

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 405 324**

51 Int. Cl.:

**C09D 11/00** (2006.01)

**C09B 11/12** (2006.01)

**G03G 9/09** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.10.2003 E 03775208 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.04.2013 EP 1560886**

54 Título: **Agente colorante azul, con una pureza especialmente alta y un efecto positivo de regulación triboeléctrica**

30 Prioridad:

**05.11.2002 DE 10251394**

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

**30.05.2013**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**MICHEL, EDUARD;  
BAUR, RÜDIGER;  
MACHOLDT, HANS-TOBIAS y  
KOHL, NORBERT**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

**ES 2 405 324 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

Agente colorante azul con una pureza especialmente alta y un efecto positivo de regulación triboeléctrica

5 El presente invento está situado en el sector de los agentes colorantes de trifenilmetano. Los agentes colorantes de trifenilmetano presentan una gran importancia industrial en la producción de tintas de impresión azules.

En el documento de patente de los EE.UU. US 3.671.553 se describe un procedimiento especial para la preparación de unos colorantes de trifenilmetano especialmente puros. A pesar de ello, los productos preparados de esta manera contienen hasta 1 % de anilina (según una HPLC) como residuo procedente de la síntesis.

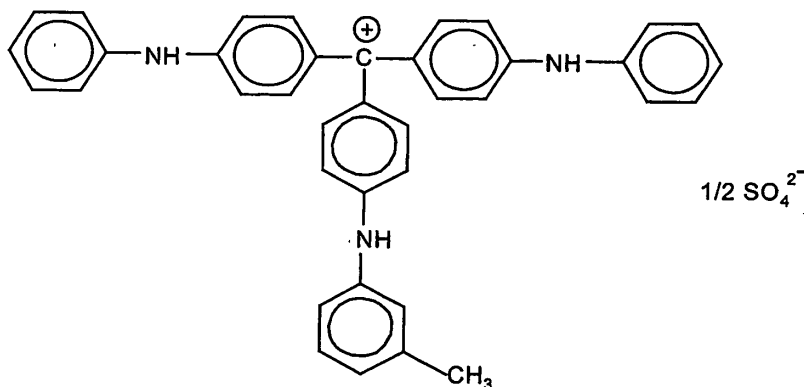
10 En el documento US 5.061.585 se describe un agente colorante de triaminotrifenilmetano sustituido de un modo especial como agente de regulación positiva de cargas eléctricas para tóneres y reveladores electrofotográficos. Este compuesto tiene, sin embargo un contenido relativamente alto de unas impurezas que son críticas para el medio ambiente, en particular de anilina y clorobenceno. La anilina y el clorobenceno constituyen en ese caso unos eductos (productos de partida) para la síntesis de la sustancia diana, que son arrastrados conjuntamente, mediante un conversión química incompleta o unos excesos como impurezas, a lo largo de todo el proceso de preparación, al producto final. Así, el contenido de anilina, medido mediante una cromatografía de gases en el vasito del espacio de cabeza (GC-HS acró-nimo de Gas Chromatography – Head Space) después de una exposición térmica a 120°C durante 1 hora, está situado entre aproximadamente 1.000 y 2.500 ppm (partes por millón), mientras que mediante una cromatografía de fase líquida de alto rendimiento (HPLC acró-nimo de High Performance Liquid Chromatography) de unas muestras disueltas totalmente en metanol, se miden aproximadamente 9.000 - 10.000 ppm de anilina. En el caso del compuesto descrito, se detecta también un manifiesto pico de clorobenceno. No se conocen todavía hasta ahora agentes colorantes de trifenilmetano con un contenido de anilina situado por debajo de 2.000 ppm (según una HPLC).

25 Subsistía por lo tanto la misión de poner a disposición unos agentes colorantes de triaminotrifenilmetano con un contenido de aminas aromáticas primarias, en particular de anilina y m-toluidina, situado por debajo de 2.000 ppm.

Además, subsistía la misión de poner a disposición el agente colorante con un contenido manifiestamente reducido de cationes y aniones inorgánicos, tales como por ejemplo Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, Al<sup>3+</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> o Cl<sup>-</sup>. Este contenido reducido de iones inorgánicos se puede medir por ejemplo mediante la conductividad en una suspensión acuosa del producto.

30 Se encontró que el problema planteado por esta misión se puede resolver mediante un nuevo procedimiento de purificación y aislamiento, tal como se describe seguidamente.

Es objeto del invento un procedimiento para la preparación de un compuesto de la fórmula (1),



(1)

35

mediante una alquilación según Friedel-Crafts del p-clorobenzotricloruro con clorobenceno, una sustitución del cloro combinado en el radical aromático por anilina y m-toluidina, una hidrólisis en condiciones alcalinas para proporcionar la base de colorante y una precipitación en forma del sulfato de la base de colorante de la fórmula (1), caracterizado por que el sulfato de la base de colorante

- 5 a) se recoge en agua y se somete a una primera destilación con vapor de agua, a continuación se filtra y eventualmente se seca a 50 hasta 180°C,  
 b) la torta de prensa se mezcla con agua o respectivamente el sulfato de la base de colorante, eventualmente secado, se empasta con agua,  
 c) se somete a otra destilación con vapor de agua y a otra filtración,  
 10 d) y se somete a una desecación a 50 hasta 180°C.

El producto de la preparación es un compuesto de la fórmula (1), que está caracterizado por un contenido de aminas aromáticas primarias, en particular de anilina y m-toluidina, de menos que 2.000 ppm, de manera preferida de menos que 1.000 ppm, en particular de menos que 500 ppm, determinado por una HPLC. Para esto, el compuesto de la fórmula (1) se seca a 120°C durante aproximadamente 1 hora, se disuelve en metanol y se analiza mediante una HPLC (agente de elución: una mezcla de metanol y agua; columna: RP-select B).

El compuesto está caracterizado también por el hecho de que el mencionado contenido de aminas, medido mediante una GC-HS después de una carga térmica a 120°C durante 1 hora, está situado por debajo de 800 ppm, de manera preferida por debajo de 500 ppm, de manera especialmente preferida por debajo de 300 ppm.

Mientras que en el caso del método de la HPLC se determina todo el contenido de aminas (amina + sulfato de amina) de la sustancia, en el caso del método de la GC-HS se detecta solamente la porción volátil de los compuestos en el espacio gaseoso situado por encima de la sustancia.

Además, el contenido de clorobenceno, después de un acondicionamiento a 120°C durante 1 hora y de una medición mediante una GC-HS, está situado por debajo de 500 ppm, de manera preferida por debajo de 150 ppm, de manera especialmente preferida por debajo de 70 ppm.

