

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 604 819**

51 Int. Cl.:

C09D 11/037 (2014.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **04.09.2013 PCT/EP2013/002652**

87 Fecha y número de publicación internacional: **17.04.2014 WO14056563**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.09.2013 E 13758759 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.11.2016 EP 2906643**

54 Título: **Agente dispersante de materias primas regenerativas para preparaciones pigmentarias exentas de agentes aglutinantes**

30 Prioridad:

09.10.2012 DE 102012019786

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

09.03.2017

73 Titular/es:

**CLARIANT INTERNATIONAL LTD (100.0%)
Rothausstrasse 61
4132 Muttenz, CH**

72 Inventor/es:

AHRENS, HENDRIK

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 604 819 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 dispersante de materias primas regenerativas para preparaciones pigmentarias exentas de agentes aglutinantes

5 Son objeto de la presente invención preparaciones pigmentarias acuosas, exentas de agentes aglutinantes, que contienen las fosfatidas y amidas de ácido polihidroxigraso, como por ejemplo materiales fibrosos, colorante para pasta de papel, substancias de revestimiento, esmaltes, pinturas, y su empleo para el estampado de productos planos bidimensionales, como por ejemplo papel, cartonajes, material sintético, materiales textiles y cuero.

10 Según el estado de la técnica se proponen una pluralidad de compuestos como agentes humectantes y dispersantes apropiados, que se obtienen habitualmente a partir de materias primas petroquímicas. Recientemente se buscan rutas de síntesis y fuentes de materias primas alternativas, que hacen accesibles agentes humectantes y dispersantes ecológicos, y fuentes de materias primas regenerativas, vegetales.

15 Según el estado de la técnica son ya conocidos una pluralidad de compuestos que son accesibles a partir de materias primas regenerativas, y se pueden emplear como agentes humectantes y dispersantes para preparaciones pigmentarias, pinturas y esmaltes. Mediante saponificación de grasa natural, aceites, ceras y resinas, son accesibles compuestos iónicos naturales, como ácidos naturales y fosfatidas, que se pueden emplear como agentes dispersantes para pigmentos.

El documento US-1863331 describe pastas pigmentarias que contienen oleato amónico como agente dispersante.

El documento US-1986029 describe ácidos grasos de semillas de lino como agente auxiliar para la obtención de preparaciones pigmentarias que contienen disolventes.

20 El documento US-2043397 describe aceite de ricino como agente dispersante en pastas de impresión offset.

El documento US-2068066 describe ácidos grasos naturales, como ácido esteárico, ácido oleico, ácido palmítico y ácido láurico, para el tratamiento superficial de pigmentos inorgánicos.

El documento US-2130554 describe lecitina como agente dispersante para suspensiones pigmentarias en disolventes orgánicos.

25 El documento US-2271409 describe fosfatidas, como por ejemplo lecitina de soja, como agente dispersante en jabones.

El documento US-2294381 describe ácido naftólico para el tratamiento superficial de pigmentos.

El documento US-2337597 describe ácido tanínico como agente dispersante para pigmentos minerales arcillosos.

30 El documento US-2342641 describe ácido tanínico como agente dispersante en procedimientos de teñido de pigmentos.

El documento US-2965510 describe ácidos de resina de colofonia como agente dispersante para pigmentos de hollín.

35 El documento W0-2010/056833 enseña composiciones que contienen lecitina y agentes tensioactivos no iónicos.

40 Además de compuestos iónicos, también son conocidos compuestos no iónicos, que se pueden obtener a partir de materias primas regenerativas. Los etoxilatos de alcohol graso se sintetizan mediante reacción de alcoholes grasos con óxido de etileno. Ullmanns's Enzyklopadie für industrielle Chemie (vol. 14, páginas 119 - 123, 2012 Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim) enseña la obtención de alcoholes grasos a partir de ácidos grasos naturales. Lippits y Nieuwenhuys, en su publicación "Direct conversion of ethanol into ethylene oxide on copper and silver nanoparticles: Effect of addition of CeOx and Li2O" (Catalysis Today, volumen 154, temas 1-2, 1 septiembre 2010, página 127 - 132, publicada en editorial Elsevier), enseñan la obtención de óxido de etileno a partir de etanol. El etanol se obtiene técnicamente mediante fermentación de

sacarosa o azúcar de caña. Por consiguiente, por esta vía de síntesis también son accesibles etoxilatos de alcohol graso de base biológica, que se pueden emplear como agentes dispersantes no iónicos para pigmentos.

5 Otra materia prima de base biológica es glicerina, que se obtiene mediante saponificación de grasas y aceites naturales.

Otros compuestos no iónicos a base de materias primas regenerativas son agentes tensioactivos basados en azúcares, alquilpoliglicósidos y alquilglucamidas.

El documento DE-3240892 describe carboxilatos de hexitas como emulsionantes y agentes deslizantes de valor elevado.

10 El documento W0-95/022313 describe emulsionantes a base de componentes sacáricos, restos alquilo y unidades poliglicerina para formulaciones cosméticas, que se obtienen a partir de materias primas regenerativas.

Los documentos W0-90/03977 y WO 90/07516 describen la obtención de alquiloligoglicósidos.

15 El inconveniente de los compuestos conocidos de materias primas regenerativas es frecuentemente la acción dispersante en preparaciones pigmentarias, esmaltes y pinturas, peor en comparación con compuestos de base petroquímica. De este modo, los ácidos naturales tienen una peor acción dispersante, ya que forman sales alcalinotérricas poco solubles, que precipitan en agua, y su acción dispersante es fuertemente dependiente del valor de pH, ya que los ácidos naturales se protonan bajo condiciones ácidas, y pierden su carácter iónico.

