

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 399 070**

51 Int. Cl.:

C09B 67/52 (2006.01)

C09B 67/22 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.04.2010** **E 10003801 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.01.2013** **EP 2374848**

54 Título: **Nuevos pigmentos de magenta quinacridona**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
25.03.2013

73 Titular/es:

CLARIANT FINANCE (BVI) LIMITED (100.0%)
Citco Building, Wickhams Cay P.O. Box 662
Road Town, Tortola , VG

72 Inventor/es:

SOLDUGA RAMIREZ, GEMMA, DR.;
OHNSMANN, JANINA, DR. y
PLÜG, CARSTEN, DR.

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 399 070 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

Nuevos pigmentos de magenta quinacridona

5 La invención se refiere a un nuevo pigmento de magenta quinacridona basado en una disolución sólida de fase monocristalina.

Cada vez más los pigmentos están sustituyendo a los colorantes en formulaciones de tinta para impresión por chorro de tinta, dado que los pigmentos exhiben una solidez frente a la luz, estabilidad frente a disolventes y
10 estabilidad frente a la temperatura mucho mejores. A pesar de que están comercialmente disponibles varios pigmentos magenta para aplicaciones para impresión por chorro de tinta, existe la necesidad de una magenta de tonalidad azul con un cromatismo elevado con el fin de ampliar la gama de colores.

En contraposición a mezclas físicas en las que el color es habitualmente una función directa de los efectos aditivos de los dos o más componentes, las disoluciones sólidas proporcionan tonalidades impredecibles y nuevas que las hacen muy interesantes cuando se buscan nuevos pigmentos.

Al igual que para los pigmentos individuales, la fase cristalina de la disolución sólida determina las propiedades colorísticas y reológicas del pigmento. Estas propiedades sólo pueden ser obtenidas de forma reproducible si la
20 disolución sólida se caracteriza por una modificación monocristalina. Sin embargo, la formación de fases monocristalinas con disoluciones sólidas no es trivial, ya que contienen al menos 2 pigmentos que pueden tender a formar sus fases cristalinas específicas y, por consiguiente, una mezcla de fases cristalinas.

Era un objeto de la presente invención encontrar un nuevo pigmento de magenta quinacridona de tonalidad azul con una fase monocristalina.

El documento US-A-3 160 510 describe la preparación de disoluciones sólidas de quinacridona mediante unión con ácidos de la correspondiente mezcla de quinacridona en ácido sulfúrico concentrado y un proceso de acabado adicional en dimetilformamida a temperaturas elevadas. Los autores de la invención describen la formación de
30 fases monocristalinas bajo determinadas condiciones. Sin embargo, este proceso está relacionado con un elevado impacto ecológico debido a las elevadas cantidades que se necesitan de ácido sulfúrico, a la formación de productos secundarios de quinacridona sulfonatados indeseados y al uso del disolvente tóxico dimetilformamida.

Alternativamente, disoluciones sólidas de quinacridona se pueden obtener mediante cierre del anillo en ácido polifosfórico de una mezcla de los correspondientes ácidos anilino-tereftálicos, seguido de un proceso de acabado en disolventes orgánicos alternativos tales como alcoholes. Desgraciadamente, los autores de la invención han encontrado que las disoluciones sólidas descritas en el documento US-A-3 160 510 se obtienen en forma de una
35 mezcla de fases cristalinas si el proceso de unión con ácidos es reemplazado por el proceso del ácido polifosfórico que, como se ha indicado antes, obstaculiza la reproducibilidad del procedimiento y perjudica las propiedades colorísticas.

Sorprendentemente, las disoluciones sólidas de quinacridona de fase monocristalina descritas en esta memoria se pueden obtener mediante el proceso del ácido polifosfórico cuando las disoluciones sólidas están constituidas por
45 quinacridona no sustituida, 2,9-dimetilquinacridona y 2,9-dicloroquinacridona en cantidades relativas fuera del intervalo sugerido en el documento US-A-3 160 510.