Además de ello, la conductividad de una dispersión acuosa al 5 % del producto está situada entre 0,001 y 1,5 mS/cm, de manera preferida entre 0,01 y 1 mS/cm.

De manera preferida, el procedimiento conforme al invento se lleva a cabo de la siguiente manera: En primer lugar, se lleva a cabo una reacción según Friedel-Crafts del p-benzotricloruro con clorobenceno bajo la acción catalítica de tricloruro de aluminio. A continuación, tiene lugar la sustitución del cloro combinado en el radical aromático del producto de Friedel-Crafts por anilina y m-toluidina en una solución en clorobenceno. En la siguiente etapa, el producto intermedio resultante es hidrolizado con una solución acuosa de hidróxido de sodio para dar la "base de colorante". Después de esto, se efectúa la precipitación del deseado producto como "sulfato de la base de colorante" a partir de la solución en clorobenceno con una solución acuosa de ácido sulfúrico en una cascada de precipitación con una filtración realizada posteriormente.

A continuación, se efectúan una recogida del producto precipitado en agua caliente a 70 hasta 100°C, de manera preferida a 90 hasta 100°C, y una subsiguiente destilación con vapor de agua, así como una filtración en condiciones acuosas realizada posteriormente para la eliminación del sulfato de anilina soluble en agua. Después de esto, el producto se puede secar en un proceso de desecación, por ejemplo en un aparato secador de bandejas en estantes, en un aparato secador con aire circulante o en una combinación de éstos, a una temperatura de 50 a 180°C, de manera preferida a 80 hasta 160°C, de manera especialmente preferida a 90 hasta 150°C, eventualmente bajo un vacío hasta de  $10^{-4}$  bares, por ejemplo a 50 hasta 100 mbar. Después de la filtración, la torta de prensa del producto se mezcla con agua en una relación de 1:1 a 1:1.000, de manera preferida de 1:2 a 1:100, de manera especialmente preferida de 1:2 a 1:50, o respectivamente, en el caso de una desecación realizada eventualmente, el producto secado, así obtenido, se empasta en las relaciones descritas, y de nuevo se somete a una destilación con vapor de agua y a una filtración. Después de esto se puede efectuar de nuevo una desecación, en las mismas condiciones que más arriba se han descrito. La etapa adicional de mezcladura de la torta de prensa con agua o respectivamente la etapa de empastado del material secado con agua, seguida por la destilación con vapor de agua y la filtración, se puede repetir de 1 a 10 veces, de manera preferida de dos a cuatro veces, llevándose a cabo después de la última repetición, en cualquier caso, una desecación de la torta de prensa, tal como más arriba se ha descrito.

Con el fin de aumentar la eficacia de la eliminación de las impurezas a partir del producto, puede ser conveniente, ya antes de la primera destilación con vapor de agua y/o antes de una o varias otras destilaciones con vapor de agua, llevar a cabo una molienda en húmedo de la suspensión acuosa del producto, por ejemplo mediante un molino de patea dentada, un molino de púas o un molino de perlas, obteniéndose un tamaño de partículas  $d_{50}$  de 5 nm a 1 mm, de manera preferida de 1 µm a 600 µm, para

las partículas molidas en la suspensión. Mediante esta etapa se aumenta la accesibilidad del agua a las impurezas en las partículas encerradas y por consiguiente es más eficiente la eliminación mediante una destilación con vapor de agua y una filtración en condiciones acuosas.

5 A continuación, el sulfato de la base de colorante, secado, puede ser ajustado por molienda a un deseado tamaño de partículas. Son ventajosos aquí, por ejemplo, los molinos de chorros de aire, los molinos de cuchillas cortantes, los molinos de martillos, los molinos de perlas así como los molinos de impactos. El pretendido tamaño de partículas, determinado mediante una evaluación con microscopio óptico o una difracción de luz láser, y definido por el valor de  $d_{50}$ , está situado convenientemente entre 0,01  $\mu\text{m}$  y 1.000  $\mu\text{m}$ , de manera preferida entre 0,1 y 500  $\mu\text{m}$  y de manera muy especialmente preferida entre 0,5 y 10 400  $\mu\text{m}$ . Es especialmente ventajoso el hecho de que por medio de la molienda resulte un estrecho tamaño de partículas. Se prefiere una región  $\Delta$  ( $d_{95}-d_{50}$ ) más pequeña que 500  $\mu\text{m}$ , en particular más pequeña que 400  $\mu\text{m}$ .

El compuesto contiene unas porciones predominantemente cristalinas, pero también amorfas.

15 El producto se puede emplear para la pigmentación de materiales orgánicos de alto peso molecular de procedencia natural o sintética, por ejemplo de materiales sintéticos, resinas, barnices, pinturas, o tóneres y reveladores electrofotográficos así como de tintas (en general) y tintas de impresión. Los materiales orgánicos de alto peso molecular son por ejemplo éteres y ésteres de celulosas, tales como una etil-celulosa, una nitro-celulosa, un acetato de celulosa o un butirato de celulosa, resinas naturales o resinas artificiales, tales como resinas de polimerización o resinas de condensación, por ejemplo aminoplastos, 20 particular resinas de formaldehído y de urea así como de melamina, resinas alquídicas, resinas acrílicas, fenoplastos, policarbonatos, poliolefinas, tales como un poliestireno, un poli(cloruro de vinilo), un polietileno, un polipropileno, un poli(acrilonitrilo), un poli(éster de ácido acrílico), poliamidas, poliuretanos o poliésteres, un caucho vulcanizado, caseína, una silicona y resinas de silicona, individualmente en forma de mezclas. Además de ello, el producto es apropiado también como agente colorante en materiales de 25 caucho vulcanizado, artículos de oficina, agentes de pintura y limpieza de madera, así como pinturas para artistas. Las tintas de impresión típicas son p.ej. tintas para la impresión offset, tintas para la impresión en huecograbado para ilustraciones así como tintas de impresión para la impresión acuosa y en disolventes de envases y la flexografía. El compuesto se puede emplear como agente colorante para tintas de impresión, por ejemplo por transformación en un compuesto intermedio sulfonado y tratamiento posterior 30 del producto para dar un polvo o una pasta. Unos típicos nombres comerciales son en este caso, por ejemplo, Reflex Blau R54, Reflex Blau A5H-R, Reflex Blau A5H-R31, Reflex Blau A6H-R, Reflex Blau A6H-R31 o Reflex Blau A6L-R31. Unos barnices típicos son barnices para la fabricación en serie y reparación de automóviles, barnices industriales así como pinturas para pintar edificios (p.ej. morteros de materiales sintéticos o pinturas en dispersión). Unas típicas tinciones de materiales sintéticos son p.ej. las realizadas en unos PVC (poli(cloruros de vinilo)) rígidos y plastificados, poliolefinas o poliestirenos. 35 En este caso no tiene ninguna importancia que los mencionados compuestos orgánicos de alto peso molecular se presenten como masas plásticas, como masas fundidas o en forma de soluciones de hilatura, barnices, pinturas o tintas de impresión. Dependiendo de la finalidad de utilización, se manifiesta como ventajoso usar el producto como una mezcla preparada (en inglés blend) o en forma de 40 preparaciones (formulaciones) o dispersiones. Referido al material orgánico de alto peso molecular que se ha de teñir, el producto se emplea en una proporción de 0,05 a 70 % en peso, de manera preferida de 0,1 a 15 % en peso.