20 La presente invención tiene por misión encontrar agentes humectantes y dispersantes que se obtengan a partir de materias primas regenerativas, y con cuya ayuda se obtengan preparaciones pigmentarias estables y fluidas, acuosas, que no muestran sedimentación de los pigmentos empleados durante un intervalo de tiempo más largo, y con los que se puedan teñir del mismo modo pinturas acuosas y que contienen disolventes, barnices y esmaltes. En el matizado de esmaltes y pinturas acuosas, en especial pinturas en dispersión, pinturas en dispersión de silicato y pinturas de resina de silicona acuosas, las preparaciones pigmentarias según la invención no muestran problemas de borrado.

25 Además, las preparaciones pigmentarias acuosas deben ser también compatibles con esmaltes que contienen disolventes, poderse distribuir de manera homogénea en el esmalte mediante mezclado, agitación o vibración, y proporcionar una apariencia suave, uniforme, en la extensión o aplicación por rodillo sobre superficies. También para la compatibilidad de preparaciones pigmentarias acuosas es válido el ensayo de borrado, que se lleva a cabo del modo descrito en el documento US-3840383. Para posibilitar la compatibilidad con un número de pinturas y
30 esmaltes lo más elevado posible, se prescinde del empleo de agentes aglutinantes en la obtención de preparaciones pigmentarias según la invención. Los agentes aglutinantes son polímeros o resinas, que están disueltos en un disolvente apropiado, y se secan por vía física, química, térmica, oxidativa o mediante endurecimiento por radiación. Durante el proceso de secado, los polímeros o resinas forman películas y sirven como agente aglutinante para los pigmentos empleados y cargas de una sustancia de revestimiento. Ya que los agentes aglutinantes pueden
35 disponer de propiedades dispersantes, éstos se emplean de buen grado en combinación con agentes humectantes y dispersantes de bajo peso molecular para la obtención de preparaciones pigmentarias. El inconveniente del empleo de un agente aglutinante es la limitación de la aplicabilidad de las preparaciones pigmentarias, ya que solo son combinables entre sí agentes aglutinantes similares.

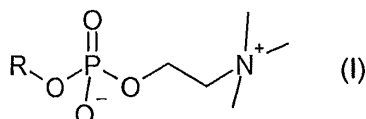
40 Otra tarea de la invención era disponer preparaciones pigmentarias acuosas con bajo potencial toxicológico humano y carga medioambiental reducida. No se deben añadir explícitamente compuestos orgánicos muy volátiles, con un punto de ebullición de < 250 °C (contenidos en VOC), a las preparaciones pigmentarias acuosas.

Sorprendentemente se descubrió que las preparaciones pigmentarias que contienen fosfatidas de la fórmula (I) en combinación con alquilglucamidas cumplen este objetivo.

Por lo tanto, son objeto de la invención preparaciones pigmentarias acuosas, exentas de agentes aglutinantes, que contienen

(A) un 1,0 a un 75,0 % en peso de al menos un pigmento blanco o de color orgánico o inorgánico, o una mezcla de diversos pigmentos blancos o de color orgánicos e inorgánicos,

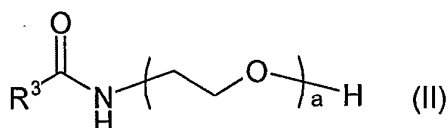
5 (B) un 0,01 a un 8,0 % en peso de al menos una fosfatida de la fórmula (I),



donde

R es un resto alifático, que comprende en total hasta 50 átomos, siendo éstos seleccionados a partir de átomos de carbono, hidrógeno y oxígeno, y en caso dado átomos de nitrógeno y azufre,

10 (C) un 0,01 a un 12,0 % en peso de un etoxilato de alcanolamida de ácido graso de la fórmula (II),



donde

a representa un número entero de 3 a 50,

R³ representa C₇ a C₂₁-alquilo o -alqueno,

15 y

(G) agua.

La preparación pigmentaria según la invención puede contener además, en caso dado, uno o varios de los componentes

20 (D) un 0, preferentemente un 0,01 a un 8,0 % de espesantes minerales arcillosos seleccionados a partir de minerales filosilicáticos de montmorillonita naturales o activados por vía alcalina,

(E) un 0, preferentemente un 0,01 a un 20,0 % en peso de cargas inorgánicas, y

(F) un 0, preferentemente un 0,01 a un 30 % de otros agentes auxiliares habituales para la obtención de preparaciones pigmentarias acuosas, como agentes humectantes adicionales, agentes hidratantes, disolventes, antiespumantes, aditivos reológicos, agentes conservantes, sustancias tampón y reguladores de pH.

25

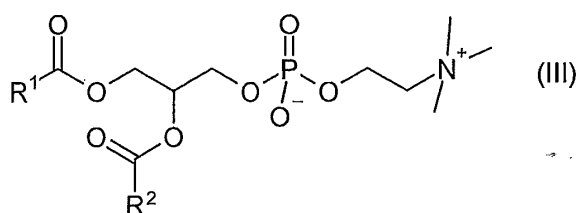
Las preparaciones pigmentarias según la invención son resistentes al cizallamiento, estables al secado, estables al almacenaje, no espuman, o apenas espuman en la aplicación, y disponen de una reología extraordinaria.

El componente (A) de las preparaciones pigmentarias según la invención es preferentemente un pigmento blanco o de color finamente dividido, orgánico o inorgánico, o una mezcla de diversos pigmentos.

