

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 661 734**

51 Int. Cl.:

**C09B 67/00** (2006.01)

**C09C 1/56** (2006.01)

**C09C 3/10** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **20.05.2008 PCT/EP2008/056194**

87 Fecha y número de publicación internacional: **11.12.2008 WO08148639**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.05.2008 E 08750354 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.01.2018 EP 2155824**

54 Título: **Preparación de pigmento, procedimiento para su producción y su uso**

30 Prioridad:

**08.06.2007 DE 102007026551**

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

**03.04.2018**

73 Titular/es:

**ORION ENGINEERED CARBONS GMBH (100.0%)  
Hahnstrasse 49  
60528 Frankfurt am Main , DE**

72 Inventor/es:

**TAUBER, GERD;  
LÜDTKE, STEPHAN;  
MCINTOSH, RALPH;  
KALBITZ, WERNER;  
ZIMMERMANN, JUTTA;  
KARL, ALFONS y  
FRAHN, STEPHANIE**

74 Agente/Representante:

**VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro**

ES 2 661 734 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**

Preparación de pigmento, procedimiento para su producción y su uso

5 La invención se refiere a una preparación de pigmento, a un procedimiento para su producción y a su uso.

Los pigmentos en polvo se utilizan para teñir termoplásticos. La ventaja de los pigmentos en polvo es que no dependen de un material de soporte. Sin embargo, esta ventaja se consigue a menudo a expensas de la dispersabilidad.

10 Para mejorar la dispersabilidad se cargan los pigmentos con resina (documento DE 2540355) o con polímeros (documento US 3133893).

15 Por el documento EP 0036520 se conocen procedimientos de secado especiales, en los que se calientan pigmentos de partículas finas y un líquido, cuya temperatura crítica se encuentra por debajo de la temperatura de descomposición del pigmento, a presión hasta temperaturas por encima de la temperatura crítica del líquido y entonces se descarga la presión, manteniéndose la temperatura siempre por encima de la curva de rocío del líquido.

20 Por el documento EP 0282855 se conocen además preparaciones de pigmento, que contienen un pigmento orgánico y/o negro de carbón y un tensioactivo de la serie de los sulfonatos de alquilbenceno o ésteres de ácido sulfosuccínico especiales, y que se secan, dado el caso tras una trituración en húmedo, mediante secado por pulverización o liofilización, de medio acuoso.

25 Por el documento EP 1103173 se conocen preparaciones de pigmento para la tinción de semilla, que contienen un pigmento y un polieterpoliol.

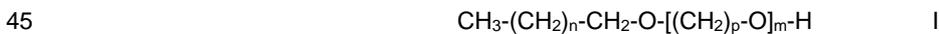
Además, por el documento US 2005090609 se conocen gránulos de pigmento con un tamaño medio de grano de 50-5000  $\mu\text{m}$  y una superficie BET de  $\leq 15\text{m}^2/\text{g}$ , que contienen entre otros el 10-40 % en peso de al menos un aditivo surfactante no iónico a base de poliéteres.

30 Las preparaciones de pigmento conocidas tienen la desventaja de que la capacidad de agitación es mala. El documento WO2005017047 da a conocer una preparación de colorante que contiene a) al menos un colorante en forma particulada, b) al menos un disolvente orgánico con un punto de ebullición de al menos 247  $^{\circ}\text{C}$ , medido a presión atmosférica y c) agua y menos del 0,25 % en peso de disolventes orgánicos.

35 El documento WO2004046256 da a conocer una dispersión de negro de gas coloidal, acuosa, para su uso en tintas, tintas para chorro de tinta, recubrimientos así como en negro de imprenta.

40 El objetivo de la presente invención es producir una preparación de pigmento, que presente una buena capacidad de agitación ("incorporación por agitación") en agua.

El objeto de la invención es una preparación de pigmento, que está caracterizada por que contiene al menos un pigmento y al menos un compuesto de fórmula general I



siendo  $n=8-18$ , preferiblemente  $n=10-18$ , de manera especialmente preferible  $n=14-18$ , de manera muy especialmente preferible  $n=14-16$ ,  $p=1-4$ , preferiblemente  $p=2$ , y  $m=15-25$ , preferiblemente  $m=18-23$ , de manera especialmente preferible  $m=20-23$ , y la humedad residual es del 0,1 al 20 % en peso.

50 Como pigmentos pueden utilizarse negros de carbón o pigmentos de color.

55 Como pigmentos de color pueden usarse, por ejemplo pigmentos amarillos, naranjas, rojos, magenta, violetas, azules, cian, verdes o marrones. Preferiblemente, como pigmentos de color pueden utilizarse pigmentos azules inorgánicos, por ejemplo azul de hierro, azul ultramarino, azul de cobalto o pigmentos de azul de fase mixta, o pigmentos de azul orgánicos, por ejemplo azul de ftalocianina o azul de indantreno.

60 Como negro de carbón pueden usarse negros de horno, de gas, de llama, de acetileno, negros de carbón que contienen Si, conocidos por el documento WO 98/45361 o DE 19613796, negros de carbón de inversión, conocidos por el documento DE 19521565, y negros de carbón que contienen metal, conocidos por el documento WO 98/42778. Como negro de carbón pueden utilizarse preferiblemente negros de pigmento con un diámetro de partícula primaria medio de desde 8 hasta 80 nm, preferiblemente de 10 a 35 nm, y un índice DBP de desde 40 hasta 200 ml/100 g, preferiblemente de 60 a 150 ml/100 g.

65 El negro de gas puede tener un diámetro de partícula primaria medio de desde 8 hasta 30 nm, preferiblemente de 10 a 25 nm. Los negros de gas pueden tener un valor de pH de desde 2 hasta 5, preferiblemente de 3,5 a 4,5.

Preferiblemente, el compuesto de fórmula general I puede ser  $\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_n\text{-CH}_2\text{-O-[(CH}_2\text{)}_2\text{-O]}_m\text{-H}$ , siendo  $n=10, 12, 14, 16$  y  $m=18-23$ , y la humedad residual ser del 0,1 al 20 % en peso. Por ejemplo, los compuestos de fórmula general I pueden ser  $\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{10}\text{-CH}_2\text{-O-[(CH}_2\text{)}_2\text{-O]}_{18}\text{-H}$ ,  $\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{12}\text{-CH}_2\text{-O-[(CH}_2\text{)}_2\text{-O]}_{18}\text{-H}$ ,  $\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{14}\text{-CH}_2\text{-O-[(CH}_2\text{)}_2\text{-O]}_{18}\text{-H}$ ,  $\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{16}\text{-CH}_2\text{-O-[(CH}_2\text{)}_2\text{-O]}_{18}\text{-H}$ ,  $\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{10}\text{-CH}_2\text{-O-[(CH}_2\text{)}_2\text{-O]}_{20}\text{-H}$ ,  $\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{12}\text{-CH}_2\text{-O-[(CH}_2\text{)}_2\text{-O]}_{20}\text{-H}$ ,  $\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{14}\text{-CH}_2\text{-O-[(CH}_2\text{)}_2\text{-O]}_{20}\text{-H}$ ,  $\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{16}\text{-CH}_2\text{-O-[(CH}_2\text{)}_2\text{-O]}_{20}\text{-H}$ ,  $\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{10}\text{-CH}_2\text{-O-[(CH}_2\text{)}_2\text{-O]}_{23}\text{-H}$ ,  $\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{12}\text{-CH}_2\text{-O-[(CH}_2\text{)}_2\text{-O]}_{23}\text{-H}$ ,  $\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{14}\text{-CH}_2\text{-O-[(CH}_2\text{)}_2\text{-O]}_{23}\text{-H}$  o  $\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{16}\text{-CH}_2\text{-O-[(CH}_2\text{)}_2\text{-O]}_{23}\text{-H}$ .