45 El producto es apropiado también como agente colorante y como agente de regulación de las cargas eléctricas 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 polimerización así como tóneres especiales. Unos típicos agentes aglutinantes para tóneres son unas resinas de polimerización, de poliadición y de policondensación, tales como resinas epoxídicas con estireno, con acrilato y estireno, con estireno y butadieno, con acrilato, con poliésteres y con fenol, polisulfonas, poliuretanos, individualmente o en combinación, así como un 50 polietileno y un polipropileno, que pueden contener todavía otras sustancias constituyentes, tales como agentes de regulación de las cargas eléctricas, ceras o agentes auxiliares de la fluidez, o que posteriormente son modificados con estas adiciones.

Por lo demás, el producto es apropiado como agente colorante y como agente de regulación de las 55 cargas eléctricas en polvos y barnices en polvo, en particular en barnices en polvo proyectables triboeléctrica o electrocinéticamente, que pasan a usarse para el revestimiento superficial de objetos a base por ejemplo de metal, madera, material sintético, vidrio, material cerámico, hormigón, material textil, papel o caucho. Como agente de regulación de las cargas eléctricas, el producto produce en este caso una elevación del comportamiento propio electrostático del polvo o del barniz en polvo. Como resinas para barnices en polvo se emplean típicamente resinas epoxídicas, resinas de poliésteres que contienen 60 grupos carboxilo e hidroxilo, resinas de poliuretanos y acrílicas conjuntamente con agentes

endurecedores usuales. También encuentran utilización unas combinaciones de resinas. Así, por ejemplo, con frecuencia se emplean unas resinas epoxídicas en combinación con unas resinas de poliésteres que contienen grupos carboxilo e hidroxilo. Unos típicos componentes endurecedores (dependiendo del sistema de resina) son por ejemplo anhídridos de ácidos, imidazoles así como diciandiamida y sus derivados, isocianatos rematados, bis-acil-uretanos, resinas de fenol y melamina, isocianuratos de triglicidilo, oxazolinas y ácidos dicarboxílicos.

El agente colorante azul empleado se puede combinar también con otros agentes reguladores de las cargas eléctricas que regulan de un modo positivo o negativo, con el fin de conseguir unas buenas capacidades técnicas de aplicaciones de acumulación de cargas eléctricas, estando situada la concentración total de los agentes reguladores de las cargas eléctricas, convenientemente, entre 0,01 y 70 % en peso, de manera preferida entre 0,05 y 20 % en peso, de manera especialmente preferida entre 0,1 y 5 % en peso, referida al peso total del tóner, revelador, polvo o barniz en polvo electrofotográfico.

Como otros agentes reguladores de las cargas eléctricas entran en consideración por ejemplo: otros trifenilmetanos; compuestos de amonio e imonio, compuestos de iminio; compuestos de amonio fluorados y de imonio fluorados, amidas de ácidos bis-catiónicas; compuestos de amonio poliméricos; compuestos de dialil-amonio; derivados de sulfuros de arilo, derivados de fenoles, compuestos de fosfonio y compuestos de fosfonio fluorados; calix(n)arenos, oligosacáridos unidos en forma de anillo (ciclodextrinas) y sus derivados, en particular derivados de ésteres con boro, compuestos complejos entre polielectrólitos (IPECs de inter poly electrolyt complexes); sales de poliésteres; compuestos complejos con metales, en particular compuestos complejos de salicilatos y metales, y compuestos complejos de salicilatos y metaloides, sales de silicatos estructurados iónicos, compuestos complejos de ácidos hidroxicarboxílicos y metaloides, bencimidazolonas; azinas, tiazinas u oxazinas, que se exponen en el Colour Index como Pigments (pigmentos), Solvent Dyes (tintes en disolventes, Basic Dyes (tintes básicos) o Acid Dyes (tintes ácidos)..

Son especialmente preferidos los agentes de regulación de las cargas eléctricas seguidamente mencionados, que pueden ser combinados individualmente o en combinación de unos con otros con el agente colorante azul utilizado;

Trifenilmetanos, tales como los que se han descrito p.ej. en el documento US-A-5 061 585; Compuestos de amonio e imonio, tales como los que se han descrito p.ej. en el documento US-A-5 015 676;

Compuestos de amonio fluorados y de imonio fluorados, tales como los que se han descrito p.ej. en el documento US-A-5 069 994; Amidas de ácidos bis-catiónicas, tales como las que se han descrito p.ej. en el documento de solicitud de patente internacional WO 91/10172; Compuestos de dialil-amonio, tales como los que se han descrito p.ej. en los documentos de solicitudes de patentes alemanas DE-A-4 142 541, DE-A-4 029 652 o DE-A-4 103 610;

Derivados de sulfuros de arilo, tales como los que se han descrito p.ej. en el documento DE-A-4 031 705; Derivados de fenoles, tales como los que se han descrito p.ej. en el documento EP-A-0 258 651; Compuestos de fosfonio y compuestos de fosfonio fluorados, tales como los que se han descrito p.ej. en los documentos US-A-5 021 473 y US-A-5 147 748;

Calix(n)arenos, tales como los que se han descrito p.ej. en el documento EP-A-0 385 580; Bencimidazolonas, tales como las que se han descrito p.ej. en el documento EP-A-0 347 695; Oligosacáridos unidos en forma de anillo, tales como los que se han descrito p.ej. en el documento DE-A-4 418 842;

Sales de poliésteres, tales como las que se han descrito p.ej. en el documento DE-A-4 332 170; Compuestos de ciclooligosacáridos, tales como los que se han descrito p.ej. en el documento DE-A-197 11 260;

Compuestos complejos entre polielectrólitos, tales como los que se han descrito p.ej. en el documento DE-A-197 32 995,

Sales de silicatos estructurados iónicos, tales como las que se han descrito p.ej. en el documento PCT/EP 00/11217.

