

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 692 157**

51 Int. Cl.:

C09B 67/02	(2006.01)
C09B 67/04	(2006.01)
C09B 67/20	(2006.01)
C09B 67/46	(2006.01)
C09D 11/00	(2014.01)
C09D 17/00	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.05.2014 PCT/JP2014/062890**

87 Fecha y número de publicación internacional: **20.11.2014 WO14185475**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.05.2014 E 14797611 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.09.2018 EP 2998363**

54 Título: **Método de producción para un pigmento orgánico fino**

30 Prioridad:

14.05.2013 JP 2013102204
26.12.2013 JP 2013270407

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

30.11.2018

73 Titular/es:

KAO CORPORATION (100.0%)
14-10, Nihonbashi-Kayabacho, 1-chome Chuo-Ku
Tokyo 103-8210, JP

72 Inventor/es:

FUKUROI, HIRONOBU;
SATO, TAKAHIRO;
TSURU, ISAO;
SHIMIZU, YUSUKE y
UEDA, YASUFUMI

74 Agente/Representante:

FÚSTER OLAGUIBEL, Gustavo Nicolás

ES 2 692 157 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

Método de producción para un pigmento orgánico fino

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un procedimiento para producir un pigmento orgánico fino.

10 **Antecedentes de la invención**

10 En los métodos de impresión por chorro de tinta se proyectan gotas de tinta sobre un medio de registro desde boquillas muy finas y se permite que se adhieran al medio de registro para obtener material impreso en el que se imprimen caracteres, imágenes, etc. Se requiere que el material impreso tenga alta densidad óptica y brillo, mientras que se requiere que las tintas para impresión por chorro de tinta tengan una alta propiedad de expulsión. Además, se requieren filtros de color para pantallas de cristal líquido para mostrar alto índice de contraste y luminosidad. Por tanto, los pigmentos usados en las tintas para impresión por chorro de tinta y los filtros de color están en forma de partículas de pigmento finas que tienen un tamaño de partícula primaria muy pequeño.

20 Como método de obtención de un pigmento orgánico fino reduciendo el tamaño de partícula primaria de un pigmento orgánico como materia prima, hay métodos de molienda y amasado en húmedo usados extensamente tales como métodos de molienda de sal con disolvente, molienda en seco, etc. La molienda de sal con disolvente significa un método de molienda de atomización de un polvo, etc., mediante un método de amasado en húmedo usando una sal inorgánica soluble en agua como medio de pulverización. Por ejemplo, amasando de manera mecánica el pigmento orgánico de materia prima y la sal inorgánica soluble en agua junto con un disolvente orgánico soluble en agua, es posible pulverizar el pigmento y reducir el tamaño de partícula primaria del pigmento.

25 El documento de patentes 1 divulga un procedimiento para producir un pigmento orgánico fino, que incluye la etapa de amasar una mezcla de un pigmento orgánico de materia prima, un adyuvante de molienda y un disolvente orgánico soluble en agua mediante un método de molienda de sal con disolvente, en el que se lleva a cabo el amasado en presencia de una sustancia orgánica que contiene una sal de metal de ácido orgánico específica.

30 El documento de patentes 2 divulga un procedimiento para producir una composición de pigmento que tiene excelente brillo y estabilidad, en el que se somete un pigmento de ftalocianina en bruto a un tratamiento de molienda en húmedo en presencia de un éster de ácido fosfórico o un éster de ácido sulfúrico de un monoéter de polietilenglicol.

35 El documento de patentes 3 describe un procedimiento para preparar pigmentos orgánicos muy finos con tamaño de partícula pequeño (aproximadamente 10 nm de la partícula primaria) que es adecuado para diversas tintas para impresoras por chorro de tinta (buena expulsión de tinta a través de boquillas de chorro de tinta finas), por ejemplo, para preparar dispersiones para filtros de color con buen contraste y luminosidad.