La preparación de pigmento puede contener un biocida, agente de regulación del pH, agente humectante, agente adherente, desespumante.

La preparación de pigmento puede contener un ácido silícico precipitado y/o pirogénico.

La preparación de pigmento puede contener un agente dispersante. El agente dispersante puede ser un humectante no iónico, uno catiónico, uno aniónico o uno anfótero. La preparación de pigmento según la invención puede, a excepción del compuesto de fórmula general I, estar libre de agentes dispersantes.

La preparación de pigmento puede consistir al menos en un pigmento, al menos un compuesto de fórmula general I



siendo  $n=8-18$ , preferiblemente  $n=10-18$ , de manera especialmente preferible  $n=14-18$ , de manera muy especialmente preferible  $n=14-16$ ,  $p=1-4$ , preferiblemente  $p=2$ , y  $m=15-25$ , preferiblemente  $m=18-23$ , de manera especialmente preferible  $m=20-23$ , un agente de regulación del pH, dado el caso un agente humectante, dado el caso un agente adherente, dado el caso un desespumante y dado el caso un biocida.

La preparación de pigmento puede tener un tamaño medio de grano de desde 5 hasta 5000 pm, preferiblemente de 10 a 1000 pm, de manera especialmente preferible de 50 a 500 pm.

La preparación de pigmento puede tener una humedad residual de desde el 0,1 hasta el 20 % en peso, preferiblemente del 11 al 20 % en peso.

La preparación de pigmento puede contener del 50 al 99 % en peso, preferiblemente del 60 al 90 % en peso, de pigmento y del 1 al 50 % en peso, preferiblemente del 10 al 40 % en peso, de compuesto de fórmula I.

En una forma de realización especialmente preferida de la invención, la preparación de pigmento puede consistir en al menos un pigmento, seleccionado del grupo negro de gas, pigmento amarillo 74, pigmento azul 15:3 y pigmento rojo 122, al menos un compuesto de fórmula general I



siendo  $n=8-18$ , preferiblemente  $n=10-18$ , de manera especialmente preferible  $n=14-18$ , de manera muy especialmente preferible  $n=14-16$ ,  $p=1-4$ , preferiblemente  $p=2$ , y  $m=15-25$ , preferiblemente  $m=18-23$ , de manera especialmente preferible  $m=20-23$ , y la humedad residual es del 0,1 al 20 % en peso, un agente de regulación del pH, dado el caso un agente humectante, dado el caso un agente adherente, dado el caso un desespumante y dado el caso un biocida.

Un objeto adicional de la invención es una preparación de pigmento, que está caracterizada por que presenta una diferencia de contenido de sólidos antes y después del almacenamiento de menos del 0,1 % en peso, preferiblemente menos del 0,09 % en peso, de manera especialmente preferible menos del 0,06 % en peso, en el caso de 2 horas de tiempo de agitación y 24 horas de tiempo de almacenamiento.

La diferencia de contenido de sólidos antes y después del almacenamiento se determina añadiendo 5 g de producto granulado en un vaso de precipitados de 150 ml de forma alta en 95 g de agua totalmente desmineralizada y elevando el valor de pH por medio de AMP 90 hasta 8-9. Con un agitador magnético triangular, longitud 3 cm, se agita durante 2 horas sobre una placa de agitación magnética RETbasic de la empresa IKA a 900 rpm. A continuación se trasvasan las muestras a cilindros mezcladores de 100 ml y en la marca de 90 ml se extrajo una muestra de 2,5 ml por medio de una pipeta de PP de 3 ml. De esta muestra se mide por medio de un instrumento Satorius MA 100 el contenido de sólidos:

Parámetros de medición:

temperatura: 130 °C

pesaje: 2-4 g

condición de apagado: pérdida de masa de 1 mg por cada 50 s

Tras 24 horas se extrae a su vez en la marca de 90 ml una muestra de 2,5 ml y se determina a su vez el contenido

de sólidos.

Un objetivo adicional de la invención es un procedimiento para la producción de la preparación de pigmento, que está caracterizado por que se dispersa al menos un pigmento y al menos un compuesto de fórmula general I en al menos un disolvente y a continuación se seca.

Como disolventes pueden utilizarse agua, glicol, glicerina, alcoholes o mezclas de los compuestos mencionados anteriormente.

El secado puede tener lugar mediante una liofilización o un secado por pulverización u otro procedimiento de granulación, por ejemplo granulación en capa turbulenta o secado en lecho fluidizado.

Para la producción de la preparación de pigmento pueden usarse para la dispersión molinos de perlas, ultrasonidos, Dispax, Dissolver, mezcladores por agitación, por ejemplo Scandex, unidad de dispersión rotor-estator, por ejemplo Ultra-Turrax, o un homogeneizador.

La congelación y el secado pueden tener lugar en una cámara de condensador de hielo. La velocidad de congelación puede encontrarse entre 0,01 y 10 °C/min, preferiblemente entre 0,1 y 3,0 °C/min.

El secado puede tener lugar con un secador por pulverización con pulverización por boquilla y corriente paralela, corriente parcialmente opuesta (pulverización en fuente) y guiado de gas en corriente opuesta. Como boquillas de pulverización pueden usarse boquillas de pulverización de una sustancia, boquillas de pulverización de dos sustancias o boquillas de pulverización de múltiples canales.

La presión inicial de boquilla puede ser de 1-20 bar, preferiblemente 10-20 bar. La temperatura de entrada puede ascender a 150-220 °C, preferiblemente a 160-200 °C.

La preparación de pigmento según la invención puede utilizarse para la tinción y/o el acabado antiestático en sistemas de pintura y de barniz a base de agua, pinturas dispersantes, tintas de impresión, sistemas de tinta y sistemas de recubrimiento.

Un objeto adicional de la invención es una tinta que contiene al menos una preparación de pigmento según la invención.

Las preparaciones de pigmento según la invención presentan ventajosamente una mejor capacidad de agitación ("incorporación por agitación") que las preparaciones de pigmento conocidas.

### Ejemplos

#### 40 Ejemplo 1 (propiedades de sedimentación)

Las composiciones de las dispersiones de negro de carbón acuosas se exponen en la tabla 1.