Por lo demás, son apropiados, en particular para tóneres líquidos, unos compuestos iónicos activos superficialmente (tensioactivos) y unos denominados jabones metálicos.

Son especialmente apropiados unos arilsulfonatos alquilados tales como petronatos de bario, petronatos de calcio, dinonil-naftaleno-sulfonato de bario (de carácter básico y neutro), dinonil-sulfonato de calcio, o la sal de Na del ácido dodecibencenosulfónico y poliisobutilen-succinimidias (Chevrons Oloa 1200).

Por lo demás, se adecuan lecitina de soja y polímeros de N-vinil-pirrolidona.

Por lo demás, se adecuan sales de sodio de mono- y diglicéridos fosfatados con sustituyentes saturados e insaturados, copolímeros dibloque AB de A: polímeros de metacrilato de 2-(N;N)di-metilaminoetilo, cuaternizados con p-toluenosulfonato de metilo, y de B: poli(metacrilato de 2-etil-hexilo).

Son apropiados por lo demás, en particular en tóneres líquidos, unos carboxilatos di- y trivalentes, en particular triestearato de aluminio, estearato de bario, estearato de cromo, octoato de magnesio, estearato de calcio, naftalito de hierro y naftalito de zinc.

5 Son apropiados por lo demás unos agentes quelatantes reguladores de las cargas eléctricas (documento EP 0 636 945 A1), unos compuestos (iónicos) metálicos (documento EP 0 778 501 A1), unas sales fosfatos metálicos, tales como las que se han descrito en el documento de solicitud de patente japonesa JA 9 (1997)-106107. Son apropiadas por lo demás unas azinas con los siguientes números del Colour-Index: C.I. Solvent Black (negro) 5, 5:1, 5:2, 7, 31 y 50; C.I. Pigment Black 1, C.I. Basic Red (rojo) 2 y C.I. Basic Black 1 y 2.

10 El agente colorante azul utilizado es incorporado homogéneamente de manera individual o en combinación de unos con otros o con otros agentes reguladores de las cargas eléctricas precedentemente mencionados, en una concentración de 0,01 a 50 % en peso, de manera preferida de 0,05 a 20 % en peso, de manera especialmente preferida de 0,1 bis 5,0 % en peso, referida a la mezcla total, en el agente aglutinante del respectivo toner, revelador, barniz, barniz en polvo, material de electretos o del polímero que se ha de separar por medios electrostáticos, por ejemplo por extrusión o incorporación por amasadura, molienda con perlas o con un Ultraturax (agitador rápido). En este caso, los compuestos empleados se pueden mezclar en forma de polvos secados y molidos, dispersiones o soluciones, tortas de prensa, tandas patrón, preparaciones, pastas empastadas, como compuestos extendidos sobre soportes apropiados, tales como p.ej. gel de sílice, o respectivamente mezclados con tales soportes, TiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, un negro de carbono, o extendidos a partir de una solución acuosa o no acuosa, o en otra forma distinta. Asimismo, los compuestos utilizados se pueden añadir fundamentalmente también ya durante la producción de la respectiva matriz de polímero para tóneres, es decir en el transcurso de su polimerización, poliadición o policondensación, así como en el caso de la producción de tóneres de polimerización, por ejemplo durante la polimerización en suspensión o en emulsión, o en el caso de la conglomeración de sistemas poliméricos para partículas de tóneres.

30 El agente colorante azul así como los agentes reguladores de las cargas eléctricas se pueden emplear también en forma de dispersiones acuosas, acuosas-orgánicas u orgánicas finamente divididas. Los tamaños de partículas (valores de d<sub>50</sub>) están situados entre 1 nm y 1 µm, de manera preferida entre 50 y 500 nm. Son convenientes unas concentraciones del agente regulador de las cargas eléctricas comprendidas entre 0,01 y 50 % en peso, de manera preferida entre 0,1 y 30 % en peso, referidas al peso total de la dispersión. La viscosidad de una tal dispersión está situada convenientemente entre 0,5 y 10<sup>6</sup> mPa s, de manera preferida entre 1 y 5.000 mPa s. En el caso de dispersiones acuosas o acuosas-orgánicas se emplea agua, de manera preferida en forma de agua destilada o desalinizada. En el caso de dispersiones orgánicas o acuosas-orgánicas se emplean como medio orgánico uno o varios disolventes orgánicos, preferiblemente tomados del conjunto de los alcoholes mono- o polivalentes, sus éteres y ésteres, p.ej. alcanoles, en particular con 1 a 4 átomos de C, tales como p.ej. metanol, etanol, propanol, isopropanol, butanol, isobutanol; alcoholes di- o trivalentes, en particular con 2 a 6 átomos de C, p.ej. etilenglicol, propilenglicol, 1,3-propanodiol, 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, 1,2,6-hexanotriol, glicerol, di(etilenglicol), di(propilenglicol), tri(etilenglicol), un poli(etilenglicol), tri(propilenglicol), un poli(propilenglicol); éteres alquílicos inferiores de alcoholes polivalentes, tales como p.ej. el éter monometílico- o -etilico o -butílico de etilenglicol; el éter monometílico o -etilico de tri(etilenglicol); cetonas y cetonas-alcoholes, tales como p.ej. acetona, metil-etil-cetona, di-etil-cetona, metil-isobutil-cetona, metil-pentil-cetona, ciclohexanona, ciclohexanona, diacetona-alcohol; amidas, tales como p.ej. dimetil-formamida, dimetil-acetamida y N-metil-pirrolidona.

45 Para la preparación de dispersiones estables se pueden emplear además todavía unos usuales agentes auxiliares del dispersamiento iónicos o no iónicos, tales como p.ej. sulfonatos, fosfatos, polifosfatos, carbonatos, silicatos, hidróxidos, jabones metálicos, polímeros, tales como acrilatos, derivados de ácidos grasos o compuestos de glicósidos. Además, las dispersiones pueden contener unos agentes formadores de compuestos complejos con metales tales como p.ej. EDTA o NTA.

