF1600). La densidad aparente del producto de granulación era 0,54 g/ml).

35 El colorante húmedo obtenido se secó a 70°C durante 5 horas para dar un colorante que comprende 74% en peso de un pelet cilíndrico. El colorante obtenido se tamizó para dar un pelet cilíndrico de Ø 2,96 mm x 8,11 mm (colorante granulado A-8). Se determinó que la dureza del pelet cilíndrico era 4,02 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza del tipo KIYA: WPF1600). La densidad aparente del producto de granulación era 0,44 g/ml.

(2) Producción de mezcla maestra (colorante de nigrosina:resina=50:50)

40 50 partes de colorante granulado A-8 y 50 partes de resina de poliamida 6 (ZYTEL 7331 JNC) se mezclaron en un pequeño tambor giratorio. Cuando se preparó una mezcla maestra de esta mezcla usando un extrusor de dos tornillos (fabricado por PLABOR Co., Ltd., modelo BT-30-S2-42L), todo el volumen se procesó con éxito sin problemas respecto a la medida de la alimentación y la formación de filamentos. Después de la formación de filamentos, la mezcla maestra se enfrió en una cámara de agua, a continuación se cortó a la longitud especificada usando un peletizador. La mezcla maestra negra A-8 obtenida se identificó como pelets que contienen uniformemente el colorante de nigrosina.

Ejemplo 9

(1) Producción de colorante granulado (colorante de nigrosina:agua=100:35)

50 Después de que 2000 g de Nigrosine Base EX (nombre de un producto fabricado por Orient Chemical Industries, Ltd.; un colorante de nigrosina como C.I. Solvent Black 7, que tiene una superficie específica de 3,39 m<sup>2</sup>/g, un diámetro medio de partícula de 12 µm, un contenido de Fe de 2000 ppm, un contenido de anilina de 0,06% en peso, un contenido de nitrobenzeno de trazas, y un pH del producto de 6,9) y 700 g de agua se mezclaron en una amasador durante 3 minutos, se retiró la mezcla. Esta mezcla se sometió a tratamiento de granulación por extrusión usando una máquina de granulación por extrusión (modelo Disc Pelletter F-5) con un diámetro de apertura de la boquilla de disco seleccionado de 3 mm, ajustando la velocidad de rotación del rodillo y manteniendo una presión del rodillo constante, para dar un colorante húmedo que comprende un pelet cilíndrico (producto de granulación) y

material parcialmente sin granular. Este pelet se retiró y se determinó que su dureza era 5,59 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza del tipo KIYA: WPF1600). La densidad aparente del producto de granulación era 0,61 g/ml).

5 El colorante húmedo obtenido se secó a 70°C durante 5 horas para dar un colorante que comprende 92% en peso de un pelet cilíndrico. El colorante obtenido se tamizó para dar un pelet cilíndrico de Ø 3,02 mm x 8,66 mm (colorante granulado A-9). Se determinó que la dureza del pelet cilíndrico era 7,74 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza del tipo KIYA: WPF1600). La densidad aparente del producto de granulación era 0,53 g/ml.

(2) Producción de mezcla maestra (colorante de nigrosina:resina=50:50)

10 50 partes de colorante granulado A-9 y 50 partes de resina de poliamida 66 (ZYTEL 101 NC010) se mezclaron en un pequeño tambor giratorio. Cuando se preparó una mezcla maestra de esta mezcla usando un extrusor de dos tornillos (fabricado por PLABOR Co., Ltd., modelo BT-30-S2-42L), todo el volumen se procesó con éxito sin problemas respecto a la medida de la alimentación y la formación de filamentos. Después de la formación de filamentos, la mezcla maestra se enfrió en una cámara de agua, a continuación se cortó a la longitud especificada usando un peletizador. La mezcla maestra negra A-9 obtenida se identificó como pelets que contienen uniformemente el colorante de nigrosina.

Ejemplo 10

(1) Producción del colorante granulado

20 Como resultado del tratamiento de 2000 g de Nigrosine Base SAP usando una máquina de granulación en seco (Roller Compacter model WP160x60; fabricada por MATSUBO Corporation), se obtuvo un colorante que contiene 87% en peso de un buen producto en copos de 0,25 a 4 mm. El colorante obtenido se tamizó para dar un producto en copos (colorante granulado A-10).

(2) Producción de mezcla maestra (colorante de nigrosina:resina=30:70)

25 30 partes de colorante granulado A-10 y 70 partes de resina de poliamida 6 (ZYTEL 7331 JNC) se mezclaron en un pequeño tambor giratorio. Cuando se preparó una mezcla maestra de esta mezcla usando un extrusor de dos tornillos (fabricado por PLABOR Co., Ltd., modelo BT-30-S2-42L), todo el volumen se procesó con éxito sin problemas respecto a la medida de la alimentación y la formación de filamentos. Después de la formación de filamentos, la mezcla maestra se enfrió en una cámara de agua, a continuación se cortó a la longitud especificada usando un peletizador. La mezcla maestra negra A-10 obtenida se identificó como pelets que contienen uniformemente el colorante de nigrosina.

30 (3) Producción de mezcla maestra (colorante de nigrosina:resina=30:70)

35 30 partes de colorante granulado A-10 y 70 partes de resina de poliamida 66 (ZYTEL 101 NC010) se mezclaron en un pequeño tambor giratorio. Cuando se preparó una mezcla maestra de esta mezcla usando un extrusor de dos tornillos (fabricado por PLABOR Co. Ltd., modelo BT-30-S2-42L), todo el volumen se procesó con éxito sin problemas respecto a la medida de la alimentación y la formación de filamentos. Después de la formación de filamentos, la mezcla maestra se enfrió en una cámara de agua, a continuación se cortó a la longitud especificada usando un peletizador. La mezcla maestra negra A-10B obtenida se identificó como pelets que contienen uniformemente el colorante de nigrosina.