Tabla 1

Sustancias contenidas [% en peso]	Dispersión de referencia				Dispersión de pigmento		
	1	2	3	4	1	2	3
NIPex 160 IQ	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0
Alcanol S 2	7,0						
Alcanol S 20					7,0		
Alcanol S 60		7,0					
Alcanol S 100			7,0				
Alcanol L 23P						7,0	
Brij 58							7,0
Brij 98				7,0			
AMP 90	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Agua	77,8	77,8	77,8	77,8	77,8	77,8	77,8

Alcanol S 2 es un compuesto de fórmula general 1 siendo p = 2, m = 2 y n = 16 de la empresa Tego (grupo de sustancias: etoxilatos de alcoholes grasos).

Alcanol S 20 es un compuesto de fórmula general 1 siendo p = 2, m = 20 y n = 16 de la empresa Tego (grupo de sustancias: etoxilatos de alcoholes grasos).

Alcanol S 60 es un compuesto de fórmula general 1 siendo p = 2, m = 60 y n = 16 de la empresa Tego (grupo de sustancias: etoxilatos de alcoholes grasos).

Alcanol S 100 es un compuesto de fórmula general 1 siendo p = 2, m = 100 y n = 16 de la empresa Tego (grupo de sustancias: etoxilatos de alcoholes grasos).

5 Alcanol L 23P es un compuesto de fórmula general 1 siendo p = 2, m = 23 y n = 10 de la empresa Tego (grupo de sustancias: etoxilatos de alcoholes grasos).

Brij 58 es un compuesto de fórmula general 1 siendo p = 2, m = 16 y n = 20 de la empresa Aldrich (grupo de sustancias: etoxilatos de alcoholes grasos).

10 Brij 98 es un compuesto de fórmula  $\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_7\text{-CH=CH-(CH}_2\text{)}_7\text{-CH}_2\text{-O-[(CH}_2\text{)}_2\text{-O]}_{20}\text{-H}$  de la empresa Aldrich (grupo de sustancias: etoxilatos de alcoholes grasos).

15 El negro de pintura NIPex 160 IQ es un negro de gas con un tamaño de partícula primaria medio de 20 nm de la empresa Degussa GmbH. AMP 90 es 2-amino-2-metil-propanol de la empresa Angus Chemie.

1. Preparación de la disolución de humectante

Disponer previamente agua y disolver compuesto de fórmula general 1 o Brij 98 con calentamiento hasta como máximo 60 °C, tras el enfriamiento llevar a valores alcalinos con AMP 90.

20 2. Incorporación del negro de carbón

Incorporar poco a poco negro de pintura NIPex 160 IQ en la disolución de humectante preparada con agitación lenta (o bien manualmente o bien con un agitador lento).

25 3. Dispersión

La dispersión preparada en el punto 2 se dispersa con un molino de perlas.

30 Las dispersiones de pigmento 1-3 así como las dispersiones de referencia 2-4 dan como resultado tras la dispersión dispersiones homogéneas muy fluidas. La dispersión de referencia 1 no puede producirse debido a la mala solubilidad en agua de alcanol S 2.

35 4. Secado por pulverización

Las dispersiones a continuación se secan por pulverización (Büchi 190 Mini Spray Dryer). La dispersión se conduce por medio de una bomba de tubo flexible a la boquilla de pulverización y se seca a una temperatura de entrada de 160 °C. La deposición tiene lugar a través de un ciclón. De esto resultan las preparaciones de pigmento expuestas en la tabla 2.

40

Tabla 2

Sustancias contenidas [% en peso]	Preparación de referencia				Preparación de pigmento según la invención		
	1	2	3	4	1	2	3
NIPex 160 IQ	-	66,8	66,6	66,8	67,0	66,6	66,9
Alcanol S 2	-						
Alcanol S 20	-				31,2		
Alcanol S 60	-	31,2					
Alcanol S 100	-		31,1				
Alcanol L 23P	-					31,3	
Brij 58	-						31,4
Brij 98	-			31,3			
Humedad residual	-	2,0	2,3	1,9	1,8	2,1	1,7

45 Como preparación de referencia 5 se utiliza XFast Schwarz ED 7484, un producto granulado “de incorporación por agitación”, disgregado, con poco polvo, que puede introducirse mediante agitación directamente en formulaciones de barniz acuosas y contiene pigmento negro 7, de la empresa BASF.

La humedad residual de las preparaciones de pigmento se determina en una muestra por medio del secador de infrarrojos MA 100 de la empresa Satorius.

Parámetros de medición:

50

temperatura: 130 °C

pesaje: 2-4

condición de apagado: pérdida de masa de 1 mg por cada 50 s

El tamaño de grano de la preparación de pigmento se determina en una muestra de 250 ml por medio del instrumento Camsizer de la empresa Retsch con los siguientes parámetros de medición:

- 5        modelo de partícula: esferas  
          velocidad de fotogramas: 1:1  
          ranura: 75 mm

Perfil de sedimentación:

10       Para estudiar el comportamiento de sedimentación de los productos secados por pulverización se vierten en un vaso de precipitados de 150 ml de forma alta en cada caso 5 g de producto granulado en 95 g de agua totalmente desmineralizada y se eleva el valor de pH por medio de AMP 90 hasta 8-9. Con un agitador magnético triangular, longitud 3 cm, se agita sobre una placa de agitación magnética RETbasic de la empresa IKA durante 3 horas.

15       A continuación se diluye 1 g de la dispersión obtenida con 19 g de agua totalmente desmineralizada y se registra un perfil de sedimentación por medio del instrumento Lumifuge 116 Stability Analyser de la empresa L.U.M. GmbH. A este respecto, se mide la transmisión de la muestra en función del tiempo y del lugar en una cubeta de medición con centrifugación.

Parámetros de medición:

- 20       1. 10 perfiles de medición a 30 s, n = 2000 rpm, factor luminoso 3  
          2. 200 perfiles de medición a 120 s, n = 2000 rpm, factor luminoso 3. Cuanto menor sea el aumento de la transmisión integral, menor será la velocidad de sedimentación, menos estable será la dispersión y con ello la capacidad de agitación de la preparación de pigmento.

25       En las Figuras 1 y 2 se representan los perfiles de sedimentación medidos.

30       Las preparaciones de pigmento según la invención 1-3 muestran una velocidad de sedimentación claramente menor que las preparaciones de referencia 2-5. Estos resultados demuestran una capacidad de agitación claramente mejor de las preparaciones de pigmento según la invención 1-3.

#### **Ejemplo 2 (dependencia del tiempo de la capacidad de agitación)**

35       Para estudiar la dependencia del tiempo de la capacidad de agitación de la preparación de pigmento secada por pulverización se vierten 5 g de la preparación de pigmento según la invención 1 en 95 g de agua totalmente desmineralizada, se ajusta el valor de pH con AMP 90 a de 8 a 9 y se agita con un agitador magnético triangular durante 0,5, 1, 2 y 3 horas sobre una placa de agitación magnética RETbasic de la empresa IKA.

40       A continuación se diluye 1 g de la suspensión obtenida con 19 g de agua totalmente desmineralizada y se registra un perfil de sedimentación por medio de un instrumento Lumifuge 116 Stability Analyser de la empresa L.U.M. GmbH.

Parámetros de medición:

- 45       1. 10 perfiles de medición a 30 s, n = 2000 rpm, factor luminoso 3  
          2. 200 perfiles de medición a 120 s, n = 2000 rpm, factor luminoso 3. Los resultados se representan en la Figura 3.