Por lo tanto, la presente invención proporciona nuevas disoluciones sólidas monofásicas que contienen 65 a 98% en peso de quinacridona no sustituida, 1 a 34% en peso de 2,9-dimetilcrinaquidona y 1 a 10% en peso de 2,9-dicloroquinacridona, con relación al peso total de la disolución sólida monofásica.

Preferiblemente, las disoluciones sólidas de la invención contienen 69 a 90% en peso de quinacridona no sustituida, 2 a 25% en peso de 2,9-dimetilcrinaquidona y 5 a 10% en peso de 2,9-dicloroquinacridona, con relación
50 al peso total de la disolución sólida monofásica.

Más preferiblemente, las disoluciones sólidas de la invención contienen 69 a 85% en peso de quinacridona no sustituida, 5 a 25% en peso de 2,9-dimetilcrinaquidona y 5 a 10% en peso de 2,9-dicloroquinacridona, con relación al peso total de la disolución sólida monofásica.

55 En particular, las disoluciones sólidas de la invención consisten en 65 a 98% en peso, preferiblemente 69 a 90% en peso, más preferiblemente 69 a 85% de quinacridona no sustituida, 1 a 34% en peso, preferiblemente 2 a 25% en peso, más preferiblemente 5 a 25% en peso de 2,9-dimetilcrinaquidona y 1 a 10% en peso, preferiblemente 5 a 10% en peso de 2,9-dicloroquinacridona, con relación al peso total de la disolución sólida monofásica de

quinacridona.

- 5 La disolución sólida de la invención se puede identificar por un modelo de rayos X que es diferente a la adición de los modelos de rayos X de cada uno de los componentes, y presenta particularmente las siguientes líneas principales a partir de (radiación de Cu-K α_1 , datos en grados 2 θ , datos d en Å⁻¹ medida a la temperatura ambiente en transmisión):

| 2 θ | d | Intensidad rel. |
|------------|------|-----------------|
| 6,00 | 14,7 | 100 |
| 12,15 | 7,3 | 12 |
| 13,72 | 6,4 | 43 |
| 14,55 | 6,1 | 12 (hombro) |
| 24,80 | 3,6 | 15 (hombro) |
| 26,41 | 3,4 | 25 |
| 27,58 | 3,2 | 35 |

- 10 Dependiendo de la disolución sólida y de la precisión de medida, la posición de la línea puede variar en $\pm 0,2^\circ$. Además, dependiendo de la precisión del proceso de producción, puede ser posible encontrar pequeñas cantidades de otras fases cristalinas de quinacridona en el modelo de rayos X. En el caso de que esté presente la fase alfa de P.R. 202 en la mezcla, la intensidad relativa entre el pico a 11,03 2 θ y el pico a 12,15 2 θ puede ser de hasta 15%.

- 15 Las disoluciones sólidas de la invención se caracterizan por una tonalidad magenta con matiz azul. De acuerdo con CIELAB, el croma es preferiblemente 74 > C > 60, más preferiblemente 70 > C > 64. La tonalidad es preferiblemente 34 > h > 20, más preferiblemente 32 > h > 23. Estos valores se determinan en tono de la masa para un barniz para estufa de alquido-melamina (AM); los valores C (croma) y h (tonalidad) se miden utilizando un iluminante D65 y observador de 10°, p. ej. un aparato Minolta 3700 de acuerdo con las normas DIN 5033-7, ISO 7724-2.

- 20 Las disoluciones sólidas de la invención se pueden preparar condensando una mezcla de las cantidades correspondientes de los respectivos ácidos anilino-tereftálicos en ácido o éster polifosfórico y sometiendo el pigmento bruto a un proceso de acabado a temperatura elevada.