40 **Lista de referencias**

45 **Documentos de patentes**

45 Documento de patentes 1: Documento JP 2011-252123A

Documento de patentes 2: Documento JP 63-248864A

50 Documento de patentes 3: Documento JP 2010-106260A

Sumario de la invención

55 El método de amasado en húmedo tal como, normalmente, molienda de sal con disolvente es un método útil para pulverizar un pigmento. A medida que se reduce el tamaño de partícula primaria del pigmento orgánico resultante, la tinta para impresión por chorro de tinta o el filtro de color que usa el pigmento orgánico puede mejorarse adicionalmente en sus propiedades. Por tanto, existe una demanda creciente de métodos para producir pigmentos orgánicos que tengan un menor tamaño de partícula primaria.

60 Por otro lado, aunque puede obtenerse el pigmento que tiene un tamaño de partícula primaria muy pequeño mediante el método de amasado convencional, tiende a producirse un problema tal que la mezcla obtenida después del amasado provoca la obstrucción de un filtro debido al pequeño tamaño de partícula primaria del pigmento tras la limpieza de la mezcla con un disolvente acuoso, lo que da como resultado un deterioro notable de la productividad en la etapa de limpieza. Los procedimientos divulgados en los documentos de patentes 1 y 2 no han podido resolver estos problemas convencionales.

65

Según la presente invención, se proporciona un procedimiento para producir un pigmento orgánico fino que es capaz de producir el pigmento orgánico fino que tiene un tamaño de partícula primaria muy pequeño, y es excelente en la propiedad de filtración incluso en una etapa de limpieza.

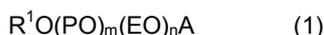
5 De ese modo, se atrae la atención del lector experto al hecho de que la invención descrita en el presente documento engloba simplemente el procedimiento definido por el presente conjunto de reivindicaciones.

Los presentes inventores han hallado que, mediante el amasado de la mezcla usando una cantidad predeterminada del compuesto representado por la fórmula (1) en la siguiente etapa 1, es posible obtener el pigmento orgánico fino que tiene un tamaño de partícula primaria muy pequeño que es excelente en la propiedad de filtración incluso en la etapa de limpieza.

Es decir, la presente invención se refiere a los siguientes aspectos [1] a [6].

15 [1] Un procedimiento para producir un pigmento orgánico fino, que incluye las etapas 1 y 2:

etapa 1: amasar una mezcla preparada combinando un pigmento orgánico de materia prima, una sal inorgánica soluble en agua, un disolvente orgánico soluble en agua y un compuesto representado por la fórmula (1) unos con otros, combinándose el compuesto en una cantidad de no menos de 0,8 partes en masa y de no más de 18,0 partes en masa, basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima:



en la que R^1 es un grupo hidrocarbonado que tiene no menos de 8 y no más de 24 átomos de carbono; PO es óxido de propileno; EO es óxido de etileno; m representa un número molar promedio de adición de óxido de propileno y es un número de no menos de 0 y de no más de 30, y n representa un número molar promedio de adición de óxido de etileno y es un número de no menos de 10 y de no más de 70, con la condición de que la suma de m y n ($m + n$) sea de no menos de 10 y de no más de 70; y A es un átomo de hidrógeno, $-SO_3^-X^+$, $-PO_3H^-X^+$ o $-CH_2COO^-X^+$ en los que X^+ es un catión monovalente, en el que cuando están presentes tanto PO como EO, estos constituyentes pueden disponerse en cualquier orden opcional;

en el que el disolvente orgánico soluble en agua es un compuesto alifático que comprende no menos de 2 y no más de 3 grupos hidroxilo alcohólicos, y

35 etapa 2: someter la mezcla obtenida en la etapa 1 a tratamiento de limpieza con un disolvente acuoso y luego a filtración.

Según la presente invención, se proporciona un procedimiento para producir un pigmento orgánico fino que es capaz de producir el pigmento orgánico fino que tiene un tamaño de partícula primaria muy pequeño y es excelente en la propiedad de filtración incluso en una etapa de limpieza.