50       La preparación de pigmento según la invención 1 no muestra tras 3 horas una caída de la transmisión, tras 3 horas de agitación con el agitador magnético la suspensión puede considerarse estable.

Para la comparación se mide igualmente la preparación de referencia 5. Para ello se vierten 5 g de la preparación de referencia 5 en 95 g de agua totalmente desmineralizada, se eleva el valor de pH con AMP 90 hasta de 8 a 9 y se agita con un agitador magnético durante 0,5, 1, 2 y 3 horas.

55       A continuación se diluye 1 g de la suspensión obtenida con 19 g de agua totalmente desmineralizada y se registra un perfil de sedimentación por medio de un instrumento Lumifuge 116 Stability Analyser de la empresa L.U.M. GmbH.

Parámetros de medición:

- 60       1. 10 perfiles de medición a 30 s, n = 2000 rpm, factor luminoso 3  
          2. 200 perfiles de medición a 120 s, n = 2000 rpm, factor luminoso 3.

Los resultados se representan en la Figura 4.

65       También tras 3 horas de agitación no se regula en la preparación de referencia 5 ninguna suspensión estable.

**Ejemplo 3 (ensayos de impresión de las tintas pigmentadas)**

En los siguientes ejemplos se producen tintas para impresoras por chorro de tinta basándose en preparaciones de pigmento según la invención y se realizan ensayos de impresión.

1. Preparación de la disolución de humectante

Disponer previamente agua y disolver alcohol S 20 con calentamiento hasta como máximo 60 °C, tras el enfriamiento se ajusta el valor de pH a un valor alcalino con AMP 90.

2. Incorporación del pigmento

Incorporar poco a poco el pigmento en la disolución de humectante preparada con agitación lenta (o bien manualmente o bien con un agitador lento).

3. Dispersión

La dispersión preparada en el punto 2 se dispersa con un molino de perlas.

Las composiciones de las dispersiones de pigmento acuosas se exponen en la tabla 3.

Tabla 3

Sustancias contenidas [% en peso]	Dispersión de pigmento		
	4	5	6
Pigmento amarillo 74	15,0	-	-
Pigmento azul 15:3	-	15,0	-
Pigmento rojo 122	-	-	15,0
Alcohol S20	7,0	7,0	7,0
AMP 90	0,2	0,2	0,2
Agua	77,8	77,8	77,8

Pigmento rojo 122 es un pigmento magenta de la empresa Sun con el nombre comercial Sunfast Red 122.

Pigmento azul 15:3 es un pigmento cian de la empresa Clariant con el nombre comercial Hostaperm Blau B2G.

Pigmento amarillo 74 es un pigmento amarillo de la empresa Sun con el nombre comercial Sunbrite Yellow 74.

4. Secado por pulverización

La dispersión de pigmento a continuación se seca por pulverización (Büchi 190 Mini Spray Dryer). La dispersión se conduce por medio de una bomba de tubo flexible a la boquilla de pulverización y se seca a una temperatura de entrada de 160 °C. La deposición tiene lugar a través de un ciclón. De esto resultan las preparaciones de pigmento expuestas en la tabla 4.

Tabla 4

Sustancias contenidas [% en peso]	Preparaciones de pigmento según la invención		
	4	5	6
Pigmento amarillo 74	67,0	-	-
Pigmento azul 15:3	-	66,8	-
Pigmento rojo 122	-	-	66,9
Alcohol S 20	31,2	31,2	31,2
Agua	1,8	2,0	1,9

Como preparación de referencia 6 se utiliza XFast Gelb ED 7574, un producto granulado “de incorporación por agitación”, disgregado, con poco polvo, que puede introducirse mediante agitación directamente en formulaciones de barniz acuosas y contiene pigmento amarillo 184, de la empresa BASF.

Como preparación de referencia 7 se utiliza XFast Magenta ED 7576, un producto granulado “de incorporación por agitación”, disgregado, con poco polvo, que puede introducirse mediante agitación directamente en formulaciones de barniz acuosas y contiene pigmento rojo 122, de la empresa BASF.

Como preparación de referencia 8 se utiliza XFast Blau ED 7566, un producto granulado “de incorporación por agitación”, disgregado, con poco polvo, que puede introducirse mediante agitación directamente en formulaciones de barniz acuosas y contiene pigmento azul 15:2, de la empresa BASF.

Para estudiar las propiedades de las preparaciones de pigmento se introducen mediante agitación 5 g de producto granulado en una mezcla de tinta convencional de laboratorio durante una hora con un agitador de paletas. A continuación se evalúa mediante microscopía óptica del grado de dispersión de las preparaciones de pigmento.

5 La tabla 5 proporciona una visión general de las tintas producidas.

Tabla 5

Sustancias contenidas [% en peso]	Tinta de referencia			Tinta según la invención		
	1	2	3	1	2	3
Preparación de referencia 6	5,0	-	-	-	-	-
Preparación de referencia 7	-	5,0	-	-	-	-
Preparación de referencia 8	-	-	5,0	-	-	-
Preparación de pigmento según la invención 4	-	-	-	5,0	-	-
Preparación de pigmento según la invención 5	-	-	-	-	5,0	-
Preparación de pigmento según la invención 6	-	-	-	-	-	5,0
2-Pirrolidona	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
Glicerina	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0
1,2-Hexanodiol	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	3,0
Trietilenglicol	12,0	12,0	12,0	12,0	12,0	12,0
Surfynol 465	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,0
Acticide MBS	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Agua desmineralizada	66,5	66,5	66,5	66,5	66,5	65,7
Evaluación por microscopía óptica	5	4	3	1	1	1

Escala de notas para evaluación por microscopía óptica:

10

- 1 : ninguna partícula mayor de 2  $\mu\text{m}$
- 2 : pocas partículas mayores de 2  $\mu\text{m}$
- 3 : muchas partículas mayores de 2  $\mu\text{m}$
- 4 : muchas partículas mayores de 5  $\mu\text{m}$
- 5 : muchas partículas mayores de 10  $\mu\text{m}$

15

La Figura 5 muestra las imágenes de microscopía óptica de las tintas a un aumento de 200x.

20 Las tintas según la invención 1, 2 y 3 muestran un comportamiento de agitación claramente mejor que las tintas de referencia 1, 2 y 3.

En virtud de la evaluación por microscopía óptica las tintas según la invención 1 a 3 se imprimen, las tintas de referencia 1 a 3 no pueden imprimirse debido a la falta de capacidad de agitación.

25 Las tintas según la invención se filtran a través de un filtro de profundidad de 500 nm y se imprimen con una impresora de gran formato JV4 de la empresa Mimaki. Dado que las tintas de referencia 1 a 3 no pueden imprimirse debido a la falta de capacidad de agitación, como tintas de referencia pueden usarse las tintas Original Mimaki. En la siguiente Tabla 6 se resumen los valores determinados.