- 25 Con el fin de obtener la disolución sólida de la presente invención, 65 a 98% en peso, preferiblemente 69 a 90% en peso, más preferiblemente 69 a 85% en peso de ácido anilino-tereftálico, 1 a 34% en peso, preferiblemente 2 a 25% en peso, más preferiblemente 5 a 25% en peso de ácido 2,5-bis(p-tolilamino)-tereftálico y 1 a 10% en peso, preferiblemente 5 a 10% en peso de ácido 2,5-bis(4-cloro-fenilamino)-tereftálico se condensan en ácido polifosfórico o su éster (83,5 – 86,0% de P₂O₅) a 100 hasta 150°C, más preferiblemente a 110 hasta 135°C, hidrolizando la masa fundida resultante con agua o con ácido orto-fosfórico acuoso a una temperatura de 0 a 150°C, preferiblemente a 10 hasta 99°C, Después de la filtración y el lavado, el pigmento bruto se trata con un disolvente orgánico y/o agua a una temperatura de 80 a 180°C, más preferiblemente a 90 hasta 150°C, opcionalmente bajo presión, convenientemente durante 0,5 a 24 h, más preferiblemente 1 a 10 h.

- 35 Disolventes convenientes para el tratamiento con disolvente orgánico son, por ejemplo: hidrocarburos acíclicos tales como ciclohexano, alcanos C₁-C₈ tales como metanol, etanol, n- o iso-propanol, n- o iso-butanol, terc-butanol, pentanos, hexanos, ciclohexanol, alcoholes polivalentes tales como etilenglicol, propilenglicol, glicerol; dialquil C₁-C₅-cetonas o cetonas cíclicas tales como acetona, dietil-cetona, metil-isobutil-cetona, metil-etil-cetona o ciclohexanona; éteres y glicol-éteres tales como monometil- o monoetil-éter de etilenglicol o propilenglicol, butilglicol, etildiglicol o metoxibutanol; hidrocarburos aromáticos tales como tolueno, o-, m- o p-xileno o etilbenceno, éteres cíclicos tales como tetrahidrofurano, hidrocarburos aromáticos clorados tales como clorobenceno, o-diclorobenceno, 1,2,4-triclorobenceno o bromobenceno; ácido benzoico, nitrobenzoceno, fenol; carboxilatos de alquilo C₁-C₄ tales como formiato de butilo, acetato de etilo o propionato de propilo; ésteres glicólicos de ácidos carboxílicos C₁-C₄, ftalatos de alquilo C₁-C₄ y benzoatos de alquilo C₁-C₄ tales como benzoato de etilo; bases heterocíclicas tales como piridina, quinolina, morfina o picolina; y también dimetilsulfóxido y sulfona.

- 40 En principio son factibles carboxamidas alifáticas tales como formamida o dimetilformamida; carboxamidas cíclicas tales como N-metilpirrolidona, pero deberían evitarse por razones ecológicas.

- 50 Disolventes preferidos son alcanos, especialmente etanos, propanos, butanos y pentanos; hidrocarburos

aromáticos tales como tolueno, o-, m- o p-xileno o etilbenceno; hidrocarburos aromáticos clorados tales como clorobenceno, o-diclorobenceno.

Especialmente preferidos son butanoles tales como iso-butanol, pentanoles y clorobenceno.

- 5 Con el fin de mejorar las propiedades de color y para obtener efectos de color particulares, es posible añadir en cualquier punto en el proceso disolventes, sinérgidas, tensioactivos, antiespumantes, extendedores, sales inorgánicas tales como sulfato de sodio, u otros aditivos. También es posible utilizar una mezcla de estos aditivos. Los aditivos se pueden añadir todos de una vez o en dos o más porciones. La adición se puede realizar antes, durante o después del cierre del anillo, durante la hidrólisis o durante el tratamiento de acabado, o durante o después del aislamiento.

10 Tensioactivos adecuados son tensioactivos aniónicos, catiónicos y no iónicos. Ejemplos de tensioactivos aniónicos adecuados son tauridas de ácidos grasos, N-metiltauridas de ácidos grasos, isetonatos de ácidos grasos, alquilbenceno-sulfonatos, alquilnaftaleno-sulfonatos, alquilfenol-poliglicol-éter-sulfatos y poliglicol-éter-sulfatos de alcoholes grasos, ácidos grasos, por ejemplo ácido palmítico, esteárico y oleico, jabones, p. ej., sales de metales alcalinos de ácidos grasos, ácidos nafténicos y ácidos resínicos, p. ej. ácido abiético, y resinas solubles en álcalis, p. ej. resinas de maleato modificadas con colofonia.