Ejemplo 11

(1) Producción de colorante granulado (colorante de nigrosina:agua=100:35)

40 Después de que 2000 g de Nigrosine Base SAP y 700 g de agua se mezclaron en un amasador durante 3 minutos, se retiró la mezcla. Esta mezcla se sometió a tratamiento de granulación por extrusión usando una máquina de granulación por extrusión (modelo Disc Pelletter F-5) con un diámetro de abertura de la boquilla de disco seleccionado de 3 mm, ajustando la velocidad de rotación del rodillo y manteniendo una presión del rodillo constante, para dar un colorante húmedo que comprende un pelet cilíndrico (producto de granulación) y material  
45 parcialmente sin granular. Este pelet se retiró y se determinó que su dureza era de 5,11 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza del tipo KIYA: WPF1600). La densidad aparente del producto de granulación era 0,62 g/ml).

50 El colorante húmedo obtenido se secó a 70°C durante 5 horas para dar un colorante A-11 que comprende 87% en peso de un pelet cilíndrico (colorante granulado). Este pelet se retiró y se determinó que era un pelet cilíndrico de Ø 2,93 mm x 9,28 mm que tiene una dureza de 9,71 N. La densidad aparente del producto de granulación era 0,51 g/ml.

(2) Producción de mezcla maestra (colorante de nigrosina:resina=30:70)



30 partes de colorante A-11 y 70 partes de resina de poliamida 6 (ZYTEL [marca registrada] 7331 JNC: nombre de un producto fabricado por DuPont) se mezclaron en un pequeño tambor giratorio. Cuando se preparó una mezcla maestra de esta mezcla usando un extrusor de dos tornillos (fabricado por PLABOR Co., Ltd., modelo BT-30-S2-42L), todo el volumen se procesó con éxito sin problemas respecto a la medida de la alimentación y la formación de filamentos. Después de la formación de filamentos, la mezcla maestra se enfrió en una cámara de agua, a continuación se cortó a la longitud especificada usando un peletizador. La mezcla maestra negra A-11 obtenida se identificó como pelets que contienen uniformemente el colorante de nigrosina.

Ejemplo 12

(1) Producción del colorante granulado

10 Como resultado del tratamiento de 2000 g de Nigrosine Base SAP usando una máquina de granulación en seco (Roller Compacter model WP160x60; fabricado por MATSUBO Corporation), se obtuvo un colorante A-12 que contiene 87% en peso de un buen producto en copos de 0,25 a 4 mm (colorante granulado).

(2) Producción de mezcla maestra (colorante de nigrosina:resina=30:70)

15 30 partes de colorante granulado A-12 y 70 partes de resina de poliamida 6 (ZYTEL 7331 JNC) se mezclaron en un pequeño tambor giratorio. Cuando se preparó una mezcla maestra de esta mezcla usando un extrusor de dos tornillos (fabricado por PLABOR Co., Ltd., modelo BT-30-S2-42L), todo el volumen se procesó con éxito sin problemas respecto a la medida de la alimentación y la formación de filamentos. Después de la formación de filamentos, la mezcla maestra se enfrió en una cámara de agua, a continuación se cortó a la longitud especificada usando un peletizador. La mezcla maestra negra A-12 obtenida se identificó como pelets que contienen uniformemente el colorante de nigrosina.

Ejemplo 13

(1) Producción de colorante granulado (colorante:agua=100:35)

25 Después de que 1500 g de Nigrosine Base SAP, 500 g de negro de carbono (N°960B, fabricado por Mitsubishi Chemical Corporation) y 700 g de agua se mezclaron en un amasador durante 3 minutos, se retiró la mezcla. Esta mezcla se sometió a tratamiento de granulación por extrusión usando una máquina de granulación por extrusión (modelo Disc Pelleter F-5) con un diámetro de abertura de la boquilla de disco seleccionado de 3 mm, ajustando la velocidad de rotación del rodillo y manteniendo una presión del rodillo constante, para dar un colorante húmedo que comprende un pelet cilíndrico (producto de granulación) y material parcialmente sin granular. Este pelet se retiró y se determinó que su dureza era 5,78 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza de tipo KIYA: WPF1600). La densidad aparente del producto de granulación era 0,65 g/ml.

30 El colorante húmedo obtenido se secó a 70°C durante 5 horas para dar un colorante que comprende 97,3% en peso de un pelet cilíndrico. El colorante obtenido se tamizó para dar un pelet cilíndrico de Ø 2,99 mm x 9,35 mm (colorante granulado A-13). Se determinó que la dureza del pelet cilíndrico era 4,31 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza del tipo KIYA:WPF1600). La densidad aparente del producto granulado era 0,57 g/ml.

35 (2) producción de mezcla maestra (resina colorante=50:50)

40 50 partes de colorante granulado A-13 y 50 partes de resina de poliamida 6 (ZYTEL 7331 JNC) se mezclaron en un pequeño tambor giratorio. Cuando se preparó una mezcla maestra de esta mezcla usando un extrusor de dos tornillos (fabricado por PLABOR Co., Ltd., modelo BT-30-S2-42L), todo el volumen se procesó con éxito sin problemas respecto a la medida de la alimentación y la formación de filamentos. Después de la formación de filamentos, la mezcla maestra se enfrió en una cámara de agua, a continuación se cortó a la longitud especificada usando un peletizador. La mezcla maestra negra A-13 obtenida se identificó como pelets que contienen uniformemente el colorante de nigrosina y negro de carbono.

Ejemplo 14.