55 Por lo demás, las dispersiones pueden contener todavía otros usuales materiales aditivos, tales como por ejemplo agentes conservantes, biocidas, antioxidantes, sustancias activas superficialmente, aniónicas, anfóteras o no ionógenas (agentes tensioactivos y agentes humectantes), desgasificadores/antiespumantes así como agentes para la regulación de la viscosidad, p.ej. un poli(alcohol vinílico), derivados de celulosas o resinas naturales o artificiales solubles en agua y polímeros como agentes formadores de películas o respectivamente agentes aglutinantes con el fin de aumentar la resistencia de adhesión y a la abrasión. Como agentes reguladores del pH pasan a emplearse bases y ácidos de carácter orgánico o inorgánico. Unas bases orgánicas preferidas son unas aminas, tales como p.ej. etanolamina, dietanolamina, trietanolamina, N,N-dimetil-etanolamina, diisopropilamina, aminometil-propanol o dimetilaminometil-propanol. Unas bases inorgánicas preferidas son los hidróxidos de sodio, de potasio y de litio, o el amoníaco. Otros componentes pueden ser unos compuestos hidrótopos, tales

como p.ej. formamida, urea, tetrametil-urea,  $\epsilon$ -caprolactama, etilenglicol, di(etilenglicol), tri(etilenglicol), un poli(etilenglicol), butilglicol, metil-cellosolve, glicerol, azúcares, N-metil-pirrolidona, 1,3-dietil-2-imidazolidinona, tioglicol, bencenosulfonato de sodio, xilenosulfonato de Na, toluenosulfonato de Na, cumenosulfonato de Na, benzoato de Na, salicilato de sodio o butilmonoglicolsulfato de sodio.

5 La concentración de estos agentes auxiliares del dispersamiento y/o de unos materiales aditivos usuales en la dispersión está situada convenientemente entre 0,001 y 80 % en peso, de manera preferida entre 0,01 y 50 % en peso, referida al peso total de la dispersión.

Con el fin de producir tóneres cromáticos electrofotográficos se pueden añadir otros agentes colorantes tales como pigmentos cromáticos orgánicos, pigmentos inorgánicos o colorantes, usualmente en forma de polvos, dispersiones, tortas de prensa, soluciones o tandas patrón.

10 Los pigmentos cromáticos orgánicos pueden ser del conjunto de los pigmentos azoicos o pigmentos policíclicos o de los cristales mixtos (soluciones sólidas) de tales pigmentos.

Pigmentos azules y/o verdes preferidos son ftalocianinas de cobre tales como los C.I. Pigment Blue 15, 15:1, 15:2, 15:3, 15:4, 15:6, P. Blue 16 (ftalocianina exenta de metales), o ftalocianinas con aluminio, níquel, hierro o vanadio como átomo central, además pigmentos de triarilcarbonio tales como los Pigment Blue 1, 2, 9, 10, 14, 16, 56, 60, 61, 62, 68, 80. Los Pigment Green 1, 4, 7, 17, 36, 50 45; pigmentos de color anaranjado (Orange), tales como p.ej. los P.O. 5, 13, 34, 36, 38, 43, 62, 68, 70, 72, 71, 74; pigmentos de color amarillo (Yellow), tales como p.ej. los P.Y. 12, 13, 14, 17, 74, 83, 93, 97, 111, 120, 122, 139, 151, 154, 155, 174, 175, 176, 180, 174, 185, 194, 213, 214; pigmentos de color rojo (Red), tales como p.ej. los P.R. 2, 3, 4, 5, 9, 38, 48, 53, 57, 112, 122, 144, 146, 147, 149, 168, 170, 175, 176, 177, 179, 181, 184, 185, 186, 188, 189, 202, 207, 208, 209, 210, 214, 219, 238, 253, 254, 255, 256, 257, 266, 269, 270, 272, 279. pigmentos violetas tales como los P.V. 1, 19, 23, 32, negros de carbono tales como los P. Black 7, 11, 33, o en su forma modificada superficialmente, tales como los que se han descrito en el documento US 5.554.739, óxidos de hierro y manganeso; por lo demás cristales mixtos, tales como por ejemplo los procedentes de los pigmentos más arriba descritos, tales como los C.I. Pigment Violett 19 y C.I. Pigment Red 122,

así como pigmentos azoicos modificados superficialmente, tales como los que se han descrito en el documento WO 01/30919. Las mezclas pueden ser preparadas en forma de los polvos, de los granulados, por mezcla de tortas de prensa, tortas de prensa secadas por atomización, tandas patrón así como por dispersamiento (extrusión, amasadura, el procedimiento del mezclador de rodillos, molinos de perlas, Ultraturax, ultrasonidos) en presencia de un material de soporte en una forma sólida o líquida (tintas sobre unas bases acuosa y no acuosa) así como por anegamiento en presencia de un material de soporte. Si el agente colorante se emplea con altas proporciones de agua o de disolventes (> 5 %) entonces la mezcla puede transcurrir también en presencia de temperaturas elevadas, apoyada por un posterior enfriamiento de la masa de la mezcla y por un vacío. El proceso de anegamiento puede transcurrir en presencia o ausencia de disolventes orgánicos y de ceras.

En particular para el aumento del brillo, pero también para el matizado del tono de color, se aconsejan unas mezclas con colorantes orgánicos. Como tales se han de mencionar de manera preferida:

40 Colorantes solubles en agua tales, como p.ej. Direct, Reactive y Acid Dyes (tintes directos, reactivos y ácidos), así como colorantes solubles en disolventes, tales como p.ej. Solvent Dyes, Disperse Dyes (dispersos) y Vat Dyes (de tina). Como ejemplos se han de mencionar: C.I. Reactive Yellow 37, Acid Yellow 23, Reactive Red 23, 180, Acid Red 52, Reactive Blue 19, 21, Acid Blue 9, Direct Blue 199, Solvent Yellow 14, 16, 25, 56, 62, 64, 79, 81, 82, 83, 83:1, 93, 98, 133, 162, 174, Solvent Red 8, 19, 24, 49, 89, 90, 91, 92, 109, 118, 119, 122, 124, 127, 135, 160, 195, 212, 215, Solvent Blue 44, 45, Solvent Orange 45 41, 60, 63, Disperse Yellow 64, Vat Red 41, Solvent Black 45, 27.

También se pueden emplear colorantes y pigmentos con propiedades fluorescentes, tales como los ®Luminoles (de Riedel-de Haen), por ejemplo con el fin de producir tóneres seguros contra la falsificación. Por lo demás, los agentes colorantes se pueden utilizar también en una especial forma revestida con ceras, tal como se describe en el documento de solicitud de patente europea EP-A-1 204 005, en combinación con los agentes reguladores de las cargas eléctricas.

Unos pigmentos inorgánicos, tales como por ejemplo  $\text{TiO}_2$  o  $\text{BaSO}_4$ , sirven las mezclas para el aclaramiento. Además son apropiadas unas mezclas con pigmentos de efecto, tales como por ejemplo pigmentos de brillo nacarino, pigmentos de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (®Paliochrome) así como pigmentos constituidos sobre la base de pigmentos colestéricos, que en dependencia del ángulo de observación proporcionan diferentes impresiones cromáticas.

