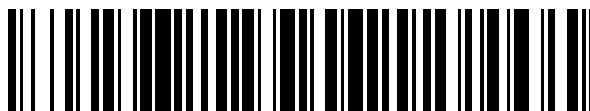


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 394 496**

51 Int. Cl.:

**C09B 67/22** (2006.01)

**C09D 11/00** (2006.01)

**G03G 9/08** (2006.01)

**G03F 7/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.12.2004 E 04803621 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la solicitud europea: **30.08.2006 EP 1694777**

54 Título: **Uso de un preparado de pigmentos a base de pigmento amarillo C.I. 74**

30 Prioridad:

**12.12.2003 DE 10358211**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**01.02.2013**

73 Titular/es:

**CLARIANT PRODUKTE (DEUTSCHLAND) GMBH  
(100.0%)  
BRÜNINGSTRASSE 50  
65929 FRANKFURT AM MAIN, DE**

72 Inventor/es:

**GRIMM, FELIX, W.;  
SCHÜLLER, JÖRG;  
WEBER, JOACHIM y  
ROHR, ULRIKE**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

**ES 2 394 496 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**

Uso de un preparado de pigmentos a base de pigmento amarillo C.I. 74

5 La presente invención se refiere a nuevos usos de preparados de pigmentos monoazo a base de pigmento amarillo C.I. 74.

10 El documento US-3 759 733 da a conocer preparados de pigmentos a base del producto de acoplamiento de una anilina diazotada con una acetoacetilarilamida y de un colorante soluble en agua. Se describe el empleo de estos preparados de pigmentos en tintas de huecograbado de ilustración con contenido en disolventes (pinturas decorativas), pero no en otros sistemas tales como, por ejemplo, tintas de imprenta acuosas.

15 El documento JP-45-11026 da a conocer asimismo preparados de pigmentos a base del producto de acoplamiento de una anilina diazotada con una acetoacetilarilamida y de un colorante soluble en agua. El empleo de los preparados de pigmentos no está limitado a sistemas no acuosos.

20 El documento JP 10-158 555 da a conocer mezclas de pigmentos a base de pigmentos monoazo-acetoacetilarilamida amarillos sustituidos de manera diferente para su empleo en tintas para impresoras de chorro de tinta.

El documento GB 2 364 322 A describe una combinación de P.Y. 74 con colorantes acetoacetanilida-monoazo portadores de grupos ácido sulfónico para su empleo en tintas para impresoras de chorro de tinta.

25 El documento EP-A-1 316 588 describe una composición de tinta de imprenta a base de una mezcla de pigmentos de P.Y. 74 y un componente de acoplamiento que se desvía del anterior.

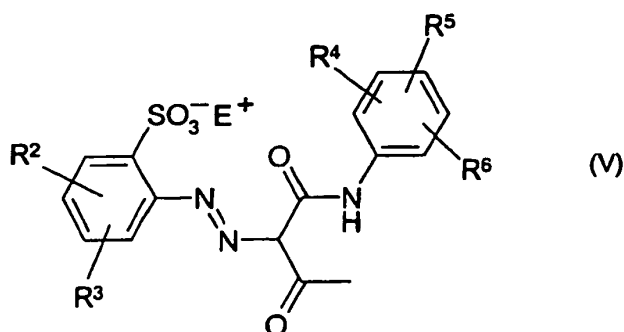
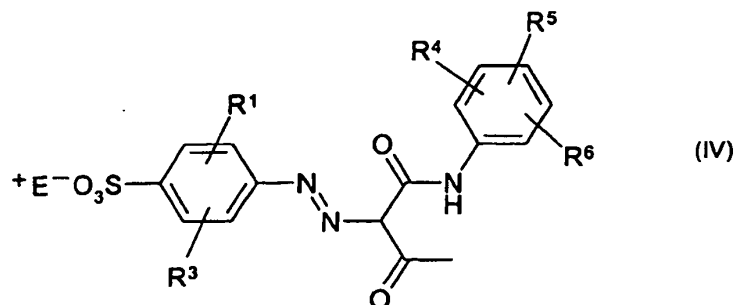
El documento WO-A-02/064680 da a conocer preparados de pigmentos a base de un pigmento orgánico y de un dispersador de pigmentos de carácter ácido.

30 En el caso de utilizar preparados de pigmentos para la tinción de materiales orgánicos de elevado peso molecular se establecen elevados requisitos a las propiedades técnicas de aplicación de los pigmentos tales como elevadas intensidades de color, elevada policromía (croma) y una buena solidez a la luz y a la intemperie. En el caso del empleo en sistemas de impresión se requiere una elevada transparencia de las impresiones y una baja viscosidad de los concentrados de las tintas de imprenta altamente pigmentados durante la dispersión. Requisitos similares se establecen en el caso de empleo en tóneres electrofotográficos, en tintas para impresoras de chorro de tinta, filtros de color o tintas electrónicas. En este caso, se agregan, además, requisitos especiales tales como, por ejemplo, propiedades triboeléctricas adecuadas.

40 Los preparados de pigmentos monoazo conocidos a base de pigmento amarillo C.I. 74 no cumplen todos los requisitos de hoy en día. Por lo tanto, existía una necesidad de mejora y la misión de encontrar preparados de pigmentos que, al ser utilizados en las aplicaciones arriba mencionadas, presenten propiedades superiores a los preparados hasta ahora conocidos.

45 Se encontró que la misión se resuelve, de manera sorprendente, mediante el uso del preparado de pigmentos definido en lo que sigue.

50 Objeto de la invención es el uso de preparados de pigmentos que contienen pigmento amarillo C.I. 74 como pigmento base y uno o varios dispersadores de pigmentos para la pigmentación de tóneres y reveladores electrofotográficos, tintas, sistemas de agentes aglutinantes acuosos y filtros de color, caracterizado porque los dispersadores de pigmentos se seleccionan del grupo pigmento amarillo C.I. 61, 61:1, 62, 62:1, 168, 169 y 191:1, o son una combinación de compuestos de las fórmulas (IV) y (V)



en donde

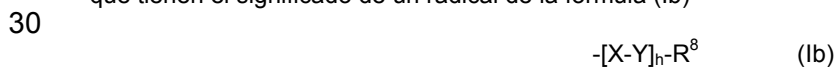
- 5  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^5$  y  $R^6$ , independientemente uno de otro, significan hidrógeno, halógeno, alquilo  $C_1$ - $C_4$ , alcoxi  $C_1$ - $C_4$ , nitro, trifluorometilo, ciano, fenilo, un grupo  $SO_3^-E^+$  o un grupo  $COO^-E^+$ , con la condición de que estén presentes al menos uno y a lo sumo dos grupos iónicos del tipo  $SO_3^-E^+$  o  $COO^-E^+$ , y que en el caso de dos grupos iónicos, uno de los grupos se asiente en el radical del acoplador y el otro en el radical de la base del compuesto de la fórmula (I);
- 10  $E^+$  designa  $H^+$ , el equivalente  $M^{m+}/m$  de un catión metálico  $M^+$ , preferiblemente del 1<sup>er</sup> al 5<sup>o</sup> grupo principal o del 1<sup>er</sup> o 2<sup>o</sup> o del 4<sup>o</sup> a 8<sup>o</sup> grupo secundario del Sistema Periódico de los Elementos Químicos, siendo m uno de los números 1, 2 ó 3, tal como, por ejemplo,  $Li^{1+}$ ,  $Na^{1+}$ ,  $K^{1+}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Sr^{2+}$ ,  $Ba^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Fe^{2+}$ ,  $Al^{3+}$ ,  $Cr^{3+}$  o  $Fe^{3+}$ ;
- un ion fosfonio; o un ion amonio no sustituido o sustituido.

- 15 Preferiblemente,  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^5$  y  $R^6$  significan hidrógeno, cloro, metilo, trifluorometilo o metoxi y, preferiblemente, el dispersador de pigmentos porta un grupo iónico  $SO_3^-E^+$ .