(1) Producción de colorante granulado (colorante:agua=100:42,5)

45 Después de que 1500 g de Nigrosine Base SAP, 500 g de negro de carbono (N°960B, fabricado por Mitsubishi Chemical Corporation) y 850 g de agua se mezclaron en un amasador durante 3 minutos, se retiró la mezcla. Esta mezcla se sometió a tratamiento de granulación por extrusión usando una máquina de granulación por extrusión (modelo Disc Pelleter F-5) con un diámetro de abertura de la boquilla de disco seleccionado de 3 mm, ajustando la velocidad de rotación del rodillo y manteniendo una presión de rodillo constante, para dar un colorante húmedo que comprende un pelet cilíndrico (producto de granulación) y material parcialmente sin granular. Este pelet se retiró y se determinó que su dureza era 3,63 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza de tipo KIYA:WPF1600). La densidad aparente del producto de granulación era 0,63 g/ml.

50 El colorante húmedo obtenido se secó a 70°C durante 5 horas para dar un colorante A-14 que comprende 99,2% en

peso de un pelet cilíndrico (colorante granulado). Este pelet se retiró y se determinó que era un pelet cilíndrico de Ø 2,98 mm x 9,32 mm. Se determinó que la dureza del pelet cilíndrico era 3,04 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza de tipo KIYA: WPF1600). La densidad aparente del producto de granulación era 0,54 g/ml.

(2) Producción de mezcla maestra (colorante:resina=50:50)

- 5 50 partes de colorante A-14 y 50 partes de resina de poliamida 66 (ZYTEL 101 NC010) se mezclaron en un pequeño tambor giratorio Cuando se preparó una mezcla maestra de esta mezcla usando un extrusor de dos tornillos (fabricado por PLABOR Co., Ltd., modelo BT-30-S2-42L), todo el volumen se procesó con éxito sin problemas respecto a la medida de la alimentación y la formación de filamentos. Después de la formación de filamentos, la mezcla maestra se enfrió en una cámara de agua, a continuación se cortó a la longitud especificada usando un peletizador. La mezcla maestra negra A-14 obtenida se identificó como pelets que contienen uniformemente el colorante de nigrosina y negro de carbono.

Ejemplo 15.

(1) Producción de colorante granulado (colorante:agua=100:35)

- 15 Después de que 2000 g de Nigrosine Base SAP, 60 g de PEG200 (polietilenglicol, peso molecular medio 200) y 700 g de agua se mezclaron en un amasador durante 3 minutos, se retiró la mezcla. Esta mezcla se sometió a tratamiento de granulación por extrusión usando una máquina de granulación por extrusión (modelo Disc Pelleter F-5) con un diámetro de abertura de la boquilla de disco seleccionado de 3 mm, ajustando la velocidad de rotación del rodillo y manteniendo un presión de rodillo constante, para dar un colorante húmedo que comprende un pelet cilíndrico (producto de granulación) y material parcialmente sin granular. Este pelet se retiró y se determinó que su dureza era 2,02 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza de tipo KIYA:WPF1600). La densidad aparente del producto de granulación era 0,52 g/ml.

- 20 El colorante húmedo obtenido se secó a 70°C durante 5 horas para dar un colorante A-4 que comprende 99,5% en peso de un pelet cilíndrico. El colorante obtenido se tamizó para dar un pelet cilíndrico de Ø 2,98 mm x 9,25 mm (colorante granulado A-15). Se determinó que la dureza del pelet cilíndrico era 2,55 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza de tipo KIYA: WPF1600). La densidad aparente del producto de granulación era 0,45 g/ml.

(2) Producción de mezcla maestra (colorante:resina=50:50)

- 30 50 partes de colorante granulado A-15 y 50 partes de resina de poliamida 66 (ZYTEL 101 NC010) se mezclaron en un pequeño tambor giratorio Cuando se preparó una mezcla maestra de esta mezcla usando un extrusor de dos tornillos (fabricado por PLABOR Co., Ltd., modelo BT-30-S2-42L), todo el volumen se procesó con éxito sin problemas respecto a la medida de la alimentación y la formación de filamentos. Después de la formación de filamentos, la mezcla maestra se enfrió en una cámara de agua, a continuación se cortó a la longitud especificada usando un peletizador. La mezcla maestra negra A-15 obtenida se identificó como pelets que contienen uniformemente el colorante de nigrosina y negro de carbono.

Ejemplo 16.

- 35 (1) Producción de colorante granulado (colorante:agua=100:35)

- 40 Después de que 2000 g de Nigrosine Base SAP, 20 g de NOIGEN XL-40 (tensioactivo no iónico de polioxialquilenalquil-éter) y 700 g de agua se mezclaron en un amasador durante 3 minutos, se retiró la mezcla. Esta mezcla se sometió a tratamiento de granulación por extrusión usando una máquina de granulación por extrusión (modelo Disc Pelleter F-5) con un diámetro de abertura de la boquilla de disco seleccionado de 3 mm, ajustando la velocidad de rotación del rodillo y manteniendo un presión de rodillo constante, para dar un colorante húmedo que comprende un pelet cilíndrico (producto de granulación) y material parcialmente sin granular. Este pelet se retiró y se determinó que su dureza era 8,73 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza de tipo KIYA:WPF1600). La densidad aparente del producto de granulación era 0,54 g/ml.

- 45 El colorante húmedo obtenido se secó a 70°C durante 5 horas para dar un colorante que comprende 92,7% en peso de un pelet cilíndrico. El colorante obtenido se tamizó para dar un pelet cilíndrico de Ø 2,97 mm x 9,32 mm (colorante granulado A-16). Se determinó que la dureza era 10,98 N usando un medidor de dureza (medidor de dureza de tipo KIYA: WPF1600). La densidad aparente del producto de granulación era 0,48 g/ml.