Como selección especial de pigmentos orgánicos especialmente preferentes, en este caso se deben citar pigmentos de hollín, como por ejemplo hollines de gas u horno; pigmentos monoazoicos y disazoicos, en especial los pigmentos de índice de color Pigment Yellow 1, Pigment Yellow 3, Pigment Yellow 12, Pigment Yellow 13, Pigment Yellow 14, Pigment Yellow 16, Pigment Yellow 17, Pigment Yellow 73, Pigment Yellow 74, Pigment Yellow 81, Pigment Yellow 83, Pigment Yellow 87, Pigment Yellow 97, Pigment Yellow 111, Pigment Yellow 126, Pigment Yellow 127, Pigment Yellow 128, Pigment Yellow 155, Pigment Yellow 174, Pigment Yellow 176, Pigment Yellow 191, Pigment Yellow 213, Pigment Yellow 214, Pigment Red 38, Pigment Red 144, Pigment Red 214, Pigment Red 242, Pigment Red 262, Pigment Red 266, Pigment Red 269, Pigment Red 274, Pigment Orange 13, Pigment Orange 34 o Pigment Brown 41; pigmentos de β -naftol y naftol AS, en especial los pigmentos de índice de color Pigment Red 2, Pigment Red 3, Pigment Red 4, Pigment Red 5, Pigment Red 9, Pigment Red 12, Pigment Red 14, Pigment Red 53:1, Pigment Red 112, Pigment Red 146, Pigment Red 147, Pigment Red 170, Pigment Red 184, Pigment Red 187, Pigment Red 188, Pigment Red 210, Pigment Red 247, Pigment Red 253, Pigment Red 254, Pigment Red 256, Pigment Orange 5, Pigment Orange 38 o Pigment Brown 1; pigmentos azoicos y complejos metálicos esmaltados, en especial los pigmentos de índice de color Pigment Red 48:2, Pigment Red 48:3, Pigment Red 48:4, Pigment Red 57:1, Pigment Red 257, Pigment Orange 68 o Pigment Orange 70; pigmentos de benzimidazolina, en especial los pigmentos de índice de color Pigment Yellow 120, Pigment Yellow 151, Pigment Yellow 154, Pigment Yellow 175, Pigment Yellow 180, Pigment Yellow 181, Pigment Yellow 194, Pigment Red 175, Pigment Red 176, Pigment Red 185, Pigment Red 208, Pigment Violet 32, Pigment Orange 36, Pigment Orange 62, Pigment Orange 72 o Pigment Brown 25; pigmentos de isoindolinona e isoindolina, en especial los pigmentos de índice de color Pigment Yellow 139 o Pigment Yellow 173; pigmentos de ftalocianina, en especial los pigmentos de índice de color Pigment Blue 15, Pigment Blue 15:1, Pigment Blue 15:2, Pigment Blue 15:3, Pigment Blue 15:4, Pigment Blue 15:6, Pigment Blue 16, Pigment Green 7 o Pigment Green 36; pigmentos de antantrona, antraquinona, quinacridona, dioxazina, indantrona, perileno, perinona y tioíndigo, en especial los pigmentos de índice de color Pigment Yellow 196, Pigment Red 122, Pigment Red 149, Pigment Red 168, Pigment Red 177, Pigment Red 179, Pigment Red 181, Pigment Red 207, Pigment Red 209, Pigment Red 263, Pigment Blue 60, Pigment Violet 19, Pigment Violet 23 o Pigment Orange 43; pigmentos de triarilcarbonio, en especial los pigmentos de índice de color Pigment Red 169, Pigment Blue 56 o Pigment Blue 61.

Pigmentos inorgánicos apropiados son, a modo de ejemplo, dióxidos de titanio, sulfuros de cinc, óxidos de cinc, óxidos de hierro, magnetitas, óxidos de manganeso y hierro, óxidos de cromo, ultramarino, óxidos de níquel o cromo antimonio titanio, manganeso titanio rutilo, óxidos de cobalto, óxidos mixtos de cobalto y aluminio, pigmentos de fase mixta de rutilo, sulfuros de tierras raras, espinelas de cobalto con níquel y cinc, espinelas basadas en hierro y cromo, con cobre, cinc, así como manganeso, vanadatos de bismuto, así como pigmentos diluidos. En especial se emplean los pigmentos de índice de color Pigment Yellow 184, Pigment Yellow 53, Pigment Yellow 42, Pigment Yellow Brown 24, Pigment Red 101, Pigment Blue 28, Pigment Blue 36, Pigment Green 50, Pigment Green 17, Pigment Black 11, Pigment Black 33, así como Pigment White 6. Preferentemente, también se emplean con frecuencia pigmentos inorgánicos. Del mismo modo se emplean frecuentemente mezclas de pigmentos orgánicos con pigmentos inorgánicos.

El componente (8) de las preparaciones pigmentarias según la invención es una fosfatida o un fosfolípido. En una realización especial, el componente (B) es una fosfatidilcolina de la fórmula (III),



donde

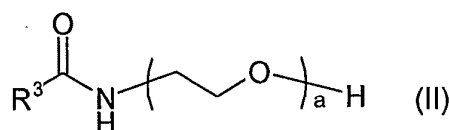
R¹ es un resto C₇ a C₁₇ lineal, saturado o insaturado alifático,

R² es un resto C₈ a C₁₈ lineal, saturado o insaturado alifático, igual o diferente a R¹.

R¹ y R² son preferentemente restos alquilo o alquenilo.