15 Ejemplos de tensioactivos catiónicos adecuados son sales de amonio cuaternario, etoxilatos de aminas grasas, poliglicol-éteres de aminas grasas y aminas grasas. Ejemplos de tensioactivos no iónicos son poliglicol-éteres de alcoholes grasos, poliglicol-ésteres de ácidos grasos y poliglicol-éteres de alquilfenol.

En algunos medios de aplicación, es necesario utilizar un sinérgida con el fin de mejorar las propiedades reológicas del pigmento utilizado.

25 Por lo tanto, la disolución sólida de la presente invención se puede combinar, si se requiere, con un sinérgida de la fórmula general $Q-[A-Y]_n$, en donde Q puede ser una quinacridona no sustituida o una quinacridona sustituida con halógeno, alquilo, alcoxi, H_2N-CO- , alquil-NH-CO o (alquil) $_2-N-CO-$; A representa un enlace directo o $-CR^1R^2-$, $-CO-$, $-SO_2-$, $-O-$, $-S-$, $-NR^1-$ o arilo, p. ej. fenilo, en donde R^1 y R^2 son hidrógeno o alquilo C_1-C_4 , e Y representa un hidrógeno, $-NR^3R^4$, $-OH$, alquilo C_1-C_4 , alcoxi C_1-C_4 , arilo, p. ej. fenilo, el resto de un heterociclo de 5, 6 ó 7 miembros, $-SO_3$ -amonio o $-SO_3M$, en donde M es un metal, en donde R^3 y R^4 son hidrógeno o radicales alquilo C_1-C_4 que pueden estar sustituidos con heterociclos, aminas o amidas, y n es un número de 1 a 4. La combinación de la disolución sólida y el sinérgida puede tener lugar en cualquier etapa de la preparación de dicha disolución sólida. Habitualmente, el sinérgida no es parte de la red cristalina de la disolución sólida. Si se requiere, el sinérgida se añade en una cantidad de 0,01 a 10% en peso, preferiblemente de 0,1 a 5% en peso con relación al peso total de disolución sólida y sinérgida.

Para determinados sectores de aplicación tales como tintas para impresión por chorro de tinta, puede ser necesario purificar el pigmento de cationes divalentes y trivalentes, lo cual puede hacerse por métodos usuales.

40 Con el fin de matizar la tonalidad y adaptarla al requisito de aplicaciones específicas, la disolución sólida de la invención se puede combinar con pigmentos de color orgánicos, pigmentos inorgánicos y colorantes adicionales. Pigmentos de color orgánicos que se pueden emplear para matizar la tonalidad se pueden seleccionar del grupo de los pigmentos azo o pigmentos policíclicos; pigmentos amarillos tales como C. I. pigmento amarillo (P.Y.) 155, P.Y. 139, P.Y. 191, P.Y. 83, P.Y. 181, P.Y. 191, P.Y. 75, P.Y. 180 o P.Y. 97; pigmentos naranjas (P.O.) tales como P.O. 62, P.O. 36, P.O. 34, P.O. 13, P.O. 36, P.O. 13, P.O. 43 o P.O. 5; pigmentos rojo/magenta (P.R.), tales como P.R. 57, P.R. 48, P.R. 122, P.R. 146, P.R. 154, P.R. 185, P.R. 184, P.R. 192, P.R. 202, P.R. 207, P.R. 206 o P.R. 209; y pigmentos violeta (P.V.) tales como P.V. 19, P.V. 23, P.V. 29, P.V. 35 o P.V. 37, P.V. 57 y también pigmentos azules (P.B.) tales como P.B. 15, P.B. 60 o P.B.80.