30

Tabla 6

	Tinta de referencia			Tinta según la invención		
	4 Mimaki (SPC-0180Y)	5 Mimaki (SPC-0180C)	6 Mimaki (SPC-0180M)	1	2	3
Viscosidad [mPas]	3,07	3,22	3,07	3,01	3,1	3,32
Tensión superficial [mN/m]	33,2	34,0	33,2	37,0	35,3	34,1
Valor de pH	n.d.	n.d.	n.d.	8,45	7,2	6,6
Densidad óptica (Star Photo Ultrawhite Matt 150g/m <sup>2</sup> , empresa Emblem)	1,14	0,85	1,20	1,27	1,12	1,27
Capacidad de impresión	1	1	1	1	1	1
Prueba de reutilización ( <i>refire</i> ) 7 días	1	1	1	1	1	1
n.d.: no determinable						

Escala de evaluación:

- 1 : muy buena
- 5 : mala

Determinación de la viscosidad:

5 El comportamiento reológico se detecta en un ensayo de rotación con especificación de velocidad de cizallamiento (CSR) con un instrumento Physica Rheometer UDS 200. En el caso de una velocidad de cizallamiento de  $1000 \text{ S}^{-1}$  se lee el valor de viscosidad.

10 Determinación de la tensión superficial:

Con el tensiómetro de burbuja BP2 de la empresa Krüss se determina la tensión superficial dinámica. El valor final se lee a 3000 ms.

15 Determinación del valor de pH:

El valor de pH se determina en la suspensión sin diluir usando el pH-metro CG 837 de la empresa Scott. Para ello se sumerge el electrodo de vidrio en la disolución y tras cinco minutos se lee el valor de pH corregido para la temperatura.

20 Determinación de la densidad óptica:

La densidad óptica de las demostraciones de presión se mide con un densitómetro "Spectroeye" de la empresa GretagMcBeth.

25 Determinación de la capacidad de impresión:

30 Los ensayos de impresión se realizan con una impresora Mimaki JV4. Para ello se filtra la tinta con una unidad de filtro de 500 nm y se ventila a vacío. La tinta acabada se llena en un cartucho de impresora original limpiado y se imprime. Las pruebas de impresión se evalúan visualmente en cuanto a bandas (fallos de boquilla), nitidez de impresión y sangrado entre colores.

Determinación del comportamiento de reutilización (*refire*):

35 En una prueba de reutilización se evalúa visualmente el comportamiento de escritura o de secado de las tintas tras 1, 3 y 7 días de pausa de impresión.

40 Las tintas según la invención 1 a 3 pueden imprimirse muy bien y tampoco muestran ningún fallo tras 7 días de pausa de impresión. En el caso de la densidad óptica, los valores se encuentran a un nivel superior que en el caso de las tintas de referencia del fabricante de impresoras.

#### **Ejemplo 4 (capacidad de agitación)**

45 En los siguientes ejemplos se expone más detalladamente la capacidad de agitación (incorporación por agitación) de las preparaciones.

Diferencia de contenido de sólidos antes y después del almacenamiento:

50 Para estudiar las propiedades de los productos secados por pulverización se vierten en un vaso de precipitados de 150 ml de forma alta en cada caso 5 g de producto granulado en 95 g de agua totalmente desmineralizada y se eleva el valor de pH por medio de AMP 90 hasta 8-9. Con un agitador magnético triangular, longitud 3 cm, se agita durante 2 horas sobre una placa de agitación magnética RETbasic de la empresa IKA a 900 rpm. A continuación se trasvasan las muestras a cilindros mezcladores de 100 ml y en la marca de 90 ml se extrae una muestra de 2,5 ml por medio de una pipeta de PP de 3 ml. De esta muestra se mide por medio de un instrumento Satorius MA 100 el contenido de sólidos:

Parámetros de medición:

60 temperatura: 130 °C  
pesaje: 2-4 g  
condición de apagado: pérdida de masa de 1 mg por cada 50 s

65 Tras 24 horas se extrae a su vez en la marca de 90 ml una muestra de 2,5 ml y se determina a su vez el contenido de sólidos.

Como preparación de referencia 9 se utiliza XFast Gelb 1252, un producto granulado "de incorporación por

agitación”, disgregado, con poco polvo, que puede introducirse mediante agitación directamente en formulaciones de barniz acuosas y contiene pigmento amarillo 74, de la empresa BASF.

5 Como preparación de referencia 10 se utiliza XFast Rot 3855, un producto granulado “de incorporación por agitación”, disgregado, con poco polvo, que puede introducirse mediante agitación directamente en formulaciones de barniz acuosas y contiene pigmento rojo 112, de la empresa BASF.

10 Como preparación de referencia 11 se utiliza XFast Violet ED 7575, un producto granulado “de incorporación por agitación”, disgregado, con poco polvo, que puede introducirse mediante agitación directamente en formulaciones de barniz acuosas y contiene pigmento violeta 23, de la empresa BASF.

Tabla 7:

Dispersión de muestra de	Contenido de sólidos tras la agitación (antes del almacenamiento) en % en peso	Contenido de sólidos tras 24 h (tras el almacenamiento) en % en peso	Diferencia de contenido de sólidos antes y después del almacenamiento en % en peso
Preparación de pigmento según la invención 1	4,82	4,78	0,04
Preparación de pigmento según la invención 4	4,78	4,77	0,01
Preparación de pigmento según la invención 5	5,01	4,93	0,08
Preparación de pigmento según la invención 6	4,91	4,84	0,07
Preparación de referencia 2	4,84	0,99	3,85
Preparación de referencia 3	4,89	0,79	4,10
Preparación de referencia 5	4,97	4,56	0,41
Preparación de referencia 6	4,96	0,82	4,14
Preparación de referencia 8	4,85	4,42	0,43
Preparación de referencia 9	4,98	3,37	1,61
Preparación de referencia 10	4,96	4,44	0,52
Preparación de referencia 11	4,99	4,34	0,65

15 Las preparaciones de pigmento según la invención muestran una diferencia de contenido de sólidos claramente menor antes y después del almacenamiento que las preparaciones de referencia y por consiguiente tienen una mejor capacidad de agitación (tabla 7).

## REIVINDICACIONES

1. Preparación de pigmento, **caracterizada por que** contiene al menos un pigmento y al menos un compuesto de fórmula general I

5



siendo  $n=8-18$ ,  $p=1-4$  y  $m=15-25$ , y la humedad residual es del 0,1 al 20 % en peso.

10 2. Preparación de pigmento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizada por que** el pigmento es un pigmento de color o un negro de carbón.

3. Preparación de pigmento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizada por que** el pigmento es un negro de gas.