(2) Producción de mezcla maestra (colorante:resina=50:50)

- 50 50 partes de colorante A-16 y 50 partes de resina de poliamida 66 (ZYTEL 101 NC010) se mezclaron en un pequeño tambor giratorio Cuando se preparó una mezcla maestra de esta mezcla usando un extrusor de dos tornillos (fabricado por PLABOR Co., Ltd., modelo BT-30-S2-42L), todo el volumen se procesó con éxito sin problemas respecto a la medida de la alimentación y la formación de filamentos. Después de la formación de filamentos, la mezcla maestra se enfrió en una cámara de agua, a continuación se cortó a la longitud especificada usando un peletizador. La mezcla maestra negra A-16 obtenida se identificó como pelets que contienen uniformemente el

colorante de nigrosina.

Ejemplo comparativo 1

(1) Producción de mezcla maestra (colorante de nigrosina:resina=30:70)

5 30 partes de Nigrosine Base SAP y 70 partes de resina de poliamida 6 (ZYTEL 7331 JNC) se mezclaron en un pequeño tambor giratorio Cuando se preparó una mezcla maestra de esta mezcla usando un extrusor de dos tornillos (fabricado por PLABOR Co., Ltd., modelo BT-30-S2-42L), la mezcla formó bóveda en la tolva del alimentador para hacer su alimentación inestable, y el filamento del producto moldeado estaba en muy mal estado, incluyendo grosor no uniforme y rotura de los filamentos. La mezcla maestra obtenida cortando el producto  
10 moldeado obtenido usando el extrusor de dos tornillos a la longitud especificada era de forma inestable; se obtuvieron varias formas de pelets (mezcla maestra negra B-1).

Ejemplo comparativo 2

(1) Producción de mezcla maestra (colorante de nigrosina:resina=50:50)

15 50 partes de Nigrosine Base SAP y 50 partes de resina de poliamida 6 (ZYTEL 7331 JNC) se mezclaron en un pequeño tambor giratorio Cuando se preparó una mezcla maestra de esta mezcla usando un extrusor de dos tornillos (fabricado por PLABOR Co., Ltd., modelo BT-30-S2-42L), la mezcla formó bóveda en la tolva del alimentador para hacer su alimentación inestable, y el filamento del producto moldeado estaba en muy mal estado, incluyendo grosor no uniforme y rotura de los filamentos. Se detuvo la producción dado que la alimentación se volvió imposible durante la operación

Ejemplo comparativo 3

20 (1) Producción de mezcla maestra (colorante de nigrosina:resina=30:70)

25 30 partes de Nigrosine Base SAP y 70 partes de resina de poliamida 66 (ZYTEL 101 NC010) se mezclaron en un pequeño tambor giratorio Cuando se preparó una mezcla maestra de esta mezcla usando un extrusor de dos tornillos (fabricado por PLABOR Co., Ltd., modelo BT-30-S2-42L), la mezcla formó bóveda en la tolva del alimentador para hacer su alimentación inestable, y el filamento del producto moldeado estaba en muy mal estado, incluyendo grosor no uniforme y rotura de los filamentos. La mezcla maestra obtenida cortando el producto  
25 moldeado obtenido usando el extrusor de dos tornillos a la longitud especificada era de forma inestable; se obtuvieron varias formas de pelets (mezcla maestra negra B-2).

Ejemplo comparativo 4

(1) Producción de mezcla maestra (colorante de nigrosina:resina=50:50)

30 50 partes de Nigrosine Base SAP y 50 partes de resina de poliamida 66 (ZYTEL 101 NC010) se mezclaron en un pequeño tambor giratorio Cuando se preparó una mezcla maestra de esta mezcla usando un extrusor de dos tornillos (fabricado por PLABOR Co., Ltd., modelo BT-30-S2-42L), la mezcla formó bóveda en la tolva del alimentador para hacer su alimentación inestable, y el filamento del producto moldeado estaba en muy mal estado, incluyendo grosor no uniforme y rotura de los filamentos. Se detuvo la producción dado que la alimentación se volvió  
35 imposible durante la operación.

Ejemplo comparativo 5

(1) Producción de mezcla maestra (colorante de nigrosina:resina=40:60)

40 40 partes de Nigrosine Base SAP y 60 partes de resina de poliamida 6 (ZYTEL 7331 JNC) se mezclaron en un pequeño tambor giratorio Cuando se preparó una mezcla maestra de esta mezcla usando un extrusor de dos tornillos (fabricado por PLABOR Co., Ltd., modelo BT-30-S2-42L), la mezcla formó bóveda en la tolva del alimentador para hacer su alimentación inestable, y el filamento del producto moldeado estaba en muy mal estado, incluyendo grosor no uniforme y rotura de los filamentos. La mezcla maestra obtenida cortando el producto  
40 moldeado obtenido usando el extrusor de dos tornillos a la longitud especificada era de forma inestable; se obtuvieron varias formas de pelets (mezcla maestra negra C-1).

45 Ejemplo comparativo 6

(1) Producción de mezcla maestra (colorante de nigrosina:resina=40:60)

50 40 partes de Nigrosine Base SAP y 60 partes de resina de poliamida 66 (ZYTEL 101 NC010) se mezclaron en un pequeño tambor giratorio Cuando se preparó una mezcla maestra de esta mezcla usando un extrusor de dos tornillos (fabricado por PLABOR Co., Ltd., modelo BT-30-S2-42L), la mezcla formó bóveda en la tolva del alimentador para hacer su alimentación inestable, y el filamento del producto moldeado estaba en muy mal estado, incluyendo grosor no uniforme y rotura de los filamentos. La mezcla maestra obtenida cortando el producto

moldeado obtenido usando el extrusor de dos tornillos a la longitud especificada era de forma inestable; se obtuvieron varias formas de pelets (mezcla maestra negra C-2).