Los tóneres electrofotográficos y también los barnices en polvo pueden contener además todavía unas ceras. El concepto de "cera" designa a una serie de sustancias naturales u obtenidas artificialmente, que por regla general tienen las siguientes propiedades: Son amasables a 20°C, desde sólidas hasta duras y frágiles, cristalinas desde gruesas hasta finas, desde traslúcidas hasta opacas, pero no de tipo vítreo; por

encima de 40°C se funden sin descomposición, ya un poco por debajo del punto de fusión tienen relativamente una baja viscosidad y no forman madejas, tienen una consistencia y una solubilidad fuertemente dependientes de la temperatura y son pulimentables bajo una ligera presión.

5 Como ceras se prefieren: Ceras naturales, tales como ceras vegetales, p.ej. cera de carnauba, cera de candelilla, y ceras animales, p.ej. cera de abejas, ceras naturales modificadas, tales como p.ej. ceras de parafinas, microceras, ceras parcialmente sintéticas, tales como p.ej. ceras de ésteres montánicos, o ceras totalmente sintéticas, tales como ceras poliolefínicas, p.ej. ceras de polietileno y de polipropileno, ceras de poli(etilenglicoles), ceras de copolímeros de cicloolefinas, ceras de amidas, tales como p.ej. N,N'-diestearil-etilendiamina, ceras de zirconoceno así como ceras poliolefínicas que contienen cloro o flúor, o mezclas de ceras de polietileno y de poli(tetrafluoroetileno).

15 Tiene interés también un tóner, polvo o barniz en polvo electrofotográfico, que contiene de 30 a 99,99 % en peso, de manera preferida de 40 a 99,5 % en peso, de un agente aglutinante usual, tal como por ejemplo una resina de estireno, de estireno y acrilato, de estireno y butadieno, de acrilato, de uretano, acrílica, de poliéster o epoxídica o una combinación de las dos últimas, de 0,01 a 50 % en peso, de manera preferida de 0,05 a 20 % en peso, de manera especialmente preferida de 0,1 a 5 % en peso, del producto, y eventualmente de 0,001 a 50 % en peso, de manera preferida de 0,05 a 20 % en peso de otro agente colorante y/o agente regulador de las cargas eléctricas, en cada caso referido al peso total del tóner, polvo o barniz en polvo electrofotográfico.

20 Además, el compuesto descrito puede ser aplicado sobre agentes libremente fluyentes (del inglés "Free-Flow Agents") como un adicional agente regulador de las cargas eléctricas en forma suspendida o en forma de una mezcla seca. El compuesto descrito puede ser empleado también para un revestimiento sobre soportes (del inglés "Carrier-Coating").

25 Por lo demás, el producto es apropiado como agente colorante en tintas para la impresión por chorros de tinta sobre unas bases acuosa y no acuosa así como en aquellas tintas que trabajan según el procedimiento de fusión en caliente (en inglés Hot-melt). En este caso, él se puede utilizar. también en combinación con otras tintas, para la producción de tintas por ejemplo de color magenta, de color cian, amarillo o negro.

Las tintas para la impresión por chorros de tinta (en inglés Ink-Jet) contienen en total de 0,5 a 15 % en peso, de manera preferida de 1,5 a 8 % en peso (calculado como material seco) del producto.

30 Las tintas en microemulsión se basan en disolventes orgánicos, agua y eventualmente una sustancia hidrófoba adicional (mediador interfacial). Las tintas en microemulsión contienen por lo general de 0,5 a 15 % en peso, de manera preferida de 1,5 a 8 % en peso, del producto, de 5 a 99 % en peso de agua y de 0,5 a 94,5 % en peso de un disolvente orgánico y/o de compuestos hidrófobos.

35 Las tintas para la impresión por chorros de tinta "basadas en disolventes" (en inglés "Solvent based") contienen de manera preferida de 0,5 a 15 % en peso del producto, de 85 a 99,5 % en peso de un disolvente orgánico, y/o compuestos hidrófobos.

40 Las tintas de fusión en caliente se basan en la mayor parte de los casos en ceras, ácidos grasos, alcoholes grasos o sulfonamidas, que son sólidas/os a la temperatura ambiente y se vuelven líquidas/os al calentar, estando situado el intervalo de fusión preferido entre aproximadamente 60°C y aproximadamente 140°C. Las tintas para la impresión por chorros de tinta de fusión en caliente se componen p.ej. en lo esencial de 20 a 90 % en peso de una cera y de 1 a 10 % en peso del producto. Además, pueden estar contenidos de 0 bis 20 % en peso de un polímero adicional (como "disolventor de los colorantes"), de 0 a 5 % en peso de agentes auxiliares del dispersamiento, de 0 a 20 % en peso de agentes modificadores de la viscosidad, de 0 a 20 % en peso de agentes plastificantes, de 0 a 10 % en peso de un aditivo promotor de pegajosidad, de 0 a 10 % en peso de un agente estabilizador de la transparencia (que impide p.ej. una cristalización de las ceras) así de 0 a 2 % en peso de agentes antioxidantes. Unos típicos materiales aditivos y agentes auxiliares se describen p.ej. en el documento de patente de los EE.UU. US-PS 5.560.760.

50 Además, el compuesto es apropiado también como un agente para el embellecimiento de tonos negros, rojos, amarillos o pardos, por ejemplo en tóneres, reveladores, tintas de impresión, barnices, materiales sintéticos, materiales de caucho, pinturas, artículos de oficina, pinturas de artistas o tintas para la impresión por chorros de tinta.



5 Por lo demás, el producto es apropiado también como agente colorante para filtros cromáticos, para la generación de color tanto aditiva como subtractiva, así como en calidad de agente colorante y de regulación de las cargas eléctricas para tintas electrónicas (“electronic inks”) o para papeles electrónicos (“e-paper”), que son conocidos a partir de la bibliografía, tal como por ejemplo a partir de la cita de Shuichi Maeda, Kohei Gocho y Makoto Omodani, “Electrical Twisting Sticks in a Transparent Tube” [Bastoncillos de torsión eléctrica en un tubo transparente], Proceedings of the International Congress of Imaging Science [Actas del congreso internacional de la ciencia de representación en imágenes] 2002, Tokio, páginas 507-508.

10 Por lo demás, el compuesto descrito es apropiado también para la modificación superficial de partículas de pigmentos, tal como se describe por ejemplo en los documentos WO 01/30919 A1, US 5.922.118 o US 5.554.739.