50 Colorantes preferidos para matizar la tonalidad de la disolución sólida de la presente invención son colorantes solubles en agua tales como colorantes directos, reactivos y ácidos, y también colorantes solubles en disolventes tales como colorantes solubles, colorantes dispersos y colorantes a la tina. Ejemplos específicos que se pueden mencionar son C. I. reactivo amarillo 37, amarillo ácido 23, rojo reactivo 23, 180, rojo ácido 52, azul reactivo 19, 21, azul ácido 9, azul directo 199, amarillo soluble 14, 16, 25, 56, 64, 79, 81, 82, 83:1, 93, 98, 133, 162, 174, rojo soluble 8, 19, 24, 49, 89, 90, 91, 109, 118, 119, 122, 127, 135, 160, 195, 212, 215, azul soluble 44, 45, naranja soluble 60, 63, amarillo disperso 64, rojo a la tina 41.

Las disoluciones sólidas de la presente invención se pueden utilizar para colorear materiales orgánicos de elevado

peso molecular de origen natural o sintético tales como plásticos, resinas, materiales de revestimiento y tintas de imprenta. Ejemplos de materiales orgánicos de elevado peso molecular son éteres de celulosa y ésteres de celulosa tales como etilcelulosa, nitrocelulosa, acetato de celulosa o butirato de celulosa, resinas naturales o resinas sintéticas tales como resinas de polimerización por adición o resinas de condensación, siendo ejemplos

5 resinas amínicas, especialmente resinas de urea- y melamina-formaldehído, resinas alquídicas, resinas acrílicas, resinas fenólicas, policarbonatos, poliolefinas tales como poliestireno, poli(cloruro de vinilo), polietileno, polipropileno, poliacrilonitrilo, poliacrilatos, poliamidas, poliuretanos o poliésteres, caucho, caseína, silicona y resinas de silicona, individualmente o en mezclas.

10 En este contexto, es irrelevante el que el material orgánico de elevado peso molecular al que se alude se encuentre en forma de masas plásticas, masas fundidas o en forma de disoluciones de hilatura, barnices, pinturas o tintas de imprenta. Dependiendo del uso de aplicación pretendido, es ventajoso utilizar las disoluciones sólidas de la presente invención en forma de mezclas o en forma de preparados o dispersiones. Basado en el material orgánico de elevado peso molecular a colorear, las disoluciones sólidas de la invención se emplean en una cantidad de

15 Las disoluciones sólidas de la presente invención son adecuadas para uso como colorantes en tóneres y reveladores electrofotográficos tales como tóneres en polvo de uno o dos componentes (los denominados reveladores de uno o dos componentes), tóneres magnéticos, tóneres líquidos, tóneres de látex, tóneres de polimerización y tóneres de especialidad. Aglutinantes para tóneres típicos son resinas de polimerización por

20 adición, resinas de poliadición y resinas de policondensación tales como resinas de estireno, resinas de estireno-acrilato, resinas de estireno-butadieno, resinas de acrilato, resinas de poliéster, resinas de fenol-epoxi, polisulfonas, poliuretanos, individualmente o en combinación, y también polietileno y polipropileno, que también pueden contener ingredientes adicionales tales como agentes para el control de carga, ceras o coadyuvantes de flujo, o pueden ser modificados subsiguientemente con estos aditivos.

25 Además de ello, las disoluciones sólidas de la presente invención son colorantes adecuados en polvos y materiales de revestimiento en polvo, especialmente en materiales de revestimiento en polvo pulverizables de forma triboeléctrica o electrocinética que se utilizan para revestir la superficie de artículos hechos, por ejemplo, de metal, madera, plástico, vidrio, material cerámico, hormigón, material textil, papel o caucho.

30 Además de ello, las disoluciones sólidas de la presente invención se pueden emplear en forma de colorantes en tintas para impresión por chorro de tinta o sobre una base acuosa o una base no acuosa, y también en aquellas tintas que actúan de acuerdo con el proceso de fusión en caliente.