En calidad de ion amonio sustituido entra en consideración, por ejemplo, un ion de la fórmula



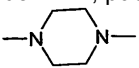
- en donde  $R^9$ ,  $R^{10}$ ,  $R^{11}$  y  $R^{12}$  son iguales o diferentes y tienen el significado de hidrógeno, hidroxilo, amino, fenilo, alquilen- $(C_1-C_4)$ -fenilo, cicloalquilo  $C_5-C_{30}$ , alqueno  $C_2-C_{30}$ , o alquilo  $C_1-C_{30}$  ramificado o no ramificado, en donde el anillo de fenilo, el grupo alquilen  $(C_1-C_4)$ -fenilo, el grupo cicloalquilo  $C_5-C_{30}$ , el grupo alqueno  $C_2-C_{30}$  y el grupo alquilo  $C_1-C_{30}$ , pueden estar sustituidos con uno o varios, p. ej. 1, 2, 3 ó 4 sustituyentes del grupo Cl, Br, CN,  $NH_2$ , OH,  $C_6H_5$ ,  $C_6H_5$  sustituido con 1, 2 ó 3 radicales alcoxi  $C_1-C_{20}$ , carbamoilo, carboxi, acilo  $C_2-C_4$ , alquilo  $C_1-C_8$ ,  $NR^7R^8$ , en donde  $R^7$  y  $R^8$  tienen el significado mencionado en lo que sigue, y alcoxi  $C_1-C_4$ , p. ej. metoxi o etoxi, o el grupo alquilo y el grupo alqueno pueden estar perfluorados o parcialmente fluorados; que tienen el significado de un radical de la fórmula (Ib)



en donde

- 35 h es un número de 0 a 100, preferiblemente de 0 a 20, de manera particularmente preferida 0, 1, 2, 3, 4 ó 5;
- X es un radical alqueno  $C_2-C_6$ , un radical cicloalqueno  $C_5-C_7$  o una combinación de estos radicales, en donde estos radicales pueden estar sustituidos con 1 a 4 radicales alquilo  $C_1-C_4$ , radicales hidroxilo, radicales alcoxi  $C_1-C_4$ , radicales hidroxialquilo  $(C_1-C_4)$  y/o con 1 a 2 de otros radicales cicloalquilo  $C_5-C_7$ , o

en donde X, cuando  $h > 1$ , puede ser también una combinación de los significados mencionados;

Y es un grupo -O-,  o un grupo -NR<sup>7</sup>,

en donde Y, cuando  $h > 1$ , puede ser también una combinación de los significados mencionados;

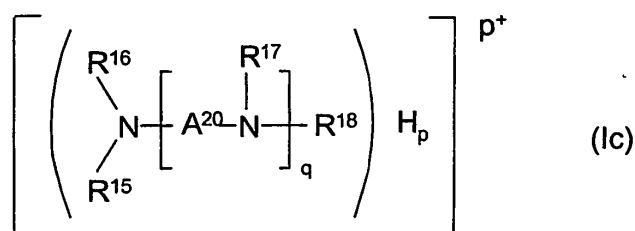
5 R<sup>7</sup> y R<sup>8</sup>, independientemente uno de otro, representan un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>, sustituido o no sustituido, o parcialmente fluorado o perfluorado, ramificado o no ramificado, un grupo cicloalquilo C<sub>5</sub>-C<sub>8</sub>, sustituido o no sustituido o un grupo alquenilo C<sub>2</sub>-C<sub>20</sub>, sustituido o no sustituido, o parcialmente fluorado o perfluorado, en donde los sustituyentes pueden ser hidroxilo, fenilo, ciano, cloro, bromo, amino, acilo C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub> o alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> y preferiblemente puede ser un número de 1 a 4, o

10 R<sup>7</sup> y R<sup>8</sup>, junto con el átomo de N del grupo NR<sup>7</sup> forman un anillo de 5 a 7 miembros heterocíclico, saturado, insaturado o aromático, el cual contiene en el anillo eventualmente 1 ó 2 de otros átomos de nitrógeno, oxígeno o azufre o grupos carbonilo, eventualmente está sustituido con 1, 2 ó 3 radicales del grupo OH, NH<sub>2</sub>, fenilo, CN, Cl, Br, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, acilo C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub> y carbamoilo y que eventualmente porta 1 ó 2 anillos condensados con benzo, saturados, insaturados o aromáticos, carbocíclicos o heterocíclicos;

15 o en donde R<sup>9</sup> y R<sup>10</sup>, junto con el átomo de N del ion amonio, pueden formar un sistema de anillos de cinco a siete miembros, saturado o insaturado, que eventualmente contiene además otros heteroátomos del grupo O, S y N o grupos carbonilo y que eventualmente porta 1 ó 2 anillos condensados saturados, insaturados o aromáticos, carbocíclicos o heterocíclicos, en donde el sistema de anillos y los anillos eventualmente condensados pueden estar sustituidos con 1, 2 ó 3 radicales del grupo OH, NH<sub>2</sub>, fenilo, CN, Cl, Br, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, acilo C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub> y carbamoilo, por ejemplo del tipo pirrolidona, imidazolidina, hexametenimina, piperidina, piperazina o morfolino;

25 o en donde R<sup>9</sup>, R<sup>10</sup> y R<sup>11</sup>, junto con el átomo de N del ion amonio, pueden formar un sistema de anillos de cinco a siete miembros aromático que eventualmente contiene además otros heteroátomos del grupo O, S y N o grupos carbonilo y que eventualmente porta 1 ó 2 anillos condensados saturados, insaturados o aromáticos, carbocíclicos o heterocíclicos, en donde el sistema de anillos y los anillos eventualmente condensados pueden estar sustituidos con 1, 2 ó 3 radicales del grupo OH, NH<sub>2</sub>, fenilo, CN, Cl, Br, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, acilo C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub> y carbamoilo, por ejemplo del tipo pirrol, imidazol, piridina, picolina, pirazina, quinolina o isoquinolina.

30 Como amonio sustituido entra además en consideración el equivalente 1/p de un ion amonio de la fórmula (Ic)



en donde

35 R<sup>15</sup>, R<sup>16</sup>, R<sup>17</sup> y R<sup>18</sup>, independientemente uno de otro, significan hidrógeno, o un grupo (poli)alquilenoxi de la fórmula (Id);



40 en la que j es el número 2 ó 3, k es un número de 1 a 100, el radical R<sup>80</sup> significa hidrógeno, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> o, en la medida en que  $k > 1$ , significa una combinación de los mismos, y el radical R<sup>81</sup> significa hidrógeno, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, o el grupo -(CH(R<sup>82</sup>))<sub>i</sub>NH<sub>2</sub>, i significa el número 2 ó 3 y el radical R<sup>82</sup> significa hidrógeno, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> o una combinación de los mismos;

q es un número de 1 a 10, preferiblemente 1, 2, 3, 4 ó 5;

p es un número de 1 a 5, siendo  $p \leq q + 1$ ;

45 A<sup>20</sup> significa un radical alquilenoxi C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> ramificado o no ramificado; o

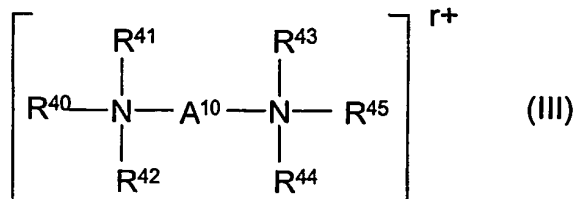
en donde A<sup>20</sup>, cuando  $q > 1$ , puede ser también una combinación de radicales alquilenoxi C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> ramificados o no ramificados.

50 Como ion amonio sustituido entra en consideración, además, un ion amonio que se deriva de un compuesto de poliaminoamido o de poliamino, el cual tiene una proporción de grupos poliamino reactivos tal, que el índice de amina oscila entre 100 y 800 mg de KOH por g del compuesto de poliaminoamido o poliamino tal como se da a

conocer, por ejemplo, en el documento DE-A-27 39 775.

5 Como ion amonio sustituido entra además en consideración un catión de una sal de amonio polímera con un peso molecular medio de 500 a 2.500.000 que es soluble en agua o en alcohol C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> tal como se divulga, por ejemplo, en el documento DE-A-4 214 868.