15 Además de esto, el compuesto descrito, como agente regulación de las cargas eléctricas, puede mejorar considerablemente el comportamiento de acumulación de cargas eléctricas así como de estabilidad de las cargas eléctricas de materiales de electretos, en particular fibras de electretos. Unos típicos materiales de electretos se basan en poliolefinas, poliolefinas halogenadas, poliacrilatos, poli(acrilonitrilos), poliestirenos o polímeros fluorados, tales como, por ejemplo, un polietileno, un polipropileno, un poli(tetrafluoroetileno) y un polímero de etileno y propileno perfluorado, o en poliésteres, policarbonatos, poliamidas, poliimididas, poli(éter-cetonas), en poli(sulfuros de arileno), en particular poli(sulfuros de fenileno), en poliacetales, ésteres de celulosas, poli(tereftalatos de alquileno) así como mezclas de tales polímeros. Los materiales de electretos, en particular las fibras de electretos, se pueden emplear por ejemplo para la filtración (finísima) de polvos. Los materiales de electretos pueden obtener su carga eléctrica mediante una acumulación de cargas por efecto corona o triboeléctrico.

20 Por lo demás, el compuesto descrito se puede utilizar como agente regulador de las cargas eléctricas en procesos electrostáticos de separación, en particular en procesos de separación de polímeros. Sin agentes reguladores de las cargas eléctricas, el polietileno de baja densidad = Low Density Polyethylen (LDPE)” y el polietileno de alta densidad = High Density Polyethylen” (HDPE) acumulan cargas de una manera amplísimamente similar mediante electricidad de fricción. Después de una adición de agentes reguladores de las cargas eléctricas, los LDPE se cargan de modo fuertemente positivo y los HDPE se cargan de modo fuertemente negativo y de esta manera se pueden separar bien. Junto a la aplicación externa de los agentes reguladores de las cargas es posible también una incorporación de los mismos en el polímero, con el fin de desplazar por ejemplo a un polímero dentro de la serie de tensiones triboeléctricas y obtener un correspondiente efecto de separación. Asimismo se pueden separar entre sí otros polímeros tales como p.ej. un polipropileno (PP) y/o un poli(tereftalato de etileno) (PET) y/o un poli(cloruro de vinilo) (PVC).

35 El compuesto descrito se puede utilizar además también para la separación de minerales salinos, al mejorar la acumulación de carga electrostática específica para un substrato mediante su adición (acondicionamiento superficial).

40 Por lo demás el compuesto descrito, a causa de las propiedades de regulación de las cargas eléctricas, se puede emplear también como agentes que proporcionan conductividad eléctrica = “Electroconductivity Providing Agents” (ECPA) en tintas para la impresión por chorros de tinta.

Los mencionados métodos de análisis se llevan a cabo de la siguiente manera:

1) HPLC:

- Columna: RP-select B;
- Agente de elución: mezclas de agua y metanol, comenzando con una mezcla de 30 % metanol y 70 % de agua, y luego en el transcurso de 20 minutos llegando a 50 % de metanol, luego en el transcurso de 10 minutos llegando a 100 % de metanol, y luego permaneciendo constante durante 10 minutos en 100 % de metanol;
- Temperatura: 40°C;
- Caudal de paso: 0,2 ml/minuto;

50 2) Espacio de cabeza + GC/MS -:

- a) Espacio de cabeza: 120°C, 60 minutos
- b) GC/MS
  - Columna: HP-624 (VOC), (0,25 mm, 60 m);
  - Gas portador: helio;
  - Horno: a 40°C (durante 2 minutos), 250°C (20 K/minuto), 250°C (30 minutos);

- relación de separación (del inglés "split ratio": 30:1.

En los siguientes Ejemplos, las partes significan partes en peso y los tantos por ciento significan tantos por ciento en peso.

#### Ejemplo de preparación:

- 5 2,6 l de clorobenceno y 600 g de cloruro de aluminio se reunieron en un matraz mediando agitación a 25°C, a continuación se añadieron en porciones 986 g de p-clorobenzotricloruro a como máximo 35°C, la mezcla se calentó a 60°C, se agitó posteriormente durante 6 horas y después de esto se enfrió a la temperatura ambiente. A continuación, se añadieron a 30 hasta 40°C 520 ml de m-toluidina a la mezcla, la mezcla se calentó lentamente a 130°C y luego se agitó posteriormente durante 2 horas a esta temperatura. Luego se añadieron 2,1 l de anilina en el transcurso de 3 horas y la temperatura de reacción se aumentó a 160 hasta 165°C. En este caso, el clorobenceno se separa por destilación. Con el fin de eliminar el clorobenceno restante, se aplicó a 160 hasta 165°C un vacío desde ligero hasta mediano. Finalmente, se enfrió de nuevo y se suprimió el vacío.
- 10
- 15 Luego, en un segundo matraz se dispuso previamente una solución al 33 % de hidróxido de sodio, la mezcla de reacción procedente del primer matraz se añadió mediando agitación a aproximadamente 95°C y se agitó posteriormente durante 3 horas a 95°C. Después de haber añadido 2 l de agua a la mezcla de reacción y al agitador, la fase inferior de aluminato se separó. Después de esto se añadieron a la mezcla 9,2 l de clorobenceno así como 4 l de agua, se calentó a 50°C mediando agitación y se dejó sedimentar de nuevo durante 1 hora. La fase inferior en clorobenceno, que contenía la "base azul", se separó y se precipitó a aproximadamente 50 hasta 70°C en una solución de 40 % de ácido sulfúrico en una cascada de precipitación, y a continuación el "sulfato de base colorante" obtenido se separó por filtración.
- 20 El sulfato de base colorante, precipitado y filtrado, se lavó con agua caliente a 90 hasta 100°C y se sometió a una destilación con vapor de agua a 100°C, a una filtración y a una desecación subsiguientes a aproximadamente 110°C en un aparato secador de bandejas en estantes, a un empastado del producto secado con una cantidad ponderal diez veces mayor de agua y a una segunda destilación con vapor de agua con una filtración y una desecación subsiguientes a 110°C.
- 25