Ejemplo 17

(a) Ensayo de fluidez usando un analizador de fluidez de polvo

- 5 Se realizó un ensayo de comparación de fluidez usando el colorante granulado A-1 obtenido en el Ejemplo 1, el colorante granulado A-10 obtenido en el Ejemplo 10, y la materia prima Nigrosine Base SAP.

Instrumento usado: analizador de fluidez de polvo FT-4 (fabricado por Sysmex Corporation)

Condiciones de medida: ensayo de caudal

- 10 Ensayo de caudal: se evaluaron los cambios de fluidez a cuatro diferentes velocidades de la paleta (100 mm/s, 70 mm/s, 40 mm/s, 10 mm/s). Los resultados se muestran en la Tabla 1 y la Figura 1. Cuando los cambios en el caudal de la figura mostrados en la Tabla 1 y Figura 1 disminuyen, se evalúa que la fluidez es mejor.

Tabla 1

Velocidad de la paleta	Colorante granulado A-1	Colorante granulado A-10	Nigrosine Base SAP
100 mm/s	5374	4354	712
70 mm/s	5390	4382	858
40 mm/s	5550	4570	1122
10 mm/s	5604	4608	1654

- 15 Como resultado del anteriormente descrito ensayo de caudal, el colorante granulado A-1, y el colorante granulado A-10 exhibían fluidez constante independientemente de los cambios de caudal (velocidad de la paleta). Debido a que Nigrosine Base SAP es polvoriento y por consiguiente tiene pequeños huecos entre partículas, se especula que la porción inferior de la muestra se compacta en el recipiente debido al peso de la porción superior de la muestra; si la velocidad de la paleta es baja, esta compactación pasa a incrementar la resistencia de la porción inferior de la muestra, lo que se considera que es la causa de la reducción de fluidez.

- 20 (b) Ensayo de fluidez usando un medidor simple de fluidez

Método de ensayo: se usó un medidor simple de fluidez que tiene una abertura con un obturador capaz de formar una abertura circular que permite el ajuste de su diámetro en el centro de la base de un recipiente cilíndrico de 300 ml. Después de que la muestra se introdujo en el medidor simple de fluidez con el obturador cerrado, se abrió gradualmente el obturador, y se pesó la porción de la muestra que cae para cada diámetro de abertura. Los resultados medidos se muestran en la Tabla 2 y Figura 2. Tanto la resina PA en la Tabla 2 como el nailon 6 en la Figura 2 se refieren a resina de poliamida 6.

- 25

Tabla 2

Diámetro de abertura (mm)	5	8	10	12	15	20	25	30	35	40	45
Resina PA (g)	0,42	0,56	77,06	80,49	82,48	84,53	87,23	90,36	-	-	-
Colorante granulado A-1 (g)	0,48	0,69	0,69	1,12	75,35	80,73	84,57	89,59	-	-	-
Colorante granulado A-10 (g)	1,00	1,00	1,42	1,42	53,83	57,57	70,17	78,71	-	-	-
Nigrosine Base SAP (g)	1,01	1,01	1,01	1,01	1,51	2,22	2,22	3,06	6,79	9,38	71,38

- 30 Basada en estos resultados de la determinación de fluidez, se generó una curva de aproximación para obtener las ecuaciones que muestran la relación entre el diámetro de abertura (abscisa: x) y la relación en peso de la porción de muestra caída a la muestra total (ordenada: y), y se calculó el diámetro de abertura correspondiente a una caída del 50% en peso de la cantidad de muestra que se introduce en el medidor simple de fluidez,  $x_{50}$ . Cuando disminuye el

diámetro de abertura  $x_{50}$ , se evalúa que la fluidez es mejor.

Las ecuaciones que muestran la relación entre el diámetro de abertura (abscisa:  $x$ ) y la relación en peso de la porción de muestra caída a toda la muestra (ordenada:  $y$ ) y el diámetro de abertura que corresponde a una caída del 50% en peso de la cantidad de muestra,  $x_{50}$ , para cada muestra se muestran a continuación.

5 Resina de poliamida 6:  $y=38,251x-305,45$

(Si  $y=50$ ,  $x_{50}=9,29$  mm)

Colorante granulado A-1:  $y=24,744x-295,82$

(Si  $y=50$ ,  $x_{50}=13,9$  mm).

Colorante granulado A-10:  $y=17,469x-208,20$

10 (Si  $y=50$ ,  $x_{50}=14,7$  mm).

Nigrosine Base SAP:  $y=12,309x-482,53$

(Si  $y=50$ ,  $x_{50}=43,3$  mm).

15 Como se muestra anteriormente, las fluideces del colorante granulado A-1 y del colorante granulado A-10 eran relativamente próximas a la fluidez de la resina de poliamida 6, mientras que la fluidez de la Nigrosine Base SAP, que es una nigrosina en polvo, era muy inferior a las fluideces del colorante granulado A-1 y colorante granulado A-10. Comparando las fluideces del colorante granulado A-1, que está en la forma de un pelet cilíndrico, y del colorante granula A-10 que está en la forma de copos, el colorante granulado A-1 exhibía mejor fluidez.

Los Ejemplos A y B y los Ejemplos comparativos A y B se refieren a composiciones de resina de poliamida negra no reforzada.

20 Ejemplo A

1000 g de resina de poliamida 66 (ZYTEL 101L-NC10: nombre de un producto fabricado por DuPont) y 2,0 g de colorante granulado A-1 (Ejemplo 1) se colocaron en un tambor giratorio de acero inoxidable y se agitaron vigorosamente durante 20 minutos.