Como ion amonio sustituido entra además en consideración el equivalente 1/r de un ion amonio, derivado de una diamina, de la fórmula (III)



10 tal como se da a conocer, por ejemplo, en el documento WO 01/14479, y en donde R<sup>40</sup> significa alquilo C<sub>6</sub>-C<sub>30</sub>, preferiblemente alquilo C<sub>8</sub>-C<sub>20</sub> lineal, o alqueno C<sub>6</sub>-C<sub>30</sub>, preferiblemente lineal, R<sup>41</sup> significa una valencia libre, hidrógeno, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>30</sub>, alqueno C<sub>2</sub>-C<sub>30</sub>, cicloalquilo C<sub>3</sub>-C<sub>30</sub>, arilo C<sub>6</sub>-C<sub>14</sub> o aralquilo C<sub>7</sub>-C<sub>38</sub>,

15 R<sup>42</sup>, R<sup>43</sup> y R<sup>45</sup> son iguales o diferentes y significan alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, preferiblemente metilo, cicloalquilo C<sub>3</sub>-C<sub>30</sub>, arilo C<sub>6</sub>-C<sub>14</sub> o aralquilo C<sub>7</sub>-C<sub>38</sub>, R<sup>44</sup> significa una valencia libre, hidrógeno, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, preferiblemente metilo, cicloalquilo C<sub>3</sub>-C<sub>30</sub>, arilo C<sub>6</sub>-C<sub>14</sub> o aralquilo C<sub>7</sub>-C<sub>38</sub>,

20 con la condición de que R<sup>41</sup> y R<sup>44</sup> no signifiquen al mismo tiempo una valencia libre, r significa el número 2, o para el caso de que R<sup>41</sup> o R<sup>44</sup> signifique una valencia libre, significa el número 1.

A<sup>10</sup> significa alqueno C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub> o alqueno C<sub>2</sub>-C<sub>14</sub>, preferiblemente contiene 2, 3 ó 4 átomos de C, en particular 3; o R<sup>41</sup> y R<sup>43</sup>, junto con los dos átomos de nitrógeno a los que están enlazados y con A<sup>10</sup> forman un anillo, preferiblemente piperazinilo;

25 y/o R<sup>44</sup> y R<sup>45</sup>, junto con el átomo de nitrógeno al que están enlazados, forman un anillo, preferiblemente piperidinilo, morfolinilo, piperazinilo o N-(alquil C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)piperazinilo.

30 Los radicales mencionados en la definición de R<sup>40</sup> a R<sup>45</sup> están preferiblemente no sustituidos o están sustituidos con sustituyentes del grupo OH, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, preferiblemente metilo, alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, CN y halógeno, particularmente cloro o bromo. Arilo significa preferiblemente fenilo, aralquilo significa preferiblemente bencilo o 2-feniletilo y cicloalquilo significa preferiblemente ciclopentilo o ciclohexilo.

35 Se prefieren aquellos iones de la fórmula (III), en la que R<sup>41</sup> y R<sup>44</sup> significan hidrógeno, R<sup>42</sup>, R<sup>43</sup> y R<sup>45</sup> significan metilo, de manera particularmente preferida aquellos iones de la fórmula (III), en la que R<sup>41</sup> a R<sup>45</sup> significan metilo. Además, se prefieren aquellos iones de la fórmula (III) que se derivan de aminas, de aceites y grasas naturales tales como aceite de coco, aceite de maíz, aceite de cereales, aceite de pescado o de ballena, en particular de grasa de sebo.

40 De particular interés son, además, dispersadores de pigmentos de las fórmulas (IV) y (V), en las E<sup>+</sup> tiene el significado de H<sup>+</sup>; en donde, en el caso del equivalente M<sup>m+</sup>/m, el catión de metal M<sup>m+</sup>, tiene el significado de Na<sup>+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, Sr<sup>2+</sup>, Ba<sup>2+</sup> o Al<sup>3+</sup>;

45 o en donde E<sup>+</sup> es una amina terciaria protonada que se obtuvo a partir de aceites y grasas tales como sebo, aceite de coco, aceite de maíz, aceite de cereales, aceite de pescado o de ballena; y, por ejemplo, es triisooctilamina, dimetil-amina grasa de sebo, dimetil-amina de soja, dimetil-octadecilamina o monometil-di(amina grasa de sebo) hidrogenada o un derivado alcoxilado de una amina grasa, por ejemplo sebo-alquildi(2-hidroxi-etil)-amina, polioxietileno(5)sebo amina, polioxietileno(8)oleilamina, N,N',N'-tris(2-hidroxi-etil)-N-sebo-1,3-diaminopropano, N,N',N'-polioxietileno(12)-N-sebo-1,3-diaminopropano;

50 o en donde E<sup>+</sup> es un ion amonio cuaternario que se deriva preferiblemente de las aminas obtenidas a partir de los aceites y grasas anteriores o aminas grasas alcoxiladas, por ejemplo mediante metalación o mediante reacción con cloruro de bencilo y, por ejemplo, estearilbencil- o coco-alquil-dimetil-bencilamonio o 2,4-diclorbencilamonio, hexadecil-, estearil-, dodecil- o cetiltrimetil-amonio, grasa de sebo-alquil-, dicoco-alquil- o

diestearildimetil-amonio di-hidratada, oleil- o coco-di(2-hidroxietyl)-metilamonio, polioxietil(15)sebo-metilamonio hidratado, N,N,N',N',N'-pentametil-N-sebo-1,3-propanodiamonio, N-estearildietiltri(amina) permetilada, N-estearildietil(amina) permetilada, N-(3-dodeciloxi-2-hidroxi(amina)propil)octadecildimetil-amonio, metil-tri(2-octil)amonio, N,N-di-(beta-estearoiletil)-N,N-dimetilamonio, laurilpiridinio, 2-hidroxi-[5-cloro-, 5-isooctil-, 5-t-butyl- o n-nonil-]1,3-xililen-bispiridinio, 2-metoxi-5-isooctil-1,3-xililen-bispiridinio, 2-hidroxi-5-isooctil-1,3-xililen-bisquinolinio, 2-hidroxi-5-isooctil-1,3-xililen-bis(amina)quinolinio o beheniltrimetilamonio;

o en donde E<sup>+</sup> es un ion fosfonio tal como hexadeciltributylfosfonio, etiltri(amina)fosfonio o tetrabutylfosfonio; en donde los aniones originales de los compuestos de amonio cuaternario o compuestos de fosfonio empleados pueden ser, por ejemplo, haluro, sulfato, alcoxisulfato, alcoxifosfato.

De particular interés son, además, dispersadores de pigmentos de las fórmulas (IV) y (V), en los que la amina en los que se fundamenta el ion amonio N<sup>+</sup>R<sup>9</sup>R<sup>10</sup>R<sup>11</sup>R<sup>12</sup> es una amina primaria o secundaria, en particular mezclas de aminas primarias y secundarias con radicales hidrocarbonados, eventualmente mezclados, de aceites y grasas que se presentan de forma natural tales como sebo, aceite de coco, aceite de maíz, aceite de cereales, aceite de pescado o de ballena o resina de madera; se han de mencionar, en concreto, por ejemplo, amoníaco, metilamina, trietilamina, butilaminas, dibutilaminas, tributilamina, hexilamina, dodecilamina, estearilamina, dietilamina, di-n-butilamina, etilendiamina, anilina, N-metil(anilina), bencilamina, feniletilamina, ciclohexilaminoetilamina, 2-ciclohexilaminopropilamina, 3-estearilaminopropilamina, 2-dimetilaminoetilamina, 2-dietilaminoetilamina, 2-dipropilaminoetilamina, 2-dibutilaminoetilamina, 3-dimetilaminopropilamina, 3-dietilaminopropilamina, 3-ciclohexilamino-propilamina, N-metilpiperazina, N-aminopropil(morfolina), N-aminoetilpiperidina, N-aminoetilpirrolidina, N-aminopropil(picolina), 4-dietilamino-1-metilbutilamina-(1), amina grasa de laurilo, de coco o de sebo, propilendiamina grasa de laurilo, oleilo o sebo, dipropil(amina)triamina grasa de sebo, tripropil(amina)tetramina grasa de sebo, 1,1,3,3-tetrametilbutilamina, aminas primarias con grupos alquilo C<sub>16</sub>-C<sub>22</sub> terciarios, N,N-bis-aminopropil-amina grasa de sebo, 2-etilhexoxipropilamina o dehidroabietilamina.