5 Fosfatidilcolina es un componente esencial de lecitina de huevo y soja, y se compone de ácidos grasos, glicerina, ácido fosfórico y colina. Los ácidos grasos contenidos son ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido oleico, ácido linoleico y ácido linolénico, principalmente ácido palmítico y ácido oleico. Lecitina de soja está contenida en el aceite de habas de soja. Mediante purificación y molturación de las habas de soja y mediante procedimientos de extracción se obtiene el aceite crudo de soja, que contiene aproximadamente un 2 % de lecitina. Mediante otros procesos de extracción se obtiene una lecitina de soja con una pureza de 60-70 %.

10 El componente (C) son etanolamidas de ácido graso etoxiladas de la fórmula (II)



15 Las etanolamidas de ácido graso etoxilados se obtienen preferentemente mediante reacción de ácidos grasos naturales con etanolamina para dar la etanolamida de ácido graso, y subsiguiente adición de óxido de etileno por medio de catalizadores alcalinos, como metilato sódico o potásico. R³ es preferentemente un grupo alquilo o alquenilo con 11 a 19 átomos de carbono, pudiendo estar contenido más de un doble enlace. a es un número entero de 1 a 100, y preferentemente al menos 3, en especial al menos igual a 4. Partiendo de etanolamida de ácido graso, se añade óxido de etileno preferentemente al grupo hidroxilo terminal. La adición de óxido de etileno al nitrógeno del grupo amida de ácido se efectúa de manera subordinada en una reacción secundaria, de modo que en el nitrógeno están enlazados también 2 restos polietilenglicoléter de manera subordinada. Ácidos grasos apropiados para la obtención de etanolamidas de ácido graso son ácido caprílico, ácido láurico, ácido mirístico, ácidos palmíticos, ácido esteárico, ácido aráquico, ácido behénico, ácido palmitoleico, ácido oleico, y mezclas que se presentan en la naturaleza, como ácido graso de aceite de palmiste, ácido graso de aceite de colza, ácido graso de aceite de girasol, ácido graso de aceite de soja, o ácidos abiéticos, como ácido graso de talol. Los ácidos grasos empleados como materia prima se pueden presentar saturados e insaturados.

25 El componente (D) es un espesante mineral arcilloso a base de minerales filosilicáticos de montmorillonita naturales o activados por vía alcalina. Montmorillonita es el componente esencial de bentonita, y posee un poder de intercambio iónico elevado. En el caso de adición de agua, el material se dilata en un múltiplo del tamaño original, mediante lo cual aumenta la viscosidad de la dispersión acuosa. Montmorillonita como espesante mineral arcilloso se puede añadir a la preparación pigmentaria según la invención para retrasar o inhibir la sedimentación de pigmentos orgánicos e inorgánicos y cargas, y la sinéresis, es decir, la formación de una segunda fase con diferente composición.

35 El componente (E) es una carga inorgánica, que se puede añadir a las preparaciones pigmentarias según la invención para aumentar su densidad y modificar el comportamiento de fluidez. En el caso de dosificación volumétrica y concentración de pigmentos más reducida, o pigmentos inorgánicos ligeros, puede ser posible que la preparación pigmentaria se pueda dosificar solo con dificultad en los aparatos de dosificación, ya que la fuerza de gravedad no es suficiente para vaciar la preparación pigmentaria en el envase de colorantes. En otros casos, la viscosidad de las preparaciones pigmentarias a bajas concentraciones de pigmento es demasiado reducida, lo que conduce a un goteo subsiguiente. En ambos casos se pueden añadir cargas inorgánicas incolores a las preparaciones pigmentarias según la invención para aumentar la densidad de la preparación pigmentaria y mejorar el comportamiento de fluidez. Cargas apropiadas son carbonatos de calico, como creta presente en la naturaleza y carbonato de calico precipitado, dolomita, dióxido de silicio natural (harina de cuarzo), ácidos silícicos pirógenos y precipitados, kieselgur, óxidos de aluminio, hidróxidos de aluminio, talco, caolín, mica (silicato de potasio-aluminio hidrato), sulfatos de bario, como espátos pesados presentes en la naturaleza, y Blanc Fix precipitado.

45 Los componentes (F) son otros agentes auxiliares habituales para la obtención de preparaciones pigmentarias, como agentes humectantes, disolventes, antiespumantes, aditivos reológicos, agentes conservantes, sustancias tampón y reguladores de pH adicionales.