15

4. Preparación de pigmento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizada por que** el compuesto de fórmula general I es  $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{10}-\text{CH}_3-\text{O}-[(\text{CH}_2)_2-\text{O}]_{18}-\text{H}$ ,  $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{12}-\text{CH}_2-\text{O}-[(\text{CH}_2)_2-\text{O}]_{18}-\text{H}$ ,  $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{14}-\text{CH}_2-\text{O}-[(\text{CH}_2)_2-\text{O}]_{18}-\text{H}$ ,  $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{16}-\text{CH}_2-\text{O}-[(\text{CH}_2)_2-\text{O}]_{18}-\text{H}$ ,  $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{10}-\text{CH}_2-\text{O}-[(\text{CH}_2)_2-\text{O}]_{20}-\text{H}$ ,  $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{12}-\text{CH}_2-\text{O}-[(\text{CH}_2)_2-\text{O}]_{20}-\text{H}$ ,  $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{14}-\text{CH}_2-\text{O}-[(\text{CH}_2)_2-\text{O}]_{20}-\text{H}$ ,  $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{16}-\text{CH}_2-\text{O}-[(\text{CH}_2)_2-\text{O}]_{20}-\text{H}$ ,  $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{10}-\text{CH}_2-\text{O}-[(\text{CH}_2)_2-\text{O}]_{23}-\text{H}$ ,  $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{12}-\text{CH}_2-\text{O}-[(\text{CH}_2)_2-\text{O}]_{23}-\text{H}$ ,  $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{14}-\text{CH}_2-\text{O}-[(\text{CH}_2)_2-\text{O}]_{23}-\text{H}$  o  $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{16}-\text{CH}_2-\text{O}-[(\text{CH}_2)_2-\text{O}]_{23}-\text{H}$ .

20

5. Preparación de pigmento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizada por que** presenta una diferencia de contenido de sólidos antes y después del almacenamiento de menos del 0,1 % en peso en el caso de 2 horas de tiempo de agitación y 24 horas de tiempo de almacenamiento.

25

6. Procedimiento para la producción de la preparación de pigmento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado por que** se dispersa al menos un pigmento y al menos un compuesto de fórmula general I en al menos un disolvente y a continuación se seca.

30 7. Procedimiento para la producción de la preparación de pigmento de acuerdo con la reivindicación 6, **caracterizado por que** se seca por pulverización o se liofiliza la preparación de pigmento.

8. Uso de la preparación de pigmento según las reivindicaciones 1 a 5, para la tinción y/o el acabado antiestático en sistemas de pintura y de barniz a base de agua, pinturas dispersantes, tintas de impresión, sistemas de tinta y sistemas de recubrimiento.

35

9. Tintas, **caracterizadas por que** contienen al menos una preparación de pigmento de acuerdo con las reivindicaciones 1-5.