En particular, en calidad de dispersadores de pigmentos se emplean aquellos del grupo pigmento amarillo C.I. 61, 61:1, 62, 62:1, 168, 169 y 191:1.

Los dispersadores de pigmentos pueden presentarse en las correspondientes formas tautómeras, por lo tanto las fórmulas (IV) y (V) comprenden también las formas tautómeras.

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

a) 50 a 99,9% en peso, preferiblemente 60 a 99,5% en peso, de manera particularmente preferida 65 a 99% en peso de pigmento amarillo 74,

b) 0,1 a 25% en peso, preferiblemente 0,5 a 15% en peso, de manera particularmente preferida 1 a 10% en peso de 1, 2, 3, 4, 5 ó 6, preferiblemente 1, 2, 3 ó 4, en particular 1 ó 2 dispersadores de pigmentos,

c) 0 a 25% en peso, preferiblemente 0 a 15% en peso de coadyuvantes, refiriéndose las proporciones de los respectivos componentes al peso total del preparado (100% en peso).

En calidad de coadyuvantes entran por ejemplo en consideración tensioactivos, agentes dispersantes no pigmentarios y pigmentarios, cargas, agentes de fijación, resinas, ceras, antiespumantes, agentes contra la formación de polvo, extendedores, antiestáticos, colorantes para el matizado, agentes conservantes, agentes retardadores del secado, aditivos para controlar la reología, agentes humectantes, antioxidantes, absorbedores UV, estabilizadores de la luz o una combinación de los mismos. Componentes para el matizado se emplean de manera habitual en cantidades de hasta 10% en peso, y los coadyuvantes en cantidades de hasta 40% en peso, en cada caso referidas a la cantidad total del pigmento amarillo C.I. 74, empleado de acuerdo con la invención. Sin embargo, también pueden presentarse cantidades mayores en casos excepcionales.

El preparado de pigmentos de acuerdo con la invención puede producirse según distintos procedimientos, por ejemplo poniendo en contacto entre sí el pigmento base y el dispersador de pigmentos después de síntesis separada, o sintetizando conjuntamente el dispersador de pigmentos y el pigmento base.

Los dispersadores de pigmentos y pigmento amarillo C.I. 74 son compuestos conocidos que se pueden preparar mediante acoplamiento azo según procedimientos conocidos por el experto en la materia, en los que se diazota una amina correspondiente y se acopla con la correspondiente acetoacetanilida en calidad de acoplador. En el caso del dispersador de pigmentos, habitualmente se prepara el ácido libre o bien una sal ligeramente soluble del dispersador de pigmentos mediante acoplamiento azo y, eventualmente, a continuación se barniza para formar una sal más difícilmente soluble. Dado que el barnizado no debe transcurrir de forma completa, en el preparado de pigmentos pueden estar contenidos distintos dispersadores de pigmentos.

La adición del dispersador de pigmentos al pigmento base puede tener lugar en un punto arbitrario en el procedimiento de preparación del pigmento base y en diferentes formas, por ejemplo el dispersador de pigmentos puede añadirse a la suspensión del pigmento base en forma de suspensión o en forma de torta de prensado húmeda y acuosa, las tortas de prensado húmedas y acuosas del pigmento base y del dispersador de pigmentos pueden mezclarse en aparatos correspondientes, o se mezclan entre sí en seco, por ejemplo en forma de granulados o polvos. Antes del aislamiento del pigmento base puede ocurrir una adición del dispersador de pigmentos, por ejemplo también antes o después de un tratamiento térmico de la suspensión del pigmento base.

En el caso de la síntesis común, los acoplamientos azo pueden suceder, en principio, de forma discontinua directa o indirectamente, es decir, mediante la adición de la sal de diazonio al acoplador o, a la inversa, también puede elegirse un modo de proceder continuo mediante el empleo de una tobera mezcladora, de un microrreactor o de un microrreactor de chorro y alimentación simultánea y continua de la sal de diazonio y del componente de acoplamiento. Tanto la sal de diazonio como el componente de acoplamiento pueden emplearse disueltos o en forma de suspensión, siendo también posible el empleo del componente de acoplamiento en forma sólida en el caso de un acoplamiento indirecto.

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

También puede prepararse primeramente un componente (pigmento base o dispersador de pigmentos) y llevar a cabo el acoplamiento azo del segundo componente en presencia de la suspensión del primer componente.

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

También son posibles preparados de pigmentos con varios, por ejemplo con hasta 6, preferiblemente hasta 4 dispersadores de pigmentos.

Una transformación del dispersador de pigmentos de una forma ligeramente soluble, por ejemplo de la sal de sodio, en una forma más difícilmente soluble, por ejemplo de la sal de calcio o de una sal de amina, sucede habitualmente mediante la adición de los correspondientes compuestos nitrogenados o sales inorgánicas después de la preparación de la forma ligeramente soluble del dispersador de pigmentos mediante acoplamiento azo.

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

También pueden pasar a emplearse acoplamientos en un medio acuoso-orgánico o puramente orgánico para la preparación de los productos de acoplamiento.

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

Para conseguir las propiedades técnicas de aplicación deseadas, en particular las propiedades colorísticas, puede ser necesario un tratamiento térmico de la suspensión de acoplamiento del pigmento base antes del aislamiento final, tratamiento que puede llevarse a cabo en presencia o ausencia del dispersador de pigmentos. Para ello, también la torta de prensado aislada y húmeda del pre-pigmento puede ser dispersada de nuevo en un medio líquido. Como medios líquidos entran en consideración, junto al caldo de acoplamiento y agua, también disolventes orgánicos o una mezcla a base de agua y disolventes orgánicos, en donde el agua y el disolvente orgánico no deben ser miscibles entre sí ni a la temperatura ambiente ni a otra temperatura con el fin de generar una modificación de los cristales y/o forma de los cristales y/o una distribución del tamaño de granos específicas para la aplicación. En el caso del tratamiento térmico, pueden aparecer temperaturas de, por ejemplo, 50 a 200°C. Como disolvente orgánico entran en consideración: alcoholes con 1 a 10 átomos de C, glicoles, poliglicoles, éteres, glicoléteres, polietilenglicolmonometiléter, polietilenglicoldimetiléter, cetonas, amidas de ácido alifáticas, derivados de urea, amidas de ácido carboxílico cíclicas, nitrilos, aminas alifáticas o aromáticas, hidrocarburos alifáticos eventualmente halogenados, hidrocarburos aromáticos eventualmente sustituidos con alquilo, alcoxi, nitro, ciano o halógeno, heterociclos aromáticos, sulfonas y sulfóxidos, así como mezclas de estos disolventes orgánicos. Disolventes preferidos son alcoholes C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, en particular metanol, etanol, n- e iso-propanol, isobutanol, n- y terc-butanol y alcohol terc-amílico; cetonas C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub>, en particular acetona, metiletilcetona o dietilcetona; tetrahydrofurano, dioxano, etilenglicol, dietilenglicol o etilenglicol-alquil C<sub>3</sub>-C<sub>5</sub>-éter, en particular 2-metoxietanol, 2-etoxietanol,

butilglicol, tolueno, xileno, etilbenceno, clorobenceno, o-diclorobenceno, N,N-dimetilacetamida, N-metilpirrolidona, dimetilsulfóxido o sulfolano.

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

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

15 En calidad de sustancias aniónicas activas entran en consideración, por ejemplo, tauridas de ácidos grasos, N-metiltauridas de ácidos grasos, isetionatos de ácidos grasos, sulfonatos de alquilfenilo, por ejemplo ácido dodecilmecenosulfónico, alquilnaftalinsulfonatos, alquilfenolpoliglicol-éter-sulfatos, alcohol graso-poliglicol-éter-sulfatos, poliglicol-éter-sulfatos de amidas de ácidos grasos, alquilsulfosuccinamatos, semiésteres del ácido alquenilsuccínico, poliglicol-éter-sulfosuccinatos de alcoholes grasos, alcanosulfonatos, glutamatos de ácidos grasos, alquilsulfosuccinatos, sarcósidos de ácidos grasos; ácidos grasos, por ejemplo ácido palmítico, esteárico y oleico; las sales de estas sustancias aniónicas y jabones, por ejemplo sales alcalinas de ácidos grasos, ácidos nafténicos y ácidos resínicos, por ejemplo ácido abiético, resinas solubles en álcalis, por ejemplo resinas maleinato modificadas con colofonia y productos de condensación a base de cloruro de cianuro, taurina, N,N'-diethylaminopropilamina, y N-fenilendiamina. Se prefieren jabones de resina, es decir, sales alcalinas de ácidos resínicos.