- Agentes humectantes y disolventes son preferentemente glicoléteres, por los cuales se entiende en este caso compuestos con grupos etoxi y/o propoxi, que presentan pesos moleculares medios entre 200 y 20 000 g/mol, en especial polietilenglicoléter o polipropilenglicoléter con un peso molecular medio entre 200 y 20.000 g/mol, di- o trietilenglicol, mono-, di- o tripropilenglicol, polialquilenglicoléter de metilo, etilo, propilo o alquilos de valencia más elevada, con 1, 2, 3 o más unidades etilenglicol o propilenglicol, como por ejemplo metoxipropanol, dipropilenglicolmonometiléter, tripropilenglicolmonometiléter, etilenglicolmonobutiléter, dietilenglicolmonobutiléter, butilpolietilenglicoléter, propilpolietilenglicoléter, etilpolietilenglicoléter, metilpolietilenglicoléter, dimetilpolietilenglicoléter, dimetilpolipropilenglicoléter y etoxilatos de glicerina con un peso molecular de 200 a 20.000 g/mol.
- Los datos de pesos moleculares de polímeros se refieren siempre a su peso molecular promedio en número, en tanto no se indique lo contrario en el caso particular. Los pesos moleculares se pueden determinar por GPC frente a polietilenglicol como patron.
- Otras sustancias auxiliares apropiadas de las preparaciones pigmentarias acuosas según la invención son preferentemente sustancias orgánicas o hidrótopas hidrosolubles, que sirven, en caso dado, también como disolvente. A modo de ejemplo son especialmente apropiadas formamida, urea, glicerina, diglicerina y poliglicerina.
- Antiespumantes apropiados son preferentemente antiespumantes de aceite mineral y sus emulsiones, antiespumantes de silicona y emulsiones de aceite de silicona, polialquilenglicoles, ésteres de ácidos grasos de polialquilenglicol, ácidos grasos, alcoholes de valencia más elevada, fosfatos, sílices modificados en hidrofobia, triestearato de aluminio, ceras de polietileno y ceras de amida.
- Son especialmente preferentes antiespumantes que están constituidos por ceras naturales finamente distribuidas en glicéridos de ácidos grasos naturales o ésteres metílicos de ácidos grasos como disolvente, y que pueden valer como antiespumantes de base biológica.
- Otros aditivos reológicos apropiados como agente para la regulación de la viscosidad son, por ejemplo, derivados de almidón y celulosa, o ácido silícico pirógeno.
- Los conservantes de vida útil se añaden para la estabilización de preparaciones pigmentarias acuosas y para la inhibición del crecimiento incontrolado de bacterias, algas y hongos. Los biocidas apropiados son formaldehído, compuestos que eliminan formaldehído, metilisotiazolinona, clorometilisotiazolinona, benzoisotiazolinona, bronopol, dibromodicianonbutano, y dióxido de titanio revestido con cloruro de plata.
- Como sustancias tampón y reguladores de pH se emplean preferentemente bases orgánicas o inorgánicas y ácidos orgánicos o inorgánicos. Las bases orgánicas preferentes son aminas, como por ejemplo etanolamina, dietanolamina, trietanolamina, N,N-dimetiletanolamina, diisopropilamina, 2-amino-2-metil-1-propanol o dimetilaminometilpropanol. Las bases orgánicas preferentes son hidróxido de sodio, potasio, litio, o amoniaco.
- El agua utilizada para la obtención de las preparaciones pigmentarias acuosas según la invención, componente (G), se emplea preferentemente en forma de agua destilada o desalinizada. También se puede emplear agua potable (agua corriente) y/o agua de origen natural. El agua está contenida en la preparación pigmentaria acuosa según la invención preferentemente en un 10 a un 75 % en peso, en especial hasta un 100 % en peso.
- Las preparaciones pigmentarias acuosas según la invención presentan preferentemente una viscosidad de 10 a 10.000 mPas, preferentemente 30 a 50.000 mPas, y de modo especialmente preferente 50 a 3.000 mPas, medida con un viscosímetro de cono-placa a una velocidad de cizallamiento de $1/60 \text{ seg}^{-1}$, por ejemplo un viscosímetro Haake 550.
- Las preparaciones pigmentarias acuosas según la invención son miscibles con agua en cualquier proporción, pudiéndose mezclar también varias preparaciones diferentes con agua. Frente a preparaciones pigmentarias convencionales, éstas se distinguen por una extraordinaria estabilidad al almacenaje y buenas propiedades reológicas.
- También es objeto de la invención un procedimiento para la obtención de las preparaciones pigmentarias según la invención, en el que se dispersa el componente (A) en forma de polvo o granulado, en presencia de agua (G), así como de los componentes (B), (C), y en caso dado (D), (E) y (F), de modo habitual en sí, a continuación se añade, en caso dado, agua (G) adicional, y la dispersión pigmentaria acuosa obtenida se ajusta a la concentración deseada con agua. Preferentemente, los componentes (B), (C), (G), y en caso dado (F), se mezclan y se homogeneizan, después se introducen con agitación los componentes (A), (D) y (E) sólidos, pulverulentos, granulados o en forma de escamas, en la mezcla dispuesta, amasándose y dispersándose previamente el pigmento, y en caso dado las

cargas. Según dureza de grano de los pigmentos empleados, a continuación se dispersa finalmente o se distribuye finamente, en caso dado bajo refrigeración, con ayuda de un agregado de molturación o dispersión. A tal efecto se pueden emplear mecanismos agitadores, disolvedores (agitadores de diente de sierra), molinos rotor-estator, molinos de bolas, molinos de bolas de agitación, como molinos de arena y perlas, mezcladores rápidos, aparatos de amasado, carros de rodillos o molinos de perlas de alto rendimiento. La dispersión fina, o bien molturación de los pigmentos, se efectúa hasta la distribución de tamaños de partícula deseada, y se puede efectuar a temperaturas en el intervalo de 0 a 100°C, convenientemente a una temperatura entre 10 y 70°C, preferentemente a 20 hasta 60°C. A continuación de la dispersión fina, la preparación pigmentaria se puede diluir adicionalmente con agua, preferentemente agua desionizada o destilada.

Las preparaciones pigmentarias según la invención son apropiadas para el pigmentado y teñido de materiales macromoleculares de todo tipo. Las preparaciones pigmentarias según la invención son especialmente apropiadas para la pigmentación, o bien obtención de pinturas y pinturas en dispersión, esmaltes en dispersión, tintas de imprenta, en este caso tintas de impresión textil, flexografía, de impresión decorativa o huecograbado, pinturas para papeles de pared, esmaltes diluibles con agua, decapantes de madera, sistemas de protección de madera y esmaltes para el revestimiento superficial de objetos, a modo de ejemplo, de metal, madera, material sintético, vidrio, cerámica, hormigón, material textil, papel o caucho.