25 La mezcla obtenida se amasó en estado fundido a 300°C usando una máquina de extrusión del tipo vent (fabricada por Enpura Sangyo, nombre de producto:E30SV) y se trató por un método convencional para dar pelets coloreados, que se secaron a vacío a 120°C durante 6 horas. Después de secar, con los pelets se moldeó una placa de ensayo a de 280 a 300°C por un método ordinario usando una máquina de moldeo por inyección (producida por Kawaguchi Tekko, nombre de producto: KM50-C). Se obtuvo una placa de ensayo moldeada negra azulada con buena compatibilidad entre la resina y el colorante [48x86x3 (mm)].

30 Ejemplo B

1000 g de resina de poliamida 66 (ZYTEL 101L-NC10) y 6,7 g de mezcla maestra negra A-1 (Ejemplo 1) se colocaron en un tambor giratorio de acero inoxidable y se agitaron vigorosamente durante 20 minutos.

35 La mezcla obtenida se amasó en estado fundido a 300°C usando una máquina de extrusión del tipo vent (fabricada por Enpura Sangyo, nombre de producto:E30SV) y se trató por un método convencional para dar pelets coloreados, que se secaron a vacío a 120°C durante 6 horas. Después de secar, con los pelets se moldeó una placa de ensayo a de 280 a 300°C por un método ordinario usando una máquina de moldeo por inyección (producida por Kawaguchi Tekko, nombre de producto: KM50-C). Se obtuvo una placa de ensayo moldeada negra azulada con buena compatibilidad entre la resina y el colorante [48x86x3 (mm)].

Ejemplo comparativo A

40 1000 g de resina de poliamida 66 (ZYTEL 101L-NC10) y 2,0 g de Nigrosine Base SAP se colocaron en un tambor giratorio de acero inoxidable y se agitaron vigorosamente durante 20 minutos.

45 La mezcla obtenida se amasó en estado fundido a 300°C usando una máquina de extrusión del tipo vent (fabricada por Enpura Sangyo, nombre de producto:E30SV) y se trató por un método convencional para dar pelets coloreados, que se secaron a vacío a 120°C durante 6 horas. Después de secar, con los pelets se moldeó una placa de ensayo a de 280 a 300°C por un método ordinario usando una máquina de moldeo por inyección (producida por Kawaguchi Tekko, nombre de producto: KM50-C). Se obtuvo una placa de ensayo moldeada negra azulada con buena compatibilidad entre la resina y el colorante [48x86x3 (mm)].

Ejemplo comparativo B

## ES 2 369 556 T3

1000 g de resina de poliamida 66 (ZYTEL 101L-NC10) y 6,7 g mezcla maestra negra B-2 (Ejemplo comparativo 3) se colocaron en un tambor giratorio de acero inoxidable y se agitaron vigorosamente durante 20 minutos.

5 La mezcla obtenida se amasó en estado fundido a 300°C usando una máquina de extrusión del tipo vent (fabricada por Enpura Sangyo, nombre de producto:E30SV) y se trató por un método convencional para dar pelets coloreados, que se secaron a vacío a 120°C durante 6 horas. Después de secar, con los pelets se moldeó una placa de ensayo a de 280 a 300°C por un método ordinario usando una máquina de moldeo por inyección (producida por Kawaguchi Tekko, nombre de producto: KM50-C). Se obtuvo una placa de ensayo moldeada negra azulada con buena compatibilidad entre la resina y el colorante [48x86x3 (mm)].

10 Los Ejemplos C y D y los Ejemplos comparativos C y D se refieren a composiciones de resina de poliamida negra reforzada con fibra de vidrio.

### Ejemplo C

500 g de resina de poliamida 66 reforzada con fibra de vidrio (ZYTEL [marca registrada] 70G-33L: nombre de un producto fabricado por DuPont) y 1,0 g de colorante granulado A-1 (Ejemplo 1) se colocaron en un tambor giratorio de acero inoxidable y se agitaron vigorosamente durante 1 hora.

15 La mezcla obtenida se amasó en estado fundido a 300°C usando una máquina de extrusión del tipo vent (fabricada por Enpura Sangyo, nombre de producto:E30SV) y se trató por un método convencional para dar pelets coloreados, que se secaron a vacío a 120°C durante 6 horas. Después de secar, con los pelets se moldeó una placa de ensayo a de 280 a 300°C por un método ordinario usando una máquina de moldeo por inyección (producida por Kawaguchi Tekko, nombre de producto: KM50-C). Se obtuvo una placa de ensayo moldeada negra azulada con buena compatibilidad entre la resina y el colorante [48x86x3 (mm)]. Se realizó el mismo tratamiento pero el molde se reemplazó por un molde para piezas de ensayo de impacto Izod, para obtener una pieza de ensayo de impacto Izod.

### Ejemplo D

25 500 g de resina de poliamida 66 reforzada con fibra de vidrio (fabricad por DuPont, nombre del producto: ZYTEL 70G-33L) y 3,34 g de mezcla maestra negra A-1 (Ejemplo 1) se colocaron en un tambor giratorio de acero inoxidable y se agitaron vigorosamente durante 1 hora.

30 La mezcla obtenida se amasó en estado fundido a 300°C usando una máquina de extrusión del tipo vent (fabricada por Enpura Sangyo, nombre de producto:E30SV) y se trató por un método convencional para dar pelets coloreados, que se secaron a vacío a 120°C durante 6 horas. Después de secar, con los pelets se moldeó una placa de ensayo a de 280 a 300°C por un método ordinario usando una máquina de moldeo por inyección (producida por Kawaguchi Tekko, nombre de producto: KM50-C). Se obtuvo una placa de ensayo moldeada negra azulada con buena compatibilidad entre la resina y el colorante [48x86x3 (mm)]. Se realizó el mismo tratamiento pero el molde se reemplazó por un molde para piezas de ensayo de impacto Izod, para obtener una pieza de ensayo de impacto Izod.