25 En calidad de sustancias catiónicas activas entran en consideración, por ejemplo, sales de amino cuaternario, oxalquilatos de aminas grasas, polioxialquilaminas, poliaminas oxalquiladas, poliglicoléteres de aminas grasas, aminas primarias, secundarias o terciarias, por ejemplo alquilamina, cicloalquilamina o alquilaminas cicladas, en particular aminas grasas, di- y poli-aminas derivadas de aminas grasas o alcoholes grasos y sus oxalquilatos, imidazolininas derivadas de ácidos grasos, compuestos o resinas de poliaminoamido o poliamino con un índice de amina entre 100 y 800 mg de KOH por g del compuesto poliaminoamido o poliamino, y sales de estas sustancias catiónicas activas tales como, por ejemplo, acetatos o cloruros.

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

35 Por agentes dispersantes no pigmentarios se quieren dar a entender sustancias que no se derivan estructuralmente de pigmentos orgánicos. Son agregadas en calidad de agentes dispersantes ya durante la preparación de los pigmentos, pero a menudo también durante la incorporación de los pigmentos en los medios de aplicación a teñir, por ejemplo en la preparación de barnices o tintas de imprenta mediante dispersión de los pigmentos en los correspondientes agentes aglutinantes. Pueden ser sustancias polímeras, por ejemplo poliolefinas, poliésteres, poliéteres, poliамidas, poliiminas, poliacrilatos, poliisocianatos, copolímeros de bloques de los mismos, copolímeros a base de los correspondientes monómeros o polímeros de una clase que están modificados con unos pocos monómeros de otra clase. Estas sustancias polímeras portan grupos de anclaje polares tales como, por ejemplo, grupos hidroxilo, amino, imino y amonio, grupos ácido carboxílico y carboxilato, grupos ácido sulfónico y sulfonato o grupos ácidos fosfónico y fosfonato, y pueden estar también modificadas con sustancias aromáticas no pigmentarias. Agentes dispersantes no pigmentarios pueden ser, además, también sustancias aromáticas químicamente modificadas con grupos funcionales, pero no derivadas de pigmentos orgánicos. Agentes dispersantes no pigmentarios de este tipo son conocidos por el experto en la materia y se pueden adquirir, en parte, en el comercio (p. ej. Solsperse<sup>®</sup>, Avecia; Disperbyk<sup>®</sup>, Byk-Chemie, Efka<sup>®</sup>, Efka). En lo que sigue se han de mencionar algunos tipos de manera representativa, pero, en principio, pueden pasar a emplearse otras sustancias descritas arbitrarias, por ejemplo productos de condensación a base de isocianatos y alcoholes, dioles o polioles, aminoalcoholes o diaminas o poliaminas, polímeros a base de ácidos hidroxicarboxílicos, copolímeros a base de monómeros olefínicos o monómeros vinílicos y ácidos y ésteres carboxílicos etilénicamente insaturados, polímeros con contenido en uretano de monómeros etilénicamente insaturados, poliésteres modificados con uretano, productos de condensación a base de haluros de cianuro, polímeros con contenido en compuestos nitroxilo, poliéster-amidas, poliамidas modificadas, polímeros acrílicos modificados, agentes dispersantes con una estructura a modo de peine a base de poliésteres y polímeros acrílicos, ésteres del ácido fosfórico, polímeros derivados de triazina, poliéteres modificados o agentes dispersantes derivados de sustancias aromáticas no pigmentarias. En tal caso, estas estructuras básicas se continúan modificando varias veces, por ejemplo mediante reacción química con otras sustancias portadoras de grupos funcionales o mediante formación de sales.



5 Por agentes dispersantes pigmentarios se quieren dar a entender dispersadores de pigmentos que se derivan de un pigmento orgánico como cuerpo básico y que se preparan mediante modificación química de este cuerpo básico, por ejemplo dispersadores de pigmentos con contenido en sacarina, dispersadores de pigmentos con contenido en piperidilo, dispersadores de pigmentos derivados de naftalina o perileno, dispersadores de pigmentos con grupos funcionales que están enlazados con el cuerpo básico de pigmento a través de un grupo metileno, cuerpos básicos de pigmentos químicamente modificados con polímeros, dispersadores de pigmentos con contenido en grupos ácido sulfónico, sulfonamida o éster del ácido sulfónico, dispersadores de pigmentos con contenido en grupos éter o tioéter, o dispersadores de pigmentos con contenido en ácido carboxílico, ésteres del ácido carboxílico o carbonamida.

10 Grupos aniónicos de los dispersadores no pigmentarios y pigmentarios empleados como coadyuvantes, tensioactivos o resinas también pueden ser barnizados, por ejemplo mediante iones Ca, Mg, Ba, Sr, Mn o Al, o mediante iones amonio cuaternario. Esto puede suceder antes o después del acabado.

15 Por cargas o bien extendedores se quieren dar a entender una pluralidad de sustancias conforme a las normas DIN 55943 y DIN EN 971-1, por ejemplo los diferentes tipos de talco, caolín, mica, dolomita, cal, sulfato de bario o dióxido de titanio. En tal caso, se ha acreditado la adición, particularmente antes de la pulverización del preparado de pigmentos secado.

20 El preparado de pigmentos de acuerdo con la invención puede pasar a emplearse como torta de prensado, preferiblemente acuosa, o como granulado húmedo, por norma general se trata, sin embargo, de sistemas sólidos de naturaleza capaz de fluir y en forma de polvo o de granulados.

25 Los preparados de pigmentos de acuerdo con la invención se pueden utilizar para la pigmentación de sistemas de agentes aglutinantes acuosos, por ejemplo de sistemas de barniz acuosos, pinturas acuosas y, en particular, sistemas de tinta de imprenta acuosos, así como de nuevos sistemas colorantes tales como tóneres y reveladores electrofotográficos, tintas, en particular tintas para impresoras de chorro de tinta, materiales electretos, filtros de color y barnices en polvo.

30 Estos sistemas contienen materiales orgánicos de elevado peso molecular; referido al material orgánico de elevado peso molecular a pigmentar, los preparados de pigmentos de acuerdo con la invención se emplean en una cantidad de 0,05 a 30% en peso, preferiblemente de 0,1 a 15% en peso.

Sistemas de agentes aglutinantes acuosos en el sentido de la invención contienen agua y/o son diluibles con agua.

35 Sistemas de agentes aglutinantes acuosos contienen materiales orgánicos de elevado peso molecular que son pigmentados con las composiciones de pigmentos de acuerdo con la invención, estos son, por ejemplo, compuestos de celulosa tales como, por ejemplo, éteres y ésteres de celulosa tales como etilcelulosa, nitrocelulosa, acetatos de celulosa o butiratos de celulosa, agentes aglutinantes naturales tales como, por ejemplo, resinas sintéticas tales como policondensados, poliaductos, polímeros y copolímeros tales como, por ejemplo, aminoplastos, en particular resinas de urea-formaldehído y melamina-formaldehído, resinas alquídicas, resinas acrílicas, resinas de urea, polivinilos tales como poli(alcoholes vinílicos), polivinilacetales, poli(acetatos de vinilo) o poliviniléteres, policarbonatos, poliolefinas tales como poliestireno, poli(cloruro de vinilo), polietileno o polipropileno, poli(met)acrilatos y sus copolímeros tales como ésteres del ácido poliacrílico o poliacrilonitrilos, poliamidas, poliésteres, poliuretanos, resinas epoxídicas, resinas sintéticas insaturadas (poliésteres, acrilatos) con los diferentes mecanismos endurecedores, ceras, caseína, siliconas y resinas de silicona; individualmente o en mezclas.