Descripción detallada de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento para producir un pigmento orgánico fino, que incluye la etapa 1 de amasar una mezcla preparada combinando un pigmento orgánico de materia prima, una sal inorgánica soluble en agua, un disolvente orgánico soluble en agua y un compuesto representado por la fórmula (1) mencionada anteriormente (también denominado a continuación en el presente documento "compuesto (1)") unos con otros (la mezcla también se denomina a continuación en el presente documento "mezcla que va a amasarse"), y la etapa 2 de someter la mezcla obtenida en la etapa 1 a tratamiento de limpieza con un disolvente acuoso y luego a filtración. En el procedimiento para producir un pigmento orgánico fino según la presente invención, es posible producir un pigmento orgánico fino que tiene un tamaño de partícula primaria muy pequeño, y conseguir el efecto de permitir que el pigmento resultante muestre una excelente propiedad de filtración incluso en una etapa de limpieza.

El mecanismo de consecución de los efectos de la presente invención se estima de la siguiente manera, aunque los detalles del mismo no se han determinado aún claramente. Es decir, el compuesto representado por la fórmula (1) se adsorbe fácilmente sobre el pigmento, y tiene una estructura con alta solubilidad en agua. Más específicamente, cuando se combina el compuesto representado por la fórmula (1) en la etapa (1), el compuesto se adsorbe sobre el pigmento en el disolvente orgánico soluble en agua para desagregar el pigmento, de modo que puede fomentarse la atomización del pigmento. Por otro lado, una gran cantidad del disolvente acuoso se mezcla en la etapa 2, de modo que el compuesto que tiene una alta afinidad por el disolvente acuoso se desorbe del pigmento y se transfiere al disolvente acuoso de manera contraria a la etapa 1. Por este motivo, el pigmento se agrega mientras se mantiene un tamaño de partícula primaria fino del mismo y, por tanto, puede eliminarse la aparición de obstrucción durante la filtración tras la limpieza del pigmento. Debido al efecto sinérgico de estas etapas, es posible producir un pigmento orgánico que tiene un tamaño de partícula primaria fino con alta productividad. Sin embargo, el comentario anterior es simplemente una estimación y, por tanto, la presente invención no se limita particularmente al mismo.

[Pigmento orgánico de materia prima]

El pigmento orgánico de materia prima usado en la presente invención significa un pigmento orgánico antes de amasarse.

Como el pigmento orgánico de materia prima se usa preferiblemente al menos un pigmento seleccionado del grupo que consiste en pigmentos policíclicos condensados tales como pigmentos de antraquinona, pigmentos de quinacridona, pigmentos de añil, pigmentos de dioxazina, pigmentos de perileno, pigmentos de perinona, pigmentos de isoindolinona, pigmentos de isoindolina, pigmentos de quinoftalona y pigmentos de dicetopirrolpirrol, y pigmentos azoicos tales como pigmentos disazoicos, pigmentos de bencimidazolona y pigmentos azoicos condensados. De estos pigmentos orgánicos, desde los puntos de vista de una buena eficiencia de pulverización del pigmento y la utilidad del pigmento orgánico fino resultante, se prefiere más al menos un pigmento seleccionado del grupo que consiste en pigmentos de quinacridona, pigmentos de dicetopirrolpirrol, pigmentos disazoicos y pigmentos de bencimidazolona.

El pigmento orgánico de materia prima usado en la presente invención contiene preferiblemente un átomo de oxígeno y un átomo de nitrógeno unido a un átomo de hidrógeno en una molécula del mismo, desde el punto de vista de conseguir de manera más notable los efectos de la presente invención, así como el efecto de adición del compuesto básico soluble en agua mencionado a continuación.

Como el átomo de nitrógeno unido a un átomo de hidrógeno que está contenido en el pigmento orgánico de materia prima pueden mencionarse átomos de nitrógeno contenidos en al menos un grupo funcional seleccionado del grupo que consiste en un grupo amino de una amina primaria, una amina secundaria, etc., un grupo amida y un grupo imida. De estos átomos de nitrógeno, desde el punto de vista de que se muestren de manera más eficiente los efectos de la presente invención, se prefiere el átomo de nitrógeno contenido en un grupo amino, y se prefiere más el átomo de nitrógeno contenido en una amina secundaria. Como el átomo de oxígeno contenido en el pigmento orgánico de materia prima puede mencionarse el átomo de oxígeno contenido en éteres, ésteres, amidas, cetonas, aldehídos, etc. De estos átomos de oxígeno, desde el punto de vista de que se muestren de manera más eficiente los efectos de la presente invención, se prefiere el átomo de oxígeno contenido en cetonas. Además, desde el punto de vista de suprimir el deterioro de los efectos de atomización debido a la formación de un fuerte enlace de hidrógeno, el pigmento orgánico de materia prima más preferiblemente no contiene grupo amida.