35 Tintas para impresión por chorro de tinta incluyen generalmente un total de 0,5 a 15% en peso, preferiblemente 1,5 a 8% en peso (calculado en seco) de una o más de las disoluciones sólidas de acuerdo con la invención. Tintas de microemulsión se basan en disolventes orgánicos y agua, con o sin una sustancia hidrotópica adicional (mediador de interfase). Tintas de microemulsión incluyen 0,5 a 15% en peso, preferiblemente 1,5 a 8% en peso de una o más de las disoluciones sólidas de acuerdo con la invención, 5 a 99% en peso de agua y 0,5 a 94,5% en peso de disolvente orgánico y/o compuesto hidrotópico.

40 Las tintas para impresión por chorro de tinta basadas en disolventes incluyen preferiblemente 0,5 a 15% en peso de una o más disoluciones sólidas de acuerdo con la invención, 85 a 99,5% en peso de disolvente orgánico y/o compuestos hidrotópicos.

45 Las tintas de fusión en caliente se basan principalmente en ceras, ácidos grasos, alcoholes grasos o sulfonamidas que son sólidas a la temperatura ambiente y se licúan tras el calentamiento, oscilando el intervalo de fusión preferido entre aproximadamente 60°C y aproximadamente 140°C. Tintas para impresión por chorro de tinta de fusión en caliente consisten esencialmente, por ejemplo, en 20 a 90% en peso de cera y 1 a 10% en peso de una o más de las disoluciones sólidas de acuerdo con la invención. También pueden incluir, además, 0 a 20% en peso de un polímero adicional (en calidad de "disolvente de colorante"), 0 a 5% en peso de dispersante, 0 a 20% en

50 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 (previene la cristalización de ceras, por ejemplo) y también 0 a 2% en peso de antioxidante.

55 Las disoluciones sólidas de la presente invención también se pueden utilizar como colorantes para filtro de color, tanto en la mezcla aditiva como en la sustractiva.

En los siguientes ejemplos, las partes se refieren a partes en peso y los porcentajes a porcentaje en peso, a menos que se indique de otro modo.

Preparación de tono de la masa de barniz para estufas de alquido-melamina:

5 En un vaso de precipitados de plástico de 150 ml se dispersan 3,6 g de disolución sólida y 26,4 g de medio de molienda de alquido-melamina (50% de Vialkyd[®] AC 451n/70SNB y 50% de disolvente nafta, le) en el dispersador con 85 g de perlas de vidrio de un diámetro de 3 mm durante 30 min a 660 rpm. Este barniz de color se mezcla lentamente, agitando con una varilla de vidrio, en 60 g de barniz transparente (26,4% de Vialkyd AC 451n/70SNB, 29,4% de Vialkyd AC 451 / 60X, 35,8% de Maprenal MF600/55BIB, 2,2% de disolvente nafta, le, 2,2% de n-butanol, 2,2% de Depanol I, 1,8% de butildiglicol). La pintura obtenida se reduce con un dispositivo de revestimiento control en forma de una película de revestimiento uniforme y regular de 200 µm sobre un patrón de prueba que se seca durante al menos 15 min a la temperatura ambiente y durante 20 min 140°C. Las propiedades de color se midieron utilizando un aparato Minolta 3700, iluminante D65 y observador de 10° de acuerdo con las normas DIN 5033-7, ISO 7724-2.

15 Ejemplo 1:

En un reactor de 1 L se calientan hasta 110°C 300 partes de ácido polifosfórico (85,3-85,5% de P₂O₅). A esta temperatura se añaden 85 partes de ácido 2,5-bis-fenilamino-tereftálico, 10 partes de ácido 2,5-bis-p-tolilamino-tereftálico y 5 partes de ácido 2,5-bis-(4-cloro-fenilamino)-tereftálico, y se agita durante 4 h a 145°C, al tiempo que tiene lugar el cierre del anillo. La masa fundida se vierte en 900 partes de ácido orto-fosfórico (al 20% en peso) a 85°C y se agita durante 1 h. El pigmento bruto se filtra a la temperatura ambiente y la torta de prensado se lava con agua hasta pH neutro. La torta de prensado (equivalente a 1 parte de pigmento seco) se suspende en 10 partes de agua y 4 partes de iso-butanol y se agita durante 5 h a 150°C bajo presión. A la temperatura ambiente se filtra el pigmento, se lava con agua hasta quedar exento de disolvente y se seca a 80°C. La disolución sólida obtenida tiene los siguientes ángulos 2θ de difracción por rayos X: 6,0, 12,2, 13,7, 14,5, 25,0, 26,5, 27,6.