45 En tal caso, no tiene importancia alguna el que los compuestos orgánicos de elevado peso molecular mencionados estén presentes en forma de disoluciones o dispersiones. En función de la finalidad de uso, se manifiesta como ventajoso utilizar los preparados de pigmentos de acuerdo con la invención como mezcla o en forma de preparados o dispersiones.

50 Los preparados de pigmentos de acuerdo con la invención son también adecuados como agentes colorantes en tóneres y reveladores electrofotográficos tales como, por ejemplo, tóneres en polvo de uno o dos componentes (también denominados reveladores de uno o dos componentes), tóneres magnéticos, tóneres líquidos, tóneres de látex, tóneres de polimerización así como tóneres especiales.

55 Agentes aglutinantes de tóneres típicos son resinas de polimerización, poliadición y policondensación tales como resinas epoxídicas de estireno, acrilato de estireno, estireno-butadieno, acrilato, poliéster, fenol, polisulfonas, poliuretanos, individualmente o en combinación, así como polietileno y polipropileno que pueden contener además otras sustancias constitutivas tales como agentes para el control de la carga, ceras o coadyuvantes de flujo, o pueden ser modificados posteriormente con estos aditivos.

60

- Además de ello, los preparados de pigmentos de acuerdo con la invención son adecuados como agentes colorantes en barnices en polvo, en particular en barnices en polvo atomizables de forma triboeléctrica o electrocinética que pasan a emplearse para el revestimiento de superficies de objetos, por ejemplo de metal, madera, material sintético, vidrio, material cerámico, hormigón, material textil, papel o caucho.
- En calidad de resinas de barniz en polvo se emplean típicamente resinas epoxídicas, resinas de poliéster con contenido en grupos carboxilo e hidroxilo, resinas de poliuretano y acrílicas, junto con endurecedores habituales. También encuentran aplicación combinaciones de resinas. Así, por ejemplo, a menudo se emplean resinas epoxídicas en combinación con resinas de poliéster con contenido en grupos carboxilo e hidroxilo. Componentes endurecedores típicos (en función del sistema de resina) son, por ejemplo, anhídridos de ácido, imidazoles, así como diciandiamida y sus derivados, isocianatos enmascarados, bisaciluretanos, resinas de fenol y melamina, isocianuratos de triglicidilo, oxazolinas y ácidos dicarboxílicos.
- Objeto de la invención es, además, el uso del preparado de pigmentos descrito como colorante para tintas de imprenta, en particular para tintas para impresoras de chorro de tinta.
- Por tintas para impresoras de chorro de tinta se entienden tanto tintas sobre una base acuosa (incluidas tintas de microemulsión) como no acuosa ("basadas en disolventes"), tintas curables por UV así como aquellas tintas que trabajan según el procedimiento de fusión en caliente.
- Tintas para impresoras de chorro de tinta sobre una base de disolvente contienen esencialmente 0,5 a 30% en peso, preferiblemente 1 a 15% en peso del preparado de pigmentos de acuerdo con la invención, 70 a 95% en peso de un disolvente o de una mezcla de disolventes orgánicos y/o un compuesto hidrótopo. Eventualmente, las tintas para impresoras de chorro de tinta basadas en disolventes pueden contener materiales de soporte y agentes aglutinantes que sean solubles en el "disolvente" tales como, p. ej., poliolefinas, caucho natural y sintético, poli(cloruro de vinilo), copolímeros de cloruro de vinilo/acetato de vinilo, polivinilbutirales, sistemas de cera/látex, o combinaciones de estos compuestos.
- Eventualmente, las tintas para impresoras de chorro de tinta basadas en disolventes pueden contener, además, otros aditivos tales como, p. ej., agentes humectantes, desgasificantes/antiespumantes, agentes conservantes y antioxidantes.
- Las tintas de microemulsión se basan en disolventes orgánicos, agua y, eventualmente, una sustancia adicional que actúa como inductor de la tensión superficial (tensioactivo). Tintas de microemulsión contienen 0,5 a 30% en peso, preferiblemente 1 a 15% en peso del preparado de pigmentos de acuerdo con la invención, 0,5 a 95% en peso de agua y 0,5 a 95% en peso de disolventes orgánicos y/o inductores de la tensión superficial.
- Tintas curables por UV contienen esencialmente 0,5 a 30% en peso del preparado de pigmentos de acuerdo con la invención, 0,5 a 95% en peso de agua, 0,5 a 95% en peso de un disolvente o mezcla de disolventes orgánicos, 0,5 a 50% en peso de un agente aglutinante curable por radiación y, eventualmente, 0 a 10% en peso de un fotoiniciador.
- Las tintas de fusión en caliente se basan la mayoría en ceras, ácidos grasos, alcoholes grasos o sulfonamidas que son sólidas a la temperatura ambiente y que se vuelven líquidas durante el calentamiento, encontrándose el intervalo de fusión preferido entre aprox. 60 y aprox. 140°C.
- Tintas para impresoras de chorro de tinta de fusión en caliente se componen esencialmente de 20 a 90% en peso de cera y 1 a 10% en peso del preparado de pigmentos de acuerdo con la invención. Además, pueden estar contenidos 0 a 20% en peso de un polímero adicional (en calidad de "disolvente del colorante"), 0 a 5% en peso de agente dispersante, 0 a 20% en peso de un modificador de la viscosidad, 0 a 20% en peso de plastificante, 0 a 10% en peso de un aditivo de pegajosidad, 0 a 10% en peso de un estabilizador de la transparencia (impide, p. ej., la cristalización de la cera) así como 0 a 2% en peso de antioxidante.
- Las tintas de imprenta de acuerdo con la invención, en particular tintas para impresoras de chorro de tinta pueden producirse incorporando en dispersión las preparaciones de agentes colorantes en el medio de microemulsión, en el medio no acuoso o en el medio para la producción de la tinta curable por UV o en la cera para la producción de una tinta para impresoras de chorro de tinta de fusión en caliente.
- Convenientemente, las tintas de imprenta obtenidas en tal caso son filtradas a continuación para aplicaciones para impresoras de chorro de tinta (p. ej., a través de un filtro de 1 µm).
- Además, los preparados de pigmentos de acuerdo con la invención son también adecuados como agentes colorantes para filtros de color, tanto para la creación de color aditiva como también para la sustractiva, así como en calidad de agentes de color para tintas electrónicas ("electronic inks" o bien "e-inks") o "papel electrónico", ("e-paper").