#### Caracterización:

- Aspecto: polvo de color azul oscuro
- Contenido de anilina: 180 ppm (según una GC-HS después de 1 h/120°C)
- 30 - Contenido de anilina: 290 ppm (según una HPLC en una mezcla de metanol y agua, después de 1 h/120°C)
- Contenido de m-toluidina: < 50 ppm (según una HPLC en una mezcla de metanol y agua después de 1 h/120°C)
- Contenido de clorobenceno: 30 ppm (según una GC-HS después de 1 h/120°C)
- 35 - tan  $\delta$  (1 kHz): 0,03
- Resistencia eléctrica específica:  $5 \times 10^{13} \Omega \text{cm}$
- Cristalinidad: Picos en el diagrama de difracción de rayos X con los siguientes ángulos  $2\theta$  (radiación de  $\text{CuK}\alpha$ ): 6,93° (mediana); 12,03° (mediana); 13,90° (mediana); 18,44° (fuerte); 21,13° (débil); 21,64° (débil); 22,45° (débil); 24,57° (débil); 28,14° (débil); 30,53° (débil); 32,42° (débil); el agente colorante azul no muestra, en comparación con el colorante de trifenilmetano conocido hasta ahora, que tiene un contenido manifiestamente más alto de impurezas, tales como por ejemplo anilina o clorobenceno, ningún pico (débil) a  $2\theta = 6^\circ$ ;
- 40 - Espectro de IR\*: Bandas características en el caso de los siguientes números de ondas  $\nu$  [ $1/\text{cm}$ ]: 3.600-3.300 (varias bandas, débiles); 3.300-2.600 (varias bandas, débiles); 2.600-1.700 (varias bandas, débiles); 1.650-1.600 (una banda, mediana); 1.600-1.550 (una banda, fuerte); 1.550-1.450 (varias bandas, débiles); 1.400-1.300 (dos bandas, fuertes); 1.300-1.200 (varias bandas, medianas); 1.200-1.150 (una banda, fuerte); 1.150-1.000 (varias bandas, débiles); 1.000-400 (varias, bandas, débiles);
- 45 - DSC\*\*: Ninguna descomposición a 250°C (bajo una atmósfera de aire); unos picos de descomposición a 262°C (débil), 295°C (mediana), a partir de 315°C (fuerte);
- 50 - Valor del pH: 2,8
- Conductividad eléctrica: 450  $\mu\text{S}/\text{cm}$
- Humedad residual: 1,6 % (según Karl-Fischer)
- Distribución de tamaños de partículas :  $d_{50} = 7,4 \mu\text{m}$ ,  $d_{95} = 17,2 \mu\text{m}$  (contador de Coulter);
- \* IR = infrarrojos; \*\* DSC = calorimetría de barrido diferencial

#### 55 Ejemplo de uso 1:

1 parte del compuesto procedente del Ejemplo de preparación se incorpora homogéneamente mediante una amasadora, en el transcurso de 30 minutos, en 99 partes de un agente aglutinante para tóneres (copolímero de estireno y acrilato 60:40 @Almacryl B-1501). A continuación, se muele en un molino universal de laboratorio y luego se clasifica en un clasificador centrífugo. La deseada fracción de

## ES 2 405 324 T3

partículas (de 4 a 25  $\mu\text{m}$ ) se activa con un soporte, que se compone de partículas de magnetita con un tamaño de 50 a 200  $\mu\text{m}$ , que están revestidas con un copolímero de estireno y metacrilato (90:10).

- 5 La medición se efectúa en un usual puesto de medición de q/m. Mediante utilización de un tamiz con una anchura de mallas de 45  $\mu\text{m}$ , se asegura que en el caso de producirse emisiones por soplado de toner no se arrastre consigo nada del soporte. Las mediciones se efectúan con una humedad relativa del aire de aproximadamente 50 %. En dependencia de la duración de la activación, se miden los valores de q/m [ $\mu\text{C/g}$ ] que se indican en la siguiente Tabla:

Duración de la activación	Acumulación de cargas eléctricas q/m [ $\mu\text{C/g}$ ]
5 min.	+14
10 min.	+15
30 min.	+15
2 hora	+16

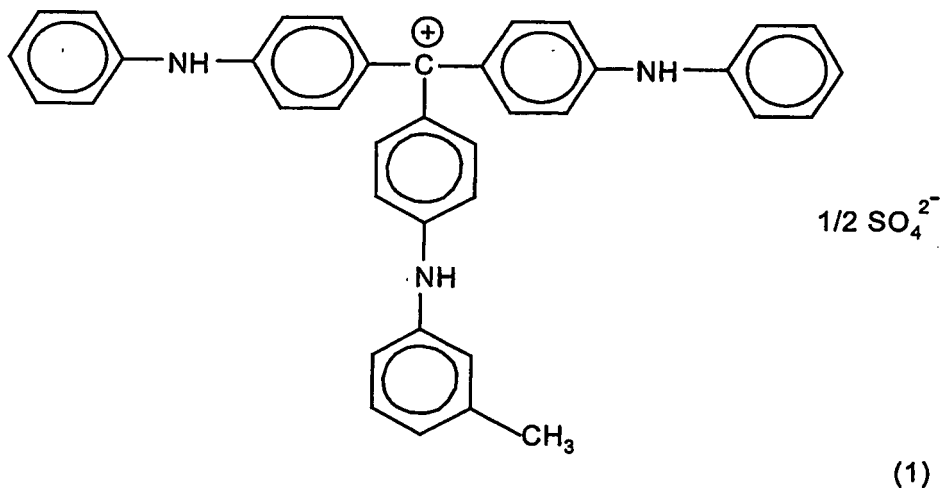
10 **Ejemplo de uso 2:**

Se procede como en el Ejemplo de uso 1, incorporándose adicionalmente todavía 5 partes de un pigmento orgánico (negro de carbono @Mogul L, de Cabot)

Ejemplo nº	q/m [ $\mu\text{C/g}$ ]			
	5 min.	10 min.	30 min.	120 min.
2	+10	+12	+13	+14

## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de un compuesto de la fórmula (1),



- 5 mediante una alquilación según Friedel-Crafts del p-clorobenzotricloruro con clorobenceno, una sustitución del cloro combinado en el radical aromático por anilina y m-toluidina, una hidrólisis en condiciones alcalinas para proporcionar la base de colorante y una precipitación en forma del sulfato de la base de colorante de la fórmula (1), caracterizado por que el sulfato de la base de colorante
- 10 a) se recoge en agua y se somete a una primera destilación con vapor de agua, a continuación se filtra y eventualmente se seca a 50 hasta 180°C,
- b) la torta de prensa se mezcla con agua o respectivamente el sulfato de la base de colorante, eventualmente secado, se empasta con agua,
- c) se somete a otra destilación con vapor de agua y a otra filtración,
- d) y se somete a una desecación a 50 hasta 180°C.
- 15 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que las etapas b) y c), eventualmente incluyendo a la d) se repiten de una a diez veces, de manera preferida de dos a cuatro veces, siendo llevada a cabo la etapa d) después de la última repetición en cada caso.
3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, caracterizado por que la desecación se lleva a cabo a una temperatura comprendida entre 80 y 160°C.
- 20 4. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que el sulfato de la base colorante se mezcla o respectivamente empasta con agua en la relación de 1:1 hasta 1:1.000.
5. Procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 4, caracterizado por que el sulfato de la base colorante, antes de la primera destilación con vapor de agua y/o antes de una o varias otras destilaciones con vapor de agua, se somete a una molienda en húmedo.