Como el pigmento orgánico de materia prima usado en la presente invención se usa preferiblemente al menos un pigmento seleccionado del grupo que consiste en pigmentos de quinacridona y pigmentos de dicetopirrolpirrol. De estos pigmentos orgánicos, desde el punto de vista de que se muestren de manera más eficiente los efectos de la presente invención, se prefieren pigmentos de quinacridona. Se estima que la quinacridona contiene un grupo cetona y un grupo amino secundario, pero ambos grupos funcionales no son adyacentes entre sí y no está contenido ningún grupo amida en la misma, de modo que se impide la formación de un fuerte enlace de hidrógeno en la misma y, por tanto, pueden mostrarse de manera más eficiente los efectos de atomización de la presente invención.

Como los pigmentos de quinacridona pueden mencionarse al menos un pigmento seleccionado del grupo que consiste en C.I.P.V. 19 (quinacridona no sustituida), C.I.P.R. 122 (2,9-dimetil-quinacridona), C.I.P.R. 202 (2,9-dicloroquinacridona), C.I.P.R. 206 (disolución sólida de quinacridona-quinona y quinacridona no sustituida), C.I.P.R. 207 (disolución sólida de 4,11-dicloroquinacridona y quinacridona no sustituida), C.I.P.R. 209 (3,10-dicloroquinacridona), C.I.P.O. 48 (disolución sólida de quinacridona-quinona y quinacridona no sustituida), C.I.P.O. 49 (disolución sólida de quinacridona-quinona y quinacridona no sustituida), C.I.P.V. 42 (disolución sólida de quinacridona), C.I.P.O. 49 (disolución sólida de quinacridona-quinona y quinacridona no sustituida), "CROMOPHTHAL Jet 2BC" (disolución sólida de quinacridona) disponible de Ciba Specialty Chemicals Corporation, y "FASTGEN SUPER MAGENTA RY" (disolución sólida de quinacridona) disponible de DIC Corporation.

El tamaño de partícula primaria del pigmento orgánico de materia prima es preferiblemente de no más de 500 nm, más preferiblemente de no más de 300 nm e incluso más preferiblemente de no más de 150 nm, desde el punto de vista de una buena eficiencia de pulverización. Además, el tamaño de partícula primaria del pigmento orgánico de materia prima es preferiblemente de no menos de 30 nm, más preferiblemente de no menos de 45 nm, e incluso más preferiblemente de no menos de 60 nm, desde el mismo punto de vista tal como se describió anteriormente. El tamaño de partícula primaria del pigmento orgánico de materia prima puede medirse mediante el método descrito en los ejemplos a continuación.

[Derivado de pigmento]

La mezcla que va a amasarse también puede contener diversos derivados de pigmento. Los derivados de pigmento están preferiblemente en forma de un derivado de un compuesto que constituye el pigmento orgánico de materia prima. Los ejemplos de un grupo sustituyente contenido en los derivados de pigmento incluyen un grupo hidroxilo, un grupo carboxilo, un grupo carbamoilo, un grupo sulfuro, un grupo sulfonamida y un grupo ftalimidometilo. Además, los derivados de pigmento también incluyen compuestos policíclicos aromáticos que no tienen generalmente una estructura unitaria de pigmentos orgánicos, tales como compuestos de naftaleno y compuestos de antraquinona.

Estos derivados de pigmento pueden usarse solos o en combinación de dos cualesquiera o más de los mismos.