- En la producción de los denominados filtros de color, tanto filtros de color reflectantes como transparentes, se aplican pigmentos en forma de una pasta o como fotorresistores pigmentados en agentes aglutinantes adecuados (acrilatos, ésteres acrílicos, poliimidadas, poli(alcoholes vinílicos), epóxidos, poliésteres, melaminas, gelatina, caseína) sobre los respectivos componentes LCD (p. ej. TFT-LCD = siglas inglesas de pantalla de cristal líquido o transistor de película delgada o, p. ej. (S) TN-LCD = siglas inglesas de LCD (super) nemático retorcido. Junto a una elevada termoestabilidad, una elevada pureza del pigmento es también una premisa para una pasta estable o bien un fotorresistor pigmentado. Además de ello, los filtros de color pigmentados también pueden aplicarse mediante procesos de impresión por chorro de tinta u otros procesos de impresión adecuados.
- 5
- 10 Fue sorprendente y no previsible el que los preparados de pigmentos de acuerdo con la invención condujeran a buenos resultados en el caso de su empleo en sistemas de tintas de imprenta acuosos y los nuevos sistemas colorantes.
- 15 Para valorar las propiedades de los preparados de pigmentos en el sector de la impresión, de una pluralidad de los sistemas de impresión acuosos conocidos se eligió el sistema de flexografía acuoso sobre una base de resina acrílica (FD).
- 20 Para enjuiciar la adecuación de los preparados de pigmentos para su uso en la producción de tóneres electrofotográficos se examinó su aptitud de dispersión en sistemas acuosos. Para ello, se eligió una pintura de dispersión blanca a base de poli(acetato de vinilo) (PVA). El preparado de pigmentos se incorpora con agitación en este sistema de PVA en forma de una dispersión acuosa. La dispersión acuosa se compone de 17% en peso de preparado de pigmentos, 1,5% en peso de agente dispersante aniónico (p. ej. sulfato o sulfonato) y 81,5% en peso de agua, preparado mediante molienda con perlas cerámicas de un diámetro de 0,4 a 0,6 mm.
- 25 La determinación de la intensidad de color y del croma tuvo lugar según las normas DIN 5033, DIN 55986 y DIN 53235.
- La determinación de la viscosidad tuvo lugar después de la dilución del género de molienda a la concentración final de pigmentos con la visco-espátula según Rossmann, tipo 301 de la entidad Erichsen.
- 30 La viscosidad de las tintas de imprenta se midió mediante un viscosímetro de rotación.
- Las mediciones del brillo tuvieron lugar en infusiones laminares bajo un ángulo de 20° según la norma DIN 67530 (ASTM 523) con el aparato de medición de brillo "multigloss" de la entidad Byk-Mallinckrodt.
- En los siguientes Ejemplos, partes significan en cada caso partes en peso y los porcentajes significan en cada caso porcentajes en peso.
- 35
- Ejemplo 1
- a) Componente diazo
- 84 partes de 5-nitro-2-aminoanisol se suspenden en 210 partes de agua y 132,2 partes de ácido clorhídrico al 31%. Con 420 partes de una mezcla de hielo y agua se enfría hasta 0°C y se diazota mediante la adición de 85,2 partes de disolución de nitrito de sodio al 40%.
- 40
- b) Acoplador
- En 1345 partes de agua y 104 partes de lejía de sosa al 25% se disuelven 103,5 partes de acetoacet-o-anisidida. Después de la adición de 3,5 partes de una disolución acuosa al 20% de lauril-sulfato de sodio, se enfría hasta 10°C mediante la adición de hielo. Mediante la adición de 48,1 partes de ácido acético al 80% precipita el acoplador. Luego se añaden una disolución de 20 partes de una resina de éster de colofonia modificada con ácido maleico en 168 partes de agua y 27,3 partes de lejía de sosa al 25% y se ajusta a pH 9,8 con ácido acético al 80%.
- 45
- c) Acoplamiento
- El componente diazo se añade al acoplador en el espacio de una hora.
- d) Adición del dispersador de pigmentos y de un coadyuvante
- 50 Se añaden 3,9 partes de pigmento amarillo C.I. 62 y 3,9 partes de amina de grasa de sebo hidrogenada, disueltas en 50 partes de agua con 6,4 partes de ácido acético al 80%. Luego se agita durante 17 horas a 80°C. La suspensión se filtra y la torta de prensado se seca a 130°C.

e) Examen

En el sistema FD se obtienen impresiones de color intenso con una tonalidad pura, un alto brillo y una elevada transparencia, la viscosidad de la tinta de imprenta es baja. En el sistema PVA se obtienen coloraciones de color intenso y transparentes, de una tonalidad pura. Esto demuestra la buena capacidad de dispersión.

5 Ejemplo 2

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

10 En el sistema FD se obtienen impresiones de color intenso con una tonalidad pura, un alto brillo y una elevada transparencia, la viscosidad de la tinta de imprenta es baja. En el sistema PVA se obtienen coloraciones de color intenso y transparentes, de una tonalidad pura. Esto demuestra la buena capacidad de dispersión.

Ejemplo 3

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

Los Ejemplos en la siguiente Tabla se llevaron a cabo de manera análoga al Ejemplo 3.

Ejemplo	Contenido del preparado de pigmentos en dispersador de pigmentos
3	5% de P.Y. 62
4	10% de P.Y. 62
5	2% de P.Y. 62
6	20% de P.Y. 62
7	0,1% de P.Y. 169
8	5% de P.Y. 169
9	10% de P.Y. 169

15 En el sistema FD se obtienen con los Ejemplos 3 a 9 impresiones de color intenso, de elevada pureza, brillo y transparencia, la viscosidad de las tintas de imprenta es baja.

Ejemplo 10: Síntesis de P.Y. 62 no barnizado

a) Componente diazo

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

b) Acoplador

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

c) Acoplamiento

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

Ejemplo 11

a) Componente diazo

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

5 b) Acoplador y dispersador de pigmentos

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

c) Acoplamiento

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

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

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

En el sistema FD se obtienen impresiones de coloración intensa con una tonalidad pura, la viscosidad de la tinta de imprenta es baja.

Ejemplo 12

a) Componente diazo y dispersador de pigmentos

42 partes de 5-nitro-2-aminoanisol se suspenden en 105 partes de agua y 59 ml de ácido clorhídrico al 31%. Con hielo se enfría hasta 0°C y se diazota mediante la adición de 33 ml de disolución de nitrito de sodio al 40%. Se añaden 9,7 partes de una torta de prensado acuosa-húmeda al 30% de P.Y. 62 no barnizado, preparada conforme al Ejemplo 10.

b) Acoplador

En 672 ml de agua y 40 ml de lejía de sosa al 25% se disuelven 51,7 partes de acetacet-o-anisidida. Después de la adición de 1,8 partes de una disolución acuosa al 30% de lauril-sulfato de sodio se enfría hasta 10°C mediante la adición de hielo. Mediante la adición de 22 ml de ácido acético al 80% precipita el acoplador. Con ácido acético se ajusta a pH 6 a 7. Luego se añade una disolución de 10 partes de un éster de resina de colofonia modificado con ácido maleico en 84 ml de agua y 10,5 ml de lejía de sosa al 25% y se ajusta a pH 9,8 con ácido acético al 80%.

c) Acoplamiento

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

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

Se añaden 1,9 partes de un alcohol graso C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> etoxilado 25 veces molares y 1,6 partes de cloruro de bario, disueltas en 30 ml de agua. Se calienta hasta 80°C con vapor y se agita durante 17 horas a 80°C. La suspensión se filtra y la torta de prensado se seca a 130°C.

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

Ejemplo 13

a) Componente diazo

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

b) Acoplador y dispersador de pigmentos

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

c) Acoplamiento

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

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

- 15 Se añaden 2,9 partes de dehidroabietilamina, disueltas en 15 ml de agua y se añaden 1,0 ml de ácido acético y 0,7 partes de cloruro de estroncio hexahidrato, disueltas en 10 ml de agua. Se calienta hasta 80°C con vapor y se agita durante 17 horas a 80°C. La suspensión se filtra y la torta de prensado se seca a 130°C.

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

20 Ejemplo 14

a) Componente diazo

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

b) Acoplador

- 25 En 672 ml de agua y 40 ml de lejía de sosa al 25% se disuelven 51,7 partes de acetacet-o-anisidida. Después de la adición de 1,8 partes de una disolución acuosa al 30% de lauril-sulfato de sodio se enfría hasta 10°C mediante la adición de hielo. Mediante la adición de 22 ml de ácido acético al 80% precipita el acoplador. Con ácido acético se ajusta a pH 6 a 7. Luego se añade una disolución de 10 partes de un éster de resina de colofonia modificado con ácido maleico en 84 ml de agua y 10,5 ml de lejía de sosa al 25% y se ajusta a pH 9,8 con ácido acético al 80%.

30 c) Acoplamiento

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

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

- 35 Se añaden 16,1 partes de una torta de prensado acuosa-húmeda al 30% de P.Y. 62 no barnizado, preparada conforme al Ejemplo 10. Luego se añaden 4,8 partes de propilendiamina grasa de sebo y 1,8 partes de cloruro de aluminio, disueltas en 30 ml de agua. Se calienta hasta 80°C con vapor y se agita durante 17 horas a 80°C. La suspensión se filtra y la torta de prensado se seca a 130°C.

En el sistema FD se obtienen impresiones de coloración intensa con una tonalidad pura y una elevada transparencia, la viscosidad de la tinta de imprenta es baja.