20 El pigmento magenta de tonalidad azul, así obtenido, tiene una tonalidad de tono de la masa de acuerdo con CIELAB: C = 67 y h = 32 en tono de la masa para el barniz para estufa de alquido-melamina (AM).

30 Ejemplo 2:

En un reactor de 1 L se calientan hasta 100°C 500 partes de ácido polifosfórico (85,8-86% de P₂O₅). A esta temperatura se añaden 90 partes de ácido 2,5-bis-fenilamino-tereftálico, 2 partes de ácido 2,5-bis-p-tolilamino-tereftálico y 8 partes de ácido 2,5-bis-(4-cloro-fenilamino)-tereftálico, y se agita durante 5 h a 125°C, al tiempo que tiene lugar el cierre del anillo. La masa fundida se vierte en 1500 partes de ácido orto-fosfórico (al 20% en peso) a 0°C y se agita durante 1 h. El pigmento bruto se filtra a la temperatura ambiente y la torta de prensado se lava con agua hasta pH neutro. La torta de prensado (equivalente a 1 parte de pigmento seco) se suspende en 5 partes de iso-butanol y 4 partes de agua, el pH se ajusta a 8 - 9 y se agita durante 5 h a reflujo. El iso-butanol se separa mediante destilación con vapor de agua y el pigmento se filtra a la temperatura ambiente, se lava hasta neutralidad y se seca a 80°C. La disolución sólida obtenida tiene los siguientes ángulos 2θ de difracción por rayos X: 6,11, 12,37, 13,82, 14,34, 25,00, 26,24, 27,67.

40 El pigmento magenta de tonalidad azul, así obtenido, tiene una tonalidad de tono de la masa de acuerdo con CIELAB: C = 67 y h = 29 en tono de la masa para AM.

45 Ejemplo 3:

En un reactor de 1 L se calientan hasta 100°C 500 partes de ácido polifosfórico (85,8-86% de P₂O₅). A esta temperatura se añaden 80 partes de ácido 2,5-bis-fenilamino-tereftálico, 10 partes de ácido 2,5-bis-p-tolilamino-tereftálico y 10 partes de ácido 2,5-bis-(4-cloro-fenilamino)-tereftálico, y se agita durante 5 h a 120°C, al tiempo que tiene lugar el cierre del anillo. La masa fundida se vierte en 1500 partes de ácido orto-fosfórico (al 20% en peso) a 0°C y se agita durante 1 h. El pigmento bruto se filtra a la temperatura ambiente y la torta de prensado se lava con agua hasta pH neutro. La torta de prensado (equivalente a 1 parte de pigmento seco) se suspende en 5 partes de iso-butanol y 4 partes de agua y se agita durante 5 h a 150°C bajo presión. El iso-butanol se separa mediante destilación con vapor de agua y el pigmento se filtra a la temperatura ambiente, se lava y se seca a 80°C. La disolución sólida obtenida tiene los siguientes ángulos 2θ de difracción por rayos X: 5,98, 12,14, 13,69, 14,44, 24,86, 26,45, 27,60.

55 El pigmento magenta de tonalidad azul, así obtenido, tiene una tonalidad de tono de la masa de acuerdo con CIELAB: C = 66 y h = 31 en tono de la masa para AM.