### Ejemplo comparativo C

35 500 g de resina de poliamida 66 reforzada con fibra de vidrio (ZYTEL 70G-33L) y 1,0 g de Nigrosine Base SAP se colocaron en un tambor giratorio de acero inoxidable y se agitaron vigorosamente durante 1 hora.

40 La mezcla obtenida se amasó en estado fundido a 300°C usando una máquina de extrusión del tipo vent (fabricada por Enpura Sangyo, nombre de producto:E30SV) y se trató por un método convencional para dar pelets coloreados, que se secaron a vacío a 120°C durante 6 horas. Después de secar, con los pelets se moldeó una placa de ensayo a de 280 a 300°C por un método ordinario usando una máquina de moldeo por inyección (producida por Kawaguchi Tekko, nombre de producto: KM50-C). Se obtuvo una placa de ensayo moldeada negra azulada con buena compatibilidad entre la resina y el colorante [48x86x3 (mm)]. Se realizó el mismo tratamiento pero el molde se reemplazó por un molde para piezas de ensayo de impacto Izod, para obtener una pieza de ensayo de impacto Izod.

### Ejemplo comparativo D

45 500 g de resina de poliamida 66 reforzado con fibra de vidrio (ZYTEL 70G-33L) y 3,34 g mezcla maestra negra B-1 (Ejemplo comparativo 1) se colocaron en un tambor giratorio de acero inoxidable y se agitaron vigorosamente durante 1 hora.

50 La mezcla obtenida se amasó en estado fundido a 300°C usando una máquina de extrusión del tipo vent (fabricada por Enpura Sangyo, nombre de producto:E30SV) y se trató por un método convencional para dar pelets coloreados, que se secaron a vacío a 120°C durante 6 horas. Después de secar, con los pelets se moldeó una placa de ensayo a de 280 a 300°C por un método ordinario usando una máquina de moldeo por inyección (producida por Kawaguchi Tekko, nombre de producto: KM50-C). Se obtuvo una placa de ensayo moldeada negra azulada con buena compatibilidad entre la resina y el colorante [48x86x3 (mm)]. Se realizó el mismo tratamiento pero el molde se reemplazó por un molde para piezas de ensayo de impacto Izod, para obtener una pieza de ensayo de impacto Izod.

Para las placas negras moldeadas obtenidas en los Ejemplos C y D y Ejemplos comparativos C y D, se midió el brillo de la superficie usando un medidor de brillo. Los resultados se muestran en la Tabla 3. Los valores más altos indican mayor brillo.

Tabla 3

	20°	60°	85°
Ejemplo C	57,9	85,7	99,2
Ejemplo D	56,3	86,5	99,7
Ejemplo comparativo C	54,2	85,0	97,5
Ejemplo comparativo D	53,8	84,2	97,3

5 Las placas negras moldeadas obtenidas en los Ejemplos C y D mostraban mejor brillo superficial en todos los ángulos de incidencia que las placas negras moldeadas obtenidas en los Ejemplos comparativos C y D.

10 Para las piezas de ensayo de impacto Izod obtenidas en los Ejemplos C y D y Ejemplos comparativos C y D, se midieron los valores de impacto Izod. Los resultados se muestran en la Tabla 4. NATURAL en la Tabla 4 indica una pieza de ensayo de impacto Izod obtenida moldeando resina de poliamida 66 reforzada con fibra de vidrio (ZYTEL 70G-33L) de la misma manera que el Ejemplo C.

Tabla 4

	Ave	Max	Min	CV
NATURAL	8,52	8,84	8,29	0,22
Ejemplo C	5,78	6,57	4,67	0,75
Ejemplo D	6,69	7,33	6,15	0,43
Ejemplo comparativo C	5,27	6,20	4,23	0,77
Ejemplo comparativo D	5,00	6,01	2,89	1,34

Ave: valor medio; Max: valor máximo; Min: valor mínimo; CV: desviación estándar.

15 Los resultados obtenidos mostraron que las piezas de ensayo de impacto Izod obtenidas en los Ejemplos C y D tenían valores de impacto Izod alrededor de 20% mejores que los de las piezas de ensayo de impacto Izod obtenidas en los Ejemplos comparativos C y D.