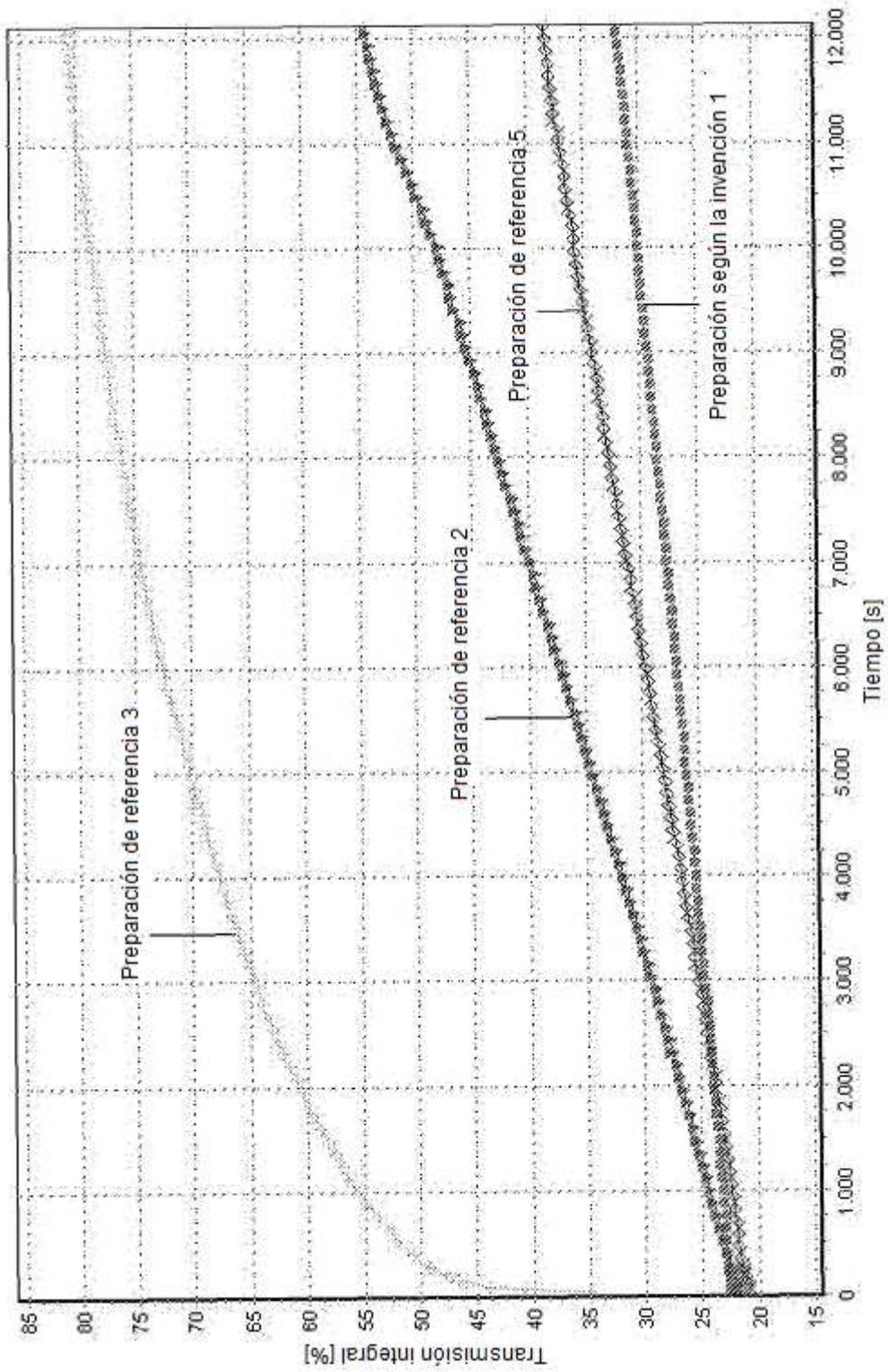


Figura 1

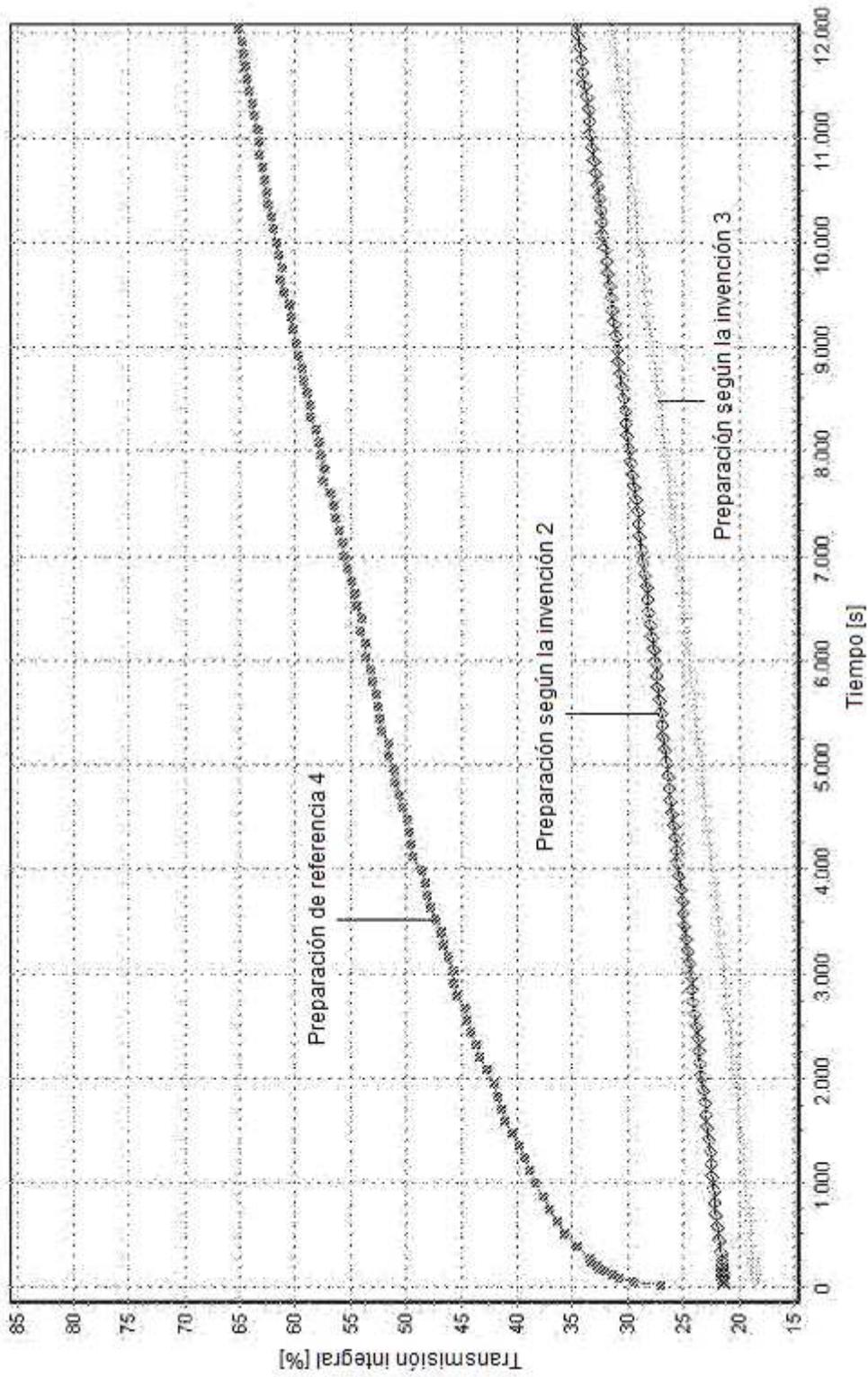


Figura 2

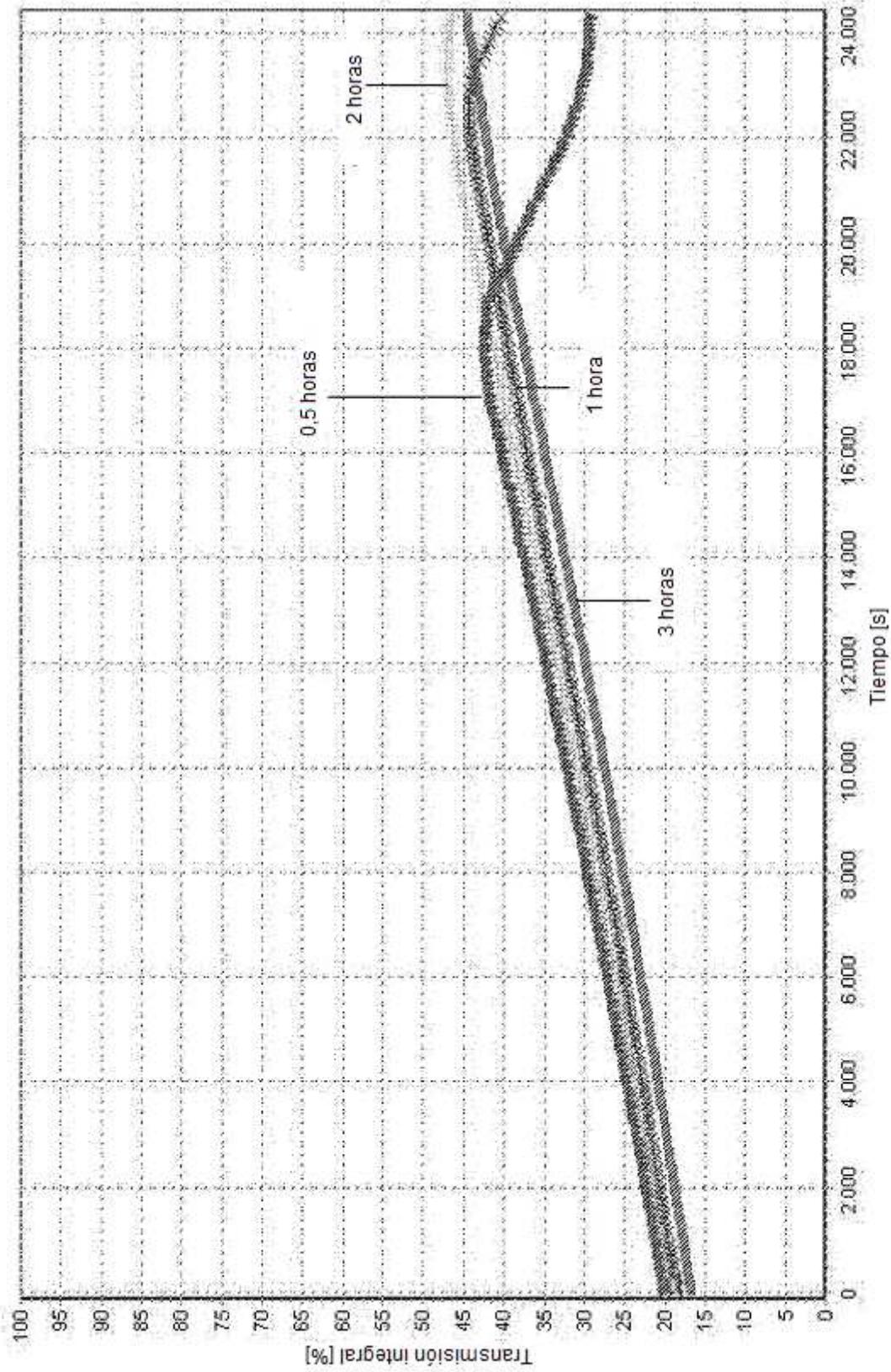


Figura 3

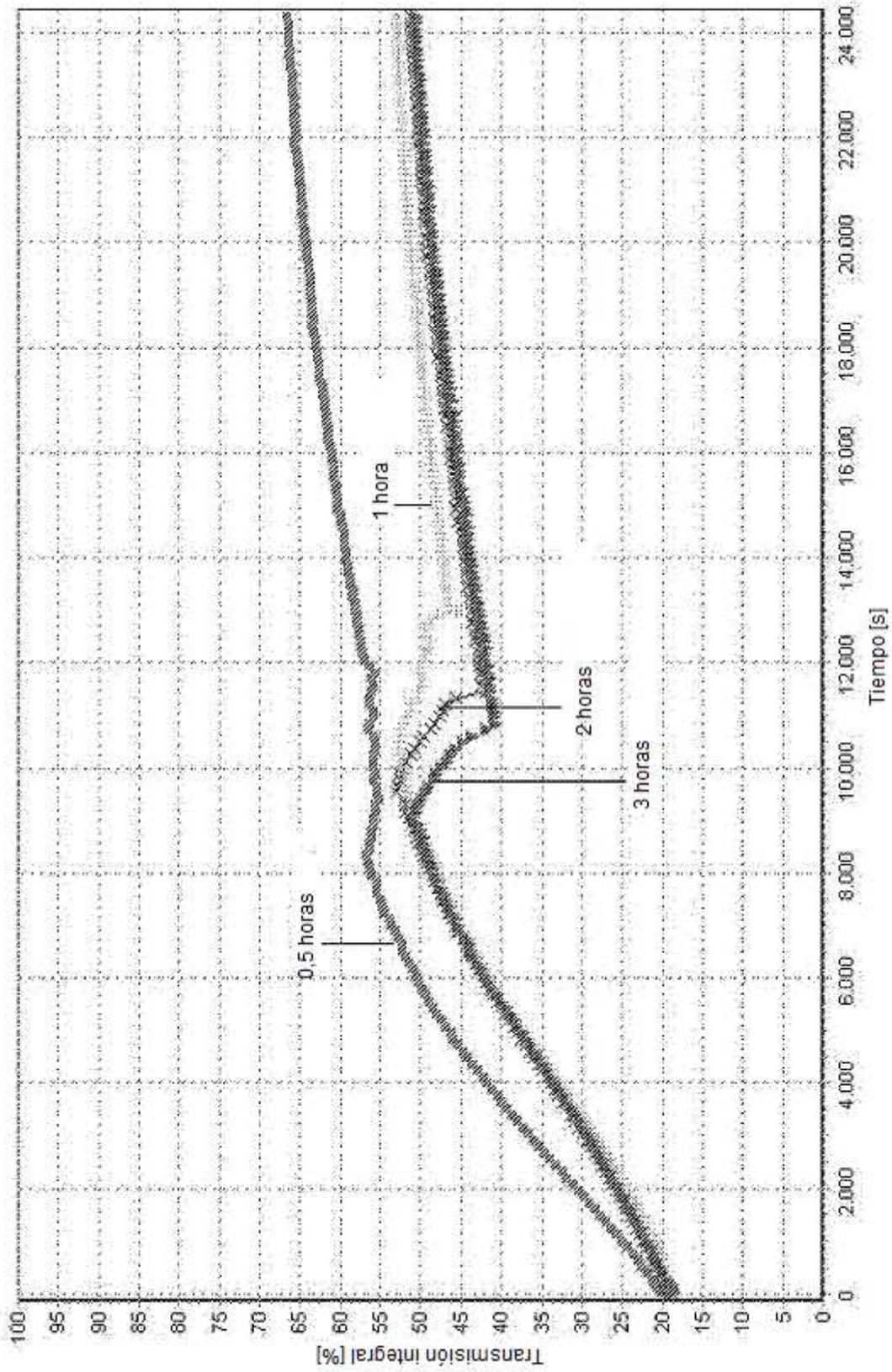
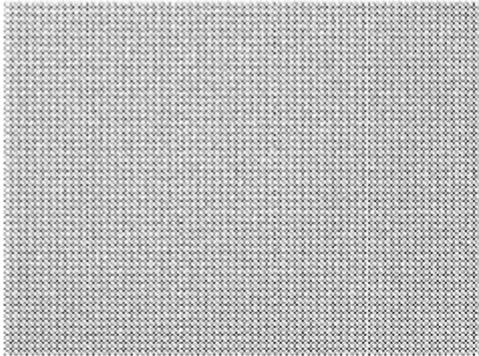
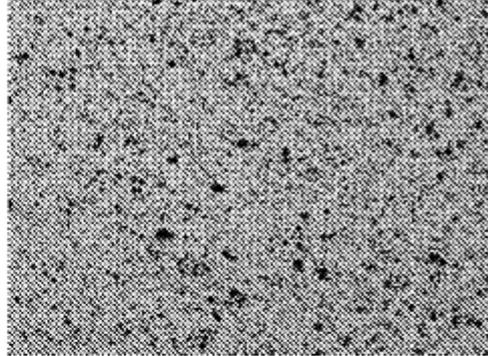


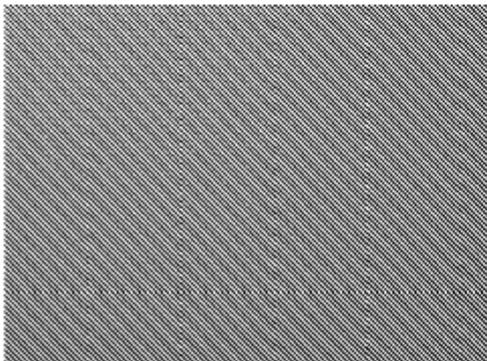