El contenido de los derivados de pigmento en la mezcla que va a amasarse es preferiblemente de no menos de 0,05 partes en masa y más preferiblemente de no menos de 0,1 partes en masa basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima, desde el punto de vista de una buena dispersibilidad y atomización del pigmento, y también es preferiblemente de no más de 5 partes en masa, más preferiblemente de no más de 1 parte en masa e incluso más preferiblemente de no más de 0,2 partes en masa basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima, desde el punto de vista de suprimir el cambio en la tonalidad del pigmento. Además, desde los puntos de vista de suprimir el cambio en la tonalidad del pigmento y atomizar las partículas de pigmento, la mezcla que va a amasarse preferiblemente no contiene sustancialmente derivados de pigmento.

[Sal inorgánica soluble en agua]

En la presente invención, la sal inorgánica soluble en agua que se combina en la mezcla que va a amasarse es preferiblemente una sal de metal, más preferiblemente un cloruro de metal o un sulfato de metal, e incluso más preferiblemente un cloruro de metal, desde el punto de vista de una buena eficiencia de pulverización. El metal de la sal de metal es preferiblemente al menos un metal seleccionado del grupo que consiste en un metal alcalino y un elemento del grupo 2, y más preferiblemente un metal alcalino, desde los puntos de vista de una buena solubilidad en agua, economía y disponibilidad. Además, desde los puntos de vista de una buena economía y disponibilidad, el metal de la sal de metal es preferiblemente al menos un metal seleccionado del grupo que consiste en sodio, potasio y magnesio, y más preferiblemente sodio. Desde los puntos de vista de una buena eficiencia de pulverización y solubilidad en agua, la sal inorgánica soluble en agua es preferiblemente al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en un cloruro de metal alcalino y un sulfato de metal alcalino, y más preferiblemente un cloruro de metal alcalino. Además, desde los puntos de vista de una buena economía y disponibilidad, la sal inorgánica soluble en agua es preferiblemente al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en cloruro de sodio, cloruro de potasio, sulfato de sodio, cloruro de zinc, cloruro de calcio y cloruro de magnesio, más preferiblemente al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en cloruro de sodio y sulfato de sodio, e incluso más preferiblemente cloruro de sodio.

La solubilidad de la sal inorgánica soluble en agua en 100 g de agua tal como se mide a 20°C es preferiblemente de no menos de 10 g, más preferiblemente de no menos de 20 g, e incluso más preferiblemente de no menos de 30 g, desde el punto de vista de una retirada facilitada de la sal inorgánica soluble en agua de la mezcla obtenida a través de la etapa de amasado, y también es preferiblemente de no más de 100 g, más preferiblemente de no más de 60 g, e incluso más preferiblemente de no más de 40 g, desde el punto de vista de una buena eficiencia de pulverización.

La sal inorgánica soluble en agua es preferiblemente apenas soluble en el disolvente orgánico soluble en agua, y más preferiblemente sustancialmente insoluble en el disolvente orgánico soluble en agua. La solubilidad de la sal inorgánica soluble en agua usada en la presente invención en 100 g del disolvente orgánico soluble en agua tal como se mide a 20°C es preferiblemente de no más de 10 g, y más preferiblemente de no más de 1 g, desde el punto de vista de una alta productividad del pigmento orgánico fino.

La sal inorgánica soluble en agua está preferiblemente en forma de partículas desde el punto de vista de una buena propiedad de manipulación. El tamaño de partícula promedio de la sal inorgánica soluble en agua es preferiblemente de no más de 1000 μm , más preferiblemente de no más de 700 μm , incluso más preferiblemente de no más de 400 μm , incluso todavía más preferiblemente de no más de 200 μm , incluso todavía más preferiblemente de no más de 50 μm , e incluso todavía más preferiblemente de no más de 20 μm , desde el punto de vista de una buena eficiencia de pulverización, y también es preferiblemente de no menos de 0,1 μm , más preferiblemente de no menos de 1 μm , e incluso más preferiblemente de no menos de 5 μm , desde el punto de vista de una alta productividad.

[Disolvente orgánico soluble en agua]

En la presente invención, el disolvente orgánico soluble en agua combinado en la mezcla que va a amasarse es preferiblemente un disolvente orgánico que es miscible con agua en una proporción opcional, desde el punto de vista de una retirada facilitada del disolvente orgánico soluble en agua de la mezcla obtenida a través de la etapa de amasado.