Una propiedad especial de las preparaciones pigmentarias según la invención es su empleo como pastas de matizado universales. Las pastas de matizado universales son apropiadas tanto para la coloración de pinturas acuosas, como también para el matizado de esmaltes que contienen disolventes. Los agentes dispersantes habituales para preparaciones pigmentarias acuosas estabilizan los pigmentos solo en sistemas acuosos, pero no en sistemas que contienen disolventes. Si se emplean preparaciones pigmentarias acuosas para la coloración de esmaltes que contienen disolventes se puede llegar a la aglomeración de pigmentos y a la flotación de pigmentos aglomerados en el esmalte. En la aplicación de esmaltes con pincel, rodillo, o mediante aplicación por pulverización, se puede llegar a estricción y a una apariencia de color inestable debido a diferencias de tono de color, ya que los pigmentos floculan en la pintura y durante el proceso de secado, de modo que se reduce la intensidad de color. En la aplicación de los esmaltes teñidos, los aglomerados pigmentarios se separan de nuevo, pero con diferente intensidad, de modo que se llega a las diferencias de color observadas. Este fenómeno se simula en el laboratorio en el ensayo de borrado, que se describe en el documento US-3840383.

Ejemplos

Obtención de la preparación pigmentaria

El pigmento se amasa como polvo, granulado, o como torta de prensado, junto con los agentes dispersante y los demás aditivos en agua desionizada, y después se homogeneiza y dispersa previamente con un disolvedor (por ejemplo de la firma VMA-Getzmann GmbH, tipo AE3-M1), u otro aparato apropiado.

Para la dispersión, los componentes (B), (C) y (F) se disponen en un depósito de molturación y se mezclan. A continuación se añaden los componentes pulverulentos (A), y en caso dado (D) y (E), y se dispersan previamente con el disolvedor.

La siguiente dispersión fina se efectúa con ayuda de un molino de perlas (por ejemplo con AE3-M1 de VMA-Getzmann), o bien otro agregado de dispersión apropiado, efectuándose la molturación con perlas de silicuarzita o perlas de óxido mixto de circonio de tamaño $d = 1 \text{ mm}$, bajo refrigeración hasta la intensidad de color y colorística deseada. A continuación se ajusta la concentración final de pigmentos deseada con agua desionizada, se separan los cuerpos de molturación, y se aísla la preparación pigmentaria.

Control de la compatibilidad de esmalte y de la intensidad de color

La preparación pigmentaria se almacena una semana a 60°C y se valora visualmente. La viscosidad de la preparación pigmentaria se mide a 25°C con un viscosímetro Haake 550 a una velocidad de cizallamiento de $1/60 \text{ seg}^{-1}$, o en el caso de preparaciones pigmentarias convenientemente fluidas con un viscosímetro Brookfield, modelo DV-II, con el husillo 3 a 100 rpm. Para la determinación de la intensidad de color y de la compatibilidad, las preparaciones pigmentarias se añaden respectivamente a una pintura blanca en dispersión acuosa y un esmalte alquídico de aceite largo. Para la verificación de la intensidad de color y la compatibilidad se introducen en un bote respectivamente 200 g de pinturas matizadas, constituidas por un 92 % en peso de esmalte básico y un 8 % en peso de preparación pigmentaria, y se homogeneizan 60 segundos en un Inkshaker 500 de la firma Olbrich Know-how, Hemer. Las pinturas matizadas se extienden en un aparato de pelculado, modelo 509 MC de la firma Erichsen GmbH, Hemer. En las películas de pintura que se secan se lleva a cabo el ensayo de borrado del modo descrito en el documento US-3840383.

Las preparaciones pigmentarias descritas en los siguientes ejemplos se obtuvieron según el procedimiento descrito anteriormente, empleándose los siguientes componentes en las cantidades indicadas, de modo que se producen 100 partes en peso de la respectiva preparación pigmentaria. En la presente solicitud, "partes" significan partes en peso y los datos porcentuales significan porcentajes en peso, en tanto no se indique lo contrario en el caso particular.

5

Ejemplos de preparaciones pigmentarias con pigmentos inorgánicos

Ejemplo 1

- | | | | |
|----|------|--------|--|
| | 60,0 | partes | de C. I. Pigment Yellow 42 (Bayferrox® Yellow 3920, firma Lanxess, componente (A)), |
| | 6,0 | partes | de lecitina de soja de calidad técnica (Lecico F 200, firma Lecico GmbH, componente (B)), |
| 10 | 6,0 | partes | de etanolamida de ácido graso de talol transformada con 20 mol de óxido de etileno
(Dispersogen® MT 200, firma Clariant, componente (C)), |
| | 10,0 | partes | de glicerina (componente (F)), |
| | 0,3 | partes | de antiespumante (D-Foam-R C 740, firma Clariant, componente (F)), |
| | 0,2 | partes | de agente conservante (Nipacide® BSM, firma Clariant, componente (F)), |
| 15 | 17,5 | partes | de agua (componente (G)) |

La preparación pigmentaria es líquida, homogénea, y está exenta de espuma tras almacenaje de una semana a 60°C. La viscosidad de la preparación pigmentaria asciende a 1350 Pa.s, medida con un viscosímetro Haake cono-placa.

Ejemplo 2 (ejemplo comparativo)

- | | | | |
|----|------|--------|---|
| 20 | 60,0 | partes | de C. I. Pigment Yellow 42 (Bayferrox® Yellow 3920, firma Lanxess, componente (A)), |
| | 6,0 | partes | de lecitina de soja de calidad técnica (Lecico F 200, firma Lecico GmbH, componente (B)), |
| | 6,0 | partes | de ácido oleico transformado con 6 mol de óxido de etileno (Genagen® O 060, firma Clariant,
componente (C)), |
| | 10,0 | partes | de glicerina (componente (F)), |
| 25 | 0,3 | partes | de antiespumante (D-Foam-R C 740, firma Clariant, componente (F)), |
| | 0,2 | partes | de agente conservante (Nipacide® BSM, firma Clariant, componente (F)), |
| | 17,5 | partes | de agua (componente (G)) |

Se disponen el agua y los aditivos. En la adición del pigmento, la mezcla solidifica.