Figura 4



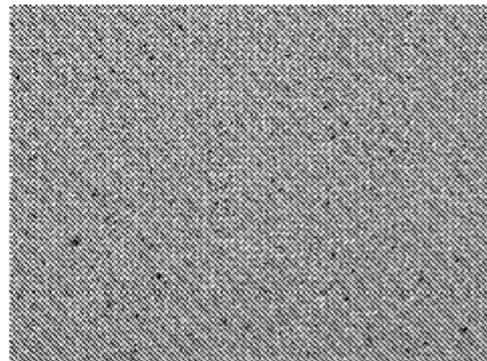
Tinta según la invención 1



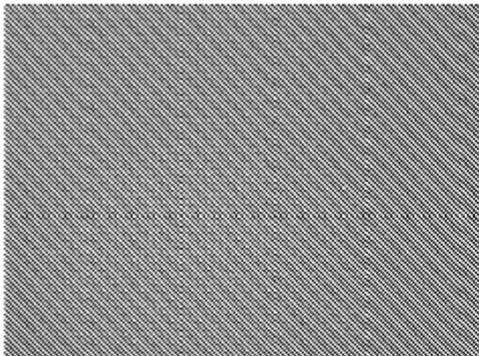
Tinta de referencia 1



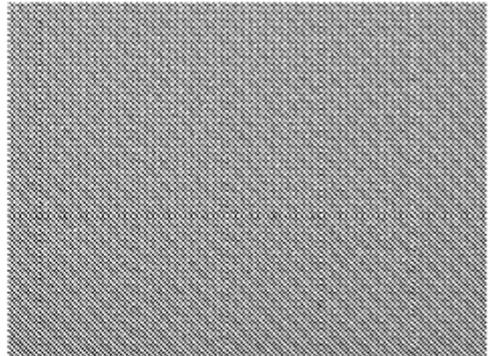
Tinta según la invención 2



Tinta de referencia 2



Tinta según la invención 3



Tinta de referencia 3

Figura 5