Ejemplo 15

40 a) Componente diazo

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

b) Acoplador

5 En 672 ml de agua y 40 ml de lejía de sosa al 25% se disuelven 51,7 partes de acetacet-o-anisidida. Después de la adición de 1,8 partes de una disolución acuosa al 30% de lauril-sulfato de sodio se enfría hasta 10°C mediante la adición de hielo. Mediante la adición de 22 ml de ácido acético al 80% precipita el acoplador. Con ácido acético se ajusta a pH 6 a 7. Luego se añade una disolución de 10 partes de un éster de resina de colofonia modificado con ácido maleico en 84 ml de agua y 10,5 ml de lejía de sosa al 25% y se ajusta a pH 9,8 con ácido acético al 80%.

c) Acoplamiento

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

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

15 Se añaden 6,4 partes de una torta de prensado acuosa-húmeda al 30% de P.Y. 62 no barnizado, preparada conforme al Ejemplo 10. Luego se añaden 3,1 partes de cloruro de cocoalquildimetilbencilamonio. Se calienta hasta 80°C con vapor y se agita durante 17 horas a 80°C. La suspensión se filtra y la torta de prensado se seca a 130°C.

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

Ejemplo 16: Síntesis de P.Y. 61

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

25 b) Acoplador

30 Se disponen 1345 ml de agua, 80 ml de lejía de sosa al 25% y 45 ml de ácido acético al 80% y se incorporan espolvoreando 88,6 g de acetoacet-o-anilida. Se ajusta a pH 6,0 con ácido acético. Se enfría con hielo hasta 15°C.

c) Acoplamiento

35 La suspensión diazo se añade por debajo de la superficie de la suspensión del material de acoplamiento. Luego se agita durante 30 min, se añade una disolución de 66,6 g de cloruro de calcio en 150 ml de agua y se calienta hasta 80°C. Se agita durante 1 hora a 80°C. La suspensión de acoplamiento se filtra y la torta de prensado se lava con agua. Se obtiene una torta de prensado acuosa al 38% de P.Y. 61.

Ejemplo 17

40 a) Componente diazo

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

45 b) Acoplador y dispersador de pigmentos

50 En 672 ml de agua y 40 ml de lejía de sosa al 25% se disuelven 51,7 partes de acetacet-o-anisidida. Después de la adición de 1,8 partes de una disolución acuosa al 30% de lauril-sulfato de sodio, se enfría hasta 10°C mediante la adición de hielo. Mediante la adición de 22 ml de ácido acético al 80%, precipita el acoplador. Con ácido acético se ajusta a pH 6 a 7. Luego se añade una disolución de 10 partes de un éster de resina de colofonia modificada con ácido maleico en 84 ml de agua y 10,5 ml de lejía de sosa al 25% y se ajusta a pH 9,8 con ácido acético al 80%. Después se añaden 12,7 g de una torta de prensado acuosa al 38% de P.Y. 61, preparada conforme al Ejemplo 16.

c) Acoplamiento

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

5

d) Adición del dispersador de pigmentos y de un coadyuvante

Se añaden 1,9 partes de amina grasa de sebo hidrogenada, disueltos en 25 ml de agua con 5 ml de ácido acético al 80%. Luego se agita durante 17 horas a 80°C. La suspensión se filtra y la torta de prensado se seca a 130°C.

10

En el sistema FD se obtienen impresiones de coloración intensa con una tonalidad pura y un elevado brillo y transparencia.

Ejemplo 18

15

Se repite el Ejemplo 17, con la única diferencia de que en lugar de los 12,7 g de una torta de prensado acuosa al 38% de P.Y. 61 se emplean 4,8 g de un P.Y. 191:1 usual en el comercio en calidad de dispersador de pigmentos.

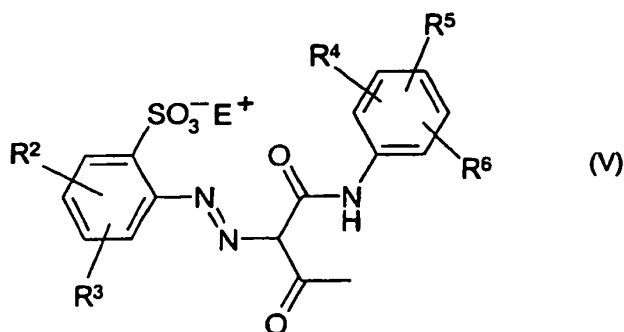
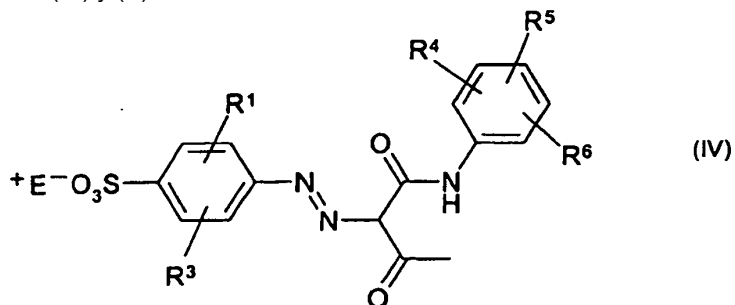
20

En el sistema FS se obtienen impresiones de coloración intensa con una tonalidad pura y elevado brillo. La viscosidad de la tinta de imprenta es baja.



## REIVINDICACIONES

- 5 1. Uso de un preparado de pigmentos que contiene pigmento amarillo C.I. 74 como pigmento base y uno o varios dispersadores de pigmentos para la pigmentación de tóneres y reveladores electrofotográficos, tintas, sistemas de agentes aglutinantes acuosos y filtros de color, caracterizado porque los dispersadores de pigmentos se seleccionan del grupo pigmento amarillo C.I. 61, 61:1, 62, 62:1, 168, 169 y 191:1, o son una combinación de compuestos de las fórmulas (IV) y (V)



- 10 en donde  
 11  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^5$  y  $R^6$ , independientemente uno de otro, significan hidrógeno, halógeno, alquilo  $C_1$ - $C_4$ , alcoxi  $C_1$ - $C_4$ , nitro, trifluorometilo, ciano, fenilo, un grupo  $SO_3^- E^+$  o un grupo  $COO^- E^+$ , con la condición de que estén presentes al menos uno y a lo sumo dos grupos iónicos del tipo  $SO_3^- E^+$  o  $COO^- E^+$ , y porque en el caso de dos grupos iónicos, uno de los grupos se asienta en el radical del acoplador y el otro en el radical de la base del compuesto de la fórmula (I);  
 15  $E^+$  designa  $H^+$ ,  
 el equivalente  $M^{m+}/m$  de un catión metálico  $M^+$ , siendo m uno de los números 1, 2 ó 3;  
 un ion fosfonio; o un ion amonio no sustituido o sustituido.
- 20 2. Uso según la reivindicación 1, caracterizado porque  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^5$  y  $R^6$  significan hidrógeno, cloro, metilo, trifluorometilo o metoxi.
3. Uso según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque  $E^+$  tiene el significado de  $H^+$ ,  $Na^+$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Sr^{2+}$ ,  $Ba^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$  o  $Al^{3+}$ .
- 25 4. Uso según una o varias de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el preparado de pigmentos contiene  
 a) 50 a 99,9% en peso, preferiblemente 60 a 99,5% en peso de pigmento amarillo 74,  
 b) 0,1 a 25% en peso, preferiblemente 0,5 a 15% en peso de 1, 2, 3, 4, 5 ó 6, preferiblemente 1, 2, 3 ó 4 dispersadores de pigmentos,  
 30 c) 0 a 25% en peso, preferiblemente 0 a 15% en peso de coadyuvantes,  
 refiriéndose las proporciones de los respectivos componentes al peso total del preparado (100% en peso).
5. Uso según una o varias de las reivindicaciones 1 a 4 para la pigmentación de tintas para impresoras de chorro de tinta.
- 35 6. Uso según la reivindicación 5, caracterizado porque la tinta para impresoras de chorro de tinta es una tinta de microemulsión, una tinta basada en disolventes o una tinta para impresoras de chorro de tinta de fusión en

caliente.

7. Uso según una o varias de las reivindicaciones 1 a 4 para la pigmentación de tintas de imprenta acuosas, pinturas acuosas y barnices acuosos.

5

8. Uso según al menos una de las reivindicaciones 1 a 7 en una cantidad de 0,05 a 30% en peso, referido al material a pigmentar.