Ejemplo 3

- | | | | |
|----|------|--------|--|
| 30 | 60,0 | partes | de C. I. Pigment Red 101 (Bayferrox® Red 130, firma Lanxess, componente (A)), |
| | 6,0 | partes | de lecitina de soja de calidad técnica (Lecico F 200, firma Lecico GmbH, componente (B)), |
| | 8,0 | partes | de etanolamida de ácido graso de talol transformada con 20 mol de óxido de etileno
(Dispersogen® MT 200, firma Clariant, componente (C)), |

- 10,0 partes de glicerina (componente (F)),
- 0,3 partes de antiespumante (D-Foam-R C 740, firma Clariant, componente (F)),
- 0,2 partes de agente conservante (Nipacide® BSM, firma Clariant, componente (F)),
- 15,5 partes de agua (componente (G))

5 La preparación pigmentaria es líquida, homogénea, y está exenta de espuma tras almacenaje de una semana a 60°C. La viscosidad de la preparación pigmentaria asciende a 850 Pa.s, medida con un viscosímetro Haake cono-placa.

Ejemplos de preparaciones pigmentarias con pigmentos orgánicos

Ejemplo 4

- 10 21,0 partes de C. I. Pigment Blue 15:3 (Hostaperm® Blue B2G, firma Clariant, componente (A)),
- 2,5 partes de lecitina de soja de calidad técnica (Lecico F 200, firma Lecico GmbH, componente (B)),
- 6,0 partes de etanolamida de ácido graso de talol transformada con 20 mol de óxido de etileno
(Dispersogen® MT 200, firma Clariant, componente (C)),
- 2,0 partes de espesante mineral arcilloso de montmorillonita y agente antideposición (Ceratofix® VP, firma
15 Clariant, componente (D)),
- 18,0 partes de sulfato de bario (Blanc Fix micro, firma Rockwood Pigments, componente (E)),
- 10,0 partes de glicerina (componente (F)),
- 0,3 partes de antiespumante (D-Foam-R C 740, firma Clariant, componente (F)),
- 0,2 partes de agente conservante (Nipacide® BSM, firma Clariant, componente (F)),
- 20 40,0 partes de agua (componente (G))

La preparación pigmentaria es líquida, homogénea, y está exenta de espuma tras almacenaje de una semana a 60°C. La viscosidad de la preparación pigmentaria asciende a 250 Pa.s, medida con un viscosímetro Brookfield por medio de husillo 3 a 100 rpm.

Ejemplo 5

- 25 6,0 partes de C. I. Pigment Black 7 (Special Black 4, firma Evonik, componente (A)),
- 2,5 partes de lecitina de soja de calidad técnica (Lecico F 200, firma Lecico GmbH, componente (B)),
- 6,0 partes de etanolamida de ácido graso de talol transformada con 20 mol de óxido de etileno
(Dispersogen® MT 200, firma Clariant, componente (C)),
- 1,0 parte de espesante mineral arcilloso de montmorillonita y agente antideposición (Ceratofix® VP, firma
30 Clariant, componente (D)),
- 26,0 partes de sulfato de bario (Blanc Fix micro, firma Rockwood Pigments, componente (E)),
- 10,0 partes de glicerina (componente (F)),

- 0,3 partes de antiespumante (D-Foam-R C 740, firma Clariant, componente (F)),
- 0,2 partes de agente conservante (Nipacide® BSM, firma Clariant, componente (F)),
- 48,0 partes de agua (componente (G))

5 La preparación pigmentaria es líquida, homogénea, y está exenta de espuma tras almacenaje de una semana a 60°C. La viscosidad de la preparación pigmentaria asciende a 320 Pa.s, medida con un viscosímetro Brookfield por medio de husillo 3 a 100 rpm.

Ejemplo 6

- 13,0 partes de C. I. Pigment Red 112 (Permanent® Red FGR, firma Clariant, componente (A)),
- 2,5 partes de lecitina de soja de calidad técnica (Lecico F 200, firma Lecico GmbH, componente (B)),
- 10 6,0 partes de etanolamida de ácido graso de talol transformada con 20 mol de óxido de etileno
(Dispersogen® MT 200, firma Clariant, componente (C)),
- 2,0 partes de espesante mineral arcilloso de montmorillonita y agente antideposición (Ceratofix® VP, firma Clariant, componente (D)),
- 25,0 partes de sulfato de bario (Blanc Fix micro, firma Rockwood Pigments, componente (E)),
- 15 10,0 partes de glicerina (componente (F)),
- 0,3 partes de antiespumante (D-Foam-R C 740, firma Clariant, componente (F)),
- 0,2 partes de agente conservante (Nipacide® BSM, firma Clariant, componente (F)),
- 41,0 partes de agua (componente (G))

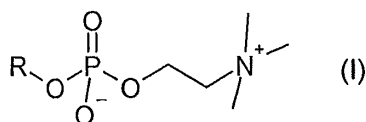
20 La preparación pigmentaria es líquida, homogénea, y está exenta de espuma tras almacenaje de una semana a 60°C. La viscosidad de la preparación pigmentaria asciende a 180 Pa.s, medida con un viscosímetro Brookfield por medio de husillo 3 a 100 rpm.