El disolvente orgánico soluble en agua está en forma de un compuesto alifático que contiene un grupo hidroxilo alcohólico desde los puntos de vista de una buena seguridad, economía y disponibilidad. El número de los grupos hidroxilo alcohólicos contenidos en el compuesto alifático como el disolvente orgánico soluble en agua es de no menos de 2, desde los puntos de vista de una buena solubilidad en agua y trabajabilidad, y también es de no más de 3, más preferiblemente 2, desde los puntos de vista de una buena propiedad de manipulación, economía y disponibilidad. Además, el disolvente orgánico soluble en agua contiene preferiblemente un enlace éter, desde el punto de vista de una buena seguridad. El número de los enlaces éter contenidos en el disolvente orgánico soluble en agua es preferiblemente de no más de 3, y más preferiblemente de no más de 2, y también es preferiblemente de no menos de 1, y más preferiblemente 1, desde los puntos de vista de una buena propiedad de manipulación,

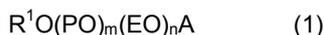
economía y disponibilidad.

Los ejemplos del disolvente orgánico soluble en agua incluyen al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en etilenglicol, dietilenglicol, monoalquil éteres de dietilenglicol, trietilenglicol, monoalquil éteres de trietilenglicol, polietilenglicol, propilenglicol, dipropilenglicol, monoalquil éteres de dipropilenglicol, polipropilenglicol, 2-propanol, 1-propanol, alcohol isobutílico, 1-butanol, alcohol isopentílico, 1-pentanol, alcohol isohexílico, 1-hexanol y glicerol. De estos disolventes orgánicos solubles en agua, desde los puntos de vista de una buena seguridad, economía y disponibilidad, se prefieren disolventes basados en glicol tales como dietilenglicol, propilenglicol, trietilenglicol y polietilenglicol, y glicerol, y se prefiere más dietilenglicol (también denominado a continuación en el presente documento "DEG").

El punto de ebullición del disolvente orgánico soluble en agua es preferiblemente no menor de 100°C, y más preferiblemente no menor de 200°C, desde los puntos de vista de conseguir una buena seguridad y suprimir la evaporación del disolvente orgánico tras el amasado, mientras que el punto de solidificación del disolvente orgánico soluble en agua es preferiblemente no mayor de 25°C, y más preferiblemente no mayor de 0°C, desde el punto de vista de una buena trabajabilidad.

[Compuesto (1)]

En la mezcla que va a amasarse tal como se usa en la presente invención, el compuesto representado por la siguiente fórmula (1) (compuesto (1)) se combina en una cantidad de no menos de 0,8 partes en masa y de no más de 18,0 partes en masa basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima:



en la que R¹ es un grupo hidrocarbonado que tiene no menos de 8 y no más de 24 átomos de carbono; PO es óxido de propileno; EO es óxido de etileno; m representa un número molar promedio de adición de óxido de propileno y es un número de no menos de 0 y de no más de 30, y n representa un número molar promedio de adición de óxido de etileno y es un número de no menos de 10 y de no más de 70, con la condición de que la suma de m y n (m + n) sea de no menos de 10 y de no más de 70; y A es un átomo de hidrógeno, -SO₃X⁺, -PO₃HX⁺ o -CH₂COO⁻X⁺ en los que X⁺ es un catión monovalente, en el que cuando están presentes tanto PO como EO, estos constituyentes pueden disponerse en cualquier orden opcional.