**REIVINDICACIONES**

1. Colorante granulado, obtenible por el método de granulación húmeda, en el que se procesa y seca una mezcla de colorante de nigrosina en polvo y agua para dar partículas granuladas que tienen
- 5 - una densidad aparente de 0,4 a 0,7 g/ml, y
- una dureza de 1 a 20 N.
2. El colorante granulado según la reivindicación 1, en el que dicho colorante de nigrosina en polvo tiene un diámetro medio de partícula de 5 a 20 µm.
- 10 3. El colorante granulado según la reivindicación 1, en el que dicho colorante de nigrosina en polvo tiene una superficie específica de 1,5 a 5,5 m<sup>2</sup>/g
4. El colorante granulado según la reivindicación 1, en el que dicho colorante de nigrosina comprende un contenido de Fe de no más de 1% en peso.
- 15 5. El colorante granulado según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que una mezcla de 100 partes en peso de dicho colorante de nigrosina y de 20 a 55 partes en peso de agua se procesa y seca para formar dichas partículas granuladas.
6. El colorante granulado según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que dicha mezcla de colorante de nigrosina en polvo y agua se procesa y se forma y seca en partículas granuladas formando pelets cilíndricos que tienen un diámetro de 2 a 4 mm.
- 20 7. Un método para producir un colorante granulado según el método de granulación húmeda, y que comprende las etapas de:
- mezclar un colorante de nigrosina en polvo y agua, para obtener una mezcla húmeda;
- granular y formar con dicha mezcla húmeda por medio de una máquina de granulación por extrusión partículas granuladas cilíndricas; y
- secar dichas partículas granuladas cilíndricas para proporcionar partículas granuladas que tienen
- 25 -- una densidad aparente de 0,4 a 0,7 g/ml; y
- una dureza de 1 a 20 N.
8. El método para producir un colorante granulado según la reivindicación 7, en el que 100 partes en peso de dicho colorante de nigrosina se mezclan con 20 a 55 partes en peso de agua por medio de un mezclador mecánico rotatorio para proporcionar dicha mezcla húmeda.
- 30 9. El método para producir un colorante granulado según la reivindicación 7, en el que la presión y/o la velocidad de rotación de dicha máquina de granulación por extrusión se ajusta de tal manera que proporciona partículas granuladas cilíndricas que comprenden después de dicha etapa de secado una dureza de 1 a 20 N.
- 35 10. Una mezcla maestra de alta concentración obtenida mezclando por lo menos el colorante granulado según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 con una resina termoplástica, en la que 100 partes en peso de dicha resina termoplástica se mezclan con tal cantidad de dicho colorante granulado que contiene de 25 a 100 partes en peso de dicho colorante de nigrosina.
11. Un método para producir una mezcla maestra de alta concentración, que comprende una resina termoplástica y por lo menos un tipo de colorante granulado, en el que dicho colorante granulado se produce según el método de granulación húmeda que comprende las etapas de
- 40 - mezclar un colorante de nigrosina en polvo y agua, para obtener una mezcla húmeda;
- granular y formar con dicha mezcla húmeda por medio de una máquina de granulación por extrusión partículas granuladas cilíndricas; y
- secar dichas partículas granuladas cilíndricas para proporcionar partículas granuladas que tienen
- una densidad aparente de 0,4 a 0,7 g/ml; y
- 45 -- una dureza de 1 a 20 N. y
- mezclar 100 partes en peso de dicha resina termoplástica con tal cantidad del colorante granulado producido de este



modo que contiene de 25 a 100 partes en peso de dicho colorante de nigrosina.

5 12. Una composición coloreada obtenida mezclando por lo menos el colorante granulado según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 o la mezcla maestra de alta concentración según la reivindicación 10 con una resina termoplástica o con un elastómero termoplástico, en la que 100 partes en peso de dicha resina termoplástica o dicho elastómero termoplástico se mezclan con tal cantidad de dicho colorante granulado o dicha mezcla maestra de alta concentración que contiene de 0,01 a 10 partes en peso de dicho colorante de nigrosina.

10 13. La composición coloreada según la reivindicación 12, en la que dicha resina termoplástica es una o dos o más resinas sintéticas seleccionadas del grupo que consiste en resinas de poliamida, resinas de poli(tereftalato de etileno), resinas de poli(tereftalato de butileno), y resinas de poli(sulfuro de etileno).

FIG. 1

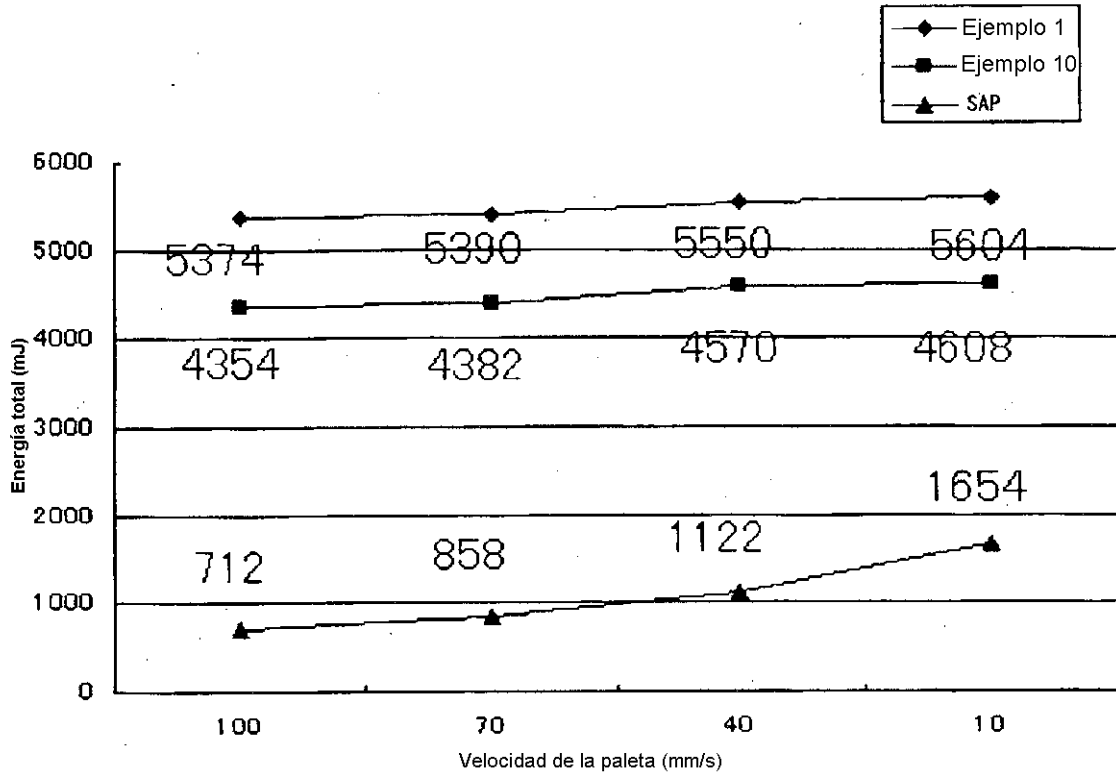


FIG. 2