REIVINDICACIONES

1.- Preparaciones pigmentarias acuosas exentas de agentes aglutinantes, que contienen

(A) un 1,0 a un 75,0 % en peso de al menos un pigmento blanco o de color orgánico o inorgánico, o una mezcla de diversos pigmentos blancos o de color orgánicos e inorgánicos,

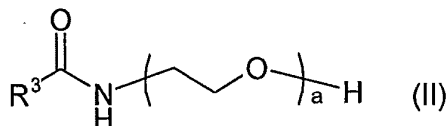
5 (B) un 0,01 a un 8,0 % en peso de al menos una fosfatida de la fórmula (I),



donde

R es un resto alifático, que comprende en total hasta 50 átomos, siendo éstos seleccionados a partir de átomos de carbono, hidrógeno y oxígeno, y en caso dado átomos de nitrógeno y azufre,

10 (C) un 0,01 a un 12,0 % en peso de un etoxilato de alcanolamida de ácido graso de la fórmula (II),



donde

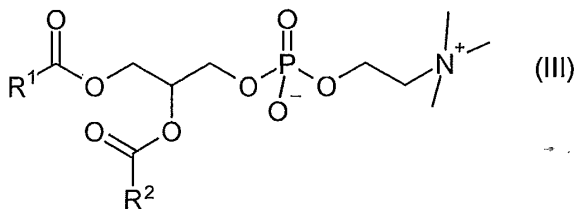
a representa un número entero de 3 a 50,

R³ representa C₇ a C₂₁-alquilo o -alqueniilo,

15 y

(G) agua.

2.- Preparación pigmentaria acuosa exenta de agentes aglutinantes según la reivindicación 1, donde el componente (B) es una fosfatidilcolina de la fórmula (III),



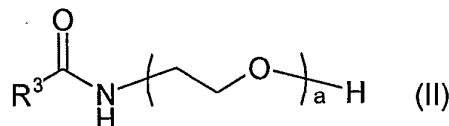
20 donde

R¹ es un resto C₈ a C₁₈ lineal, saturado o insaturado alifático, y

R² es un resto C₈ a C₁₈ lineal, saturado o insaturado alifático, igual o diferente a R¹.

3.- Preparación pigmentaria acuosa exenta de agentes aglutinantes según la reivindicación 1 y 2, donde los restos R, R¹CO y R²CO son restos acilo, que son derivados de ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido oleico, ácido linoleico, ácido linolénico, o sus mezclas.

5 4.- Preparación pigmentaria acuosa exenta de agentes aglutinantes según una o varias de las reivindicaciones 1 a 3, donde el componente (C) es una etanolamida de ácido graso etoxilada de la fórmula (II),



donde a representa un número entero de 4 a 50, y R³ representa C₁₁ a C₁₉-alquilo o -alquenilo.

5.- Preparación pigmentaria acuosa exenta de agentes aglutinantes según una o varias de las reivindicaciones 1 a 4, que contiene un 1 a un 7 % en peso de una fosfatida de la fórmula (I) o (III).

10 6.- Preparación pigmentaria acuosa exenta de agentes aglutinantes según una o varias de las reivindicaciones 1 a 5, que contiene un 1 a un 10 % en peso de una etanolamida de ácido graso etoxilada de la fórmula (II).

7.- Preparación pigmentaria acuosa exenta de agentes aglutinantes según una o varias de las reivindicaciones 1 a 6, que contiene un 10 a un 75 % en peso de agua.

15 8.- Preparación pigmentaria acuosa exenta de agentes aglutinantes según una o varias de las reivindicaciones 1 a 7, que presenta una viscosidad de 10 a 10.000 mPas, determinada con un viscosímetro cono-placa a una velocidad de cizallamiento de 1/60 seg⁻¹.

9.- Preparaciones acuosas exentas de agentes aglutinantes según una o varias de las reivindicaciones 1 a 8, que contienen

20 (D) un 0,01 - 8,0 % de espesantes minerales arcillosos a base de minerales filosilicáticos de montmorillonita naturales o activados por vía alcalina.

10.- Preparaciones pigmentarias acuosas exentas de agentes aglutinantes según una o varias de las reivindicaciones 1 a 9, que contienen

(E) un 0,01 - 20,0 % en peso de cargas inorgánicas.

25 11.- Preparaciones pigmentarias acuosas exentas de agentes aglutinantes según una o varias de las reivindicaciones 1 a 10, que contienen

(F) un 0,01 a un 30 % de otros agentes auxiliares habituales para la obtención de preparaciones pigmentarias acuosas exentas de agentes aglutinantes, seleccionados a partir de agentes humectantes, agentes hidratantes, disolventes, antiespumantes, aditivos reológicos, agentes conservantes, sustancias tampón y reguladores de pH.

30 12.- Preparación pigmentaria acuosa exenta de agentes aglutinantes según la reivindicación 11, que contiene hasta un 15 % en peso de al menos un agente humectante o disolvente seleccionado a partir de glicerina y glicoléteres con peso molecular promedio en número de 200 a 20.000 g/mol.

13.- Preparación pigmentaria acuosa exenta de agentes aglutinantes según la reivindicación 11 y/o 12, que contiene hasta un 2 % en peso de antiespumantes.

35 14.- Preparación pigmentaria acuosa exenta de agentes aglutinantes según una o varias de las reivindicaciones 11 a 13, que contiene hasta un 1 % en peso de un agente conservante de vida útil.

15.- Empleo de una preparación pigmentaria acuosa exenta de agentes aglutinantes según una o varias de las reivindicaciones 1 a 14 para la coloración de materiales macromoleculares, sustancias de revestimiento, esmaltes y pinturas, y su empleo para el estampado de productos planos bidimensionales.