Como R¹, pueden mencionarse un grupo hidrocarbonado alifático tal como un grupo alquilo y un grupo alqueno, un grupo arilo, etc. De estos grupos como R¹, desde el punto de vista de una buena eficiencia de pulverización y alta velocidad de filtración en la etapa 2 (también denominada a continuación en el presente documento "propiedad de filtración"), se prefiere un grupo hidrocarbonado alifático, se prefiere más al menos un grupo seleccionado del grupo que consiste en un grupo alquilo y un grupo alqueno, e incluso se prefiere más un grupo alquilo. Más específicamente, como R¹, desde los puntos de vista de una buena eficiencia de pulverización y propiedad de filtración, se prefiere al menos un grupo seleccionado del grupo que consiste en un grupo 2-etilhexilo, un grupo laurilo, un grupo estearilo, un grupo oleílo, un grupo behenilo y un grupo fenilo diestrenado, y se prefiere más al menos un grupo seleccionado del grupo que consiste en un grupo laurilo, un grupo estearilo y un grupo oleílo, y además desde los puntos de vista de una buena economía y disponibilidad, incluso se prefiere más un grupo estearilo.

El número de átomos de carbono en R¹ es de no menos de 8, preferiblemente de no menos de 10, más preferiblemente de no menos de 12, e incluso más preferiblemente de no menos de 16, desde los puntos de vista de una buena eficiencia de pulverización y propiedad de filtración, y también es de no más de 24, preferiblemente de no más de 22, más preferiblemente de no más de 20, e incluso más preferiblemente de no más de 18, desde el mismo punto de vista tal como se describió anteriormente.

Desde el punto de vista de una producción facilitada del compuesto (1), m es de no más de 30, preferiblemente de no más de 15, y más preferiblemente de no más de 10. Además, desde el punto de vista de una buena propiedad de filtración, m es preferiblemente de no más de 5, y más preferiblemente de no más de 3, y también es preferiblemente de no menos de 0, y más preferiblemente 0.

Desde los puntos de vista de una buena eficiencia de pulverización, propiedad de filtración y capacidad de limpieza con un medio acuoso, n es de no menos de 10, preferiblemente de no menos de 12, más preferiblemente de no menos de 14, e incluso más preferiblemente de no menos de 16. Además, desde los puntos de vista de una buena eficiencia de pulverización y propiedad de manipulación del compuesto (1), n es de no más de 70, preferiblemente de no más de 60, más preferiblemente de no más de 50, e incluso más preferiblemente de no más de 40.

La suma de m y n (m + n) es de no menos de 10, preferiblemente de no menos de 12, más preferiblemente de no menos de 14, e incluso más preferiblemente de no menos de 16, desde los puntos de vista de una buena eficiencia de pulverización y propiedad de filtración, y también es de no más de 70, preferiblemente de no más de 60, más preferiblemente de no más de 50, e incluso más preferiblemente de no más de 40, desde los puntos de vista de una

buena eficiencia de pulverización y buena propiedad de manipulación y una producción facilitada del compuesto (1).

La razón de m con respecto a la suma de m y n [$m/(m + n)$] es preferiblemente de no más de 0,5, más preferiblemente de no más de 0,2, e incluso más preferiblemente de no más de 0,1, y también es preferiblemente de no menos de 0, y más preferiblemente 0, desde los puntos de vista de una buena propiedad de filtración y capacidad de limpieza con un medio acuoso.

Mientras tanto, cuando están presentes tanto PO como EO en el compuesto, estos constituyentes pueden disponerse en cualquier orden opcional.

Cuando están presentes tanto PO como EO en el compuesto, pueden añadirse PO y EO, por ejemplo, en una forma al azar o en una forma de bloque. Entre estas formas, se prefiere la forma de bloque. El orden de adición de PO y EO en la forma de bloque puede seleccionarse opcionalmente, y como la forma de bloque de PO y EO, pueden mencionarse una forma de dibloque, una forma de tribloque, etc., y preferiblemente una forma de dibloque.

Cuando están presentes tanto PO como EO en el compuesto, desde el punto de vista de una buena eficiencia de pulverización y una producción facilitada del compuesto, se prefiere que un átomo de oxígeno de EO esté unido a A, y se prefiere más que un átomo de oxígeno de R¹O esté unido a un átomo de carbono de PO, y que el átomo de oxígeno de EO esté unido a A.

Desde los puntos de vista de una buena eficiencia de pulverización y propiedad de filtración, A es preferiblemente un átomo de hidrógeno, $-\text{SO}_3\text{X}^+$ o $-\text{PO}_3\text{HX}^+$, y más preferiblemente un átomo de hidrógeno