Ejemplo Comparativo:

- 5 En un reactor de 1 L se calientan hasta 100°C 500 partes de ácido polifosfórico (85,8-86% de P₂O₅). A esta temperatura se añaden 60 partes de ácido 2,5-bis-fenilamino-tereftálico, 25 partes de ácido 2,5-bis-p-tolilamino-tereftálico y 15 partes de ácido 2,5-bis-(4-cloro-fenilamino)-tereftálico, y se agita durante 5 h a 120°C, al tiempo que tiene lugar el cierre del anillo. La masa fundida se vierte en 1500 partes de ácido orto-fosfórico (al 20% en peso) a 0°C y se agita durante 1 h. El pigmento bruto se filtra a la temperatura ambiente y la torta de prensado se lava con agua hasta pH neutro. La torta de prensado (equivalente a 1 parte de pigmento seco) se suspende en 5
- 10 partes de iso-butanol y 4 partes de agua y se agita durante 5 h a 120°C bajo presión. El iso-butanol se separa mediante destilación con vapor de agua, y el pigmento se filtra a la temperatura ambiente, se lava y se seca a 80°C. El modelo de rayos X del pigmento obtenido muestra la formación de una mezcla de dos fases cristalinas. Una fase cristalina de disolución sólida y la fase α de P. R. 202; ángulos 2θ de difracción por rayos X: 5,55, 5,94, 11,05, 12,08, 13,75, 14,67, 24,85, 25,80, 26,54, 27,53, 30,26.
- 15 El pigmento, así obtenido, tiene un matiz de tono de la masa de acuerdo con CIELAB: C = 59 en un tono de la masa para AM.

REIVINDICACIONES

- 5 1.- Disolución sólida monofásica que contiene 65 a 98% en peso de quinacridona no sustituida, 1 a 34% en peso de 2,9-dimetilquinacridona y 1 a 10% en peso de 2,9-dicloroquinacridona, con relación al peso total de la disolución sólida monofásica.
- 10 2.- Disolución sólida según la reivindicación 1, que contiene 69 a 85% en peso de quinacridona no sustituida, 5 a 25% en peso de 2,9-dimetilquinacridona y 5 a 10% en peso de 2,9-dicloroquinacridona, con relación al peso total de la disolución sólida monofásica.
- 15 3.- Disolución sólida según la reivindicación 1, que consiste en 65 a 98% en peso de quinacridona no sustituida, 1 a 34% en peso de 2,9-dimetilquinacridona y 1 a 10% en peso de 2,9-dicloroquinacridona, con relación al peso total de la disolución sólida monofásica de quinacridona.
- 20 4.- Disolución sólida según la reivindicación 1, que consiste en 69 a 90% en peso de quinacridona no sustituida, 2 a 25% en peso de 2,9-dimetilquinacridona y 5 a 10% en peso de 2,9-dicloroquinacridona, con relación al peso total de la disolución sólida monofásica de quinacridona.
- 25 5.- Un método para preparar un disolución sólida según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que 65 a 98% en peso de ácido anilino-tereftálico, 1 a 34% en peso de ácido 2,5-bis(p-tolilamino)-tereftálico y 1 a 10% en peso de ácido 2,5-bis(4-cloro-fenilamino)-tereftálico se condensan en ácido polifosfórico o su éster a 100 hasta 150°C, hidrolizando la masa fundida resultante con agua o con un ácido orto-fosfórico acuoso a una temperatura de 0 a 150°C y aislando la disolución sólida.
- 30 6.- El método según la reivindicación 5, que comprende un tratamiento con disolvente con un disolvente orgánico y/o agua a una temperatura de 80 a 180°C.
- 35 7.- El método según la reivindicación 6, en el que el disolvente orgánico es un butanol.
- 40 8.- El método según la reivindicación 7, en el que el disolvente orgánico es iso-butanol.
- 9.- Uso de una disolución sólida según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 para colorear materiales orgánicos de elevado peso molecular de origen natural o sintético.
- 10.- El uso según la reivindicación 9, en donde el material orgánico de elevado peso molecular es plástico, resina o material de revestimiento.
- 11.- El uso según la reivindicación 10, en donde el material es un tóner o revelador electrofotográfico o un filtro de color.
- 12.- El uso de una disolución sólida según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, para tintas colorantes.
- 13.- El uso según la reivindicación 12, en donde la tinta es una tinta para la impresión por chorro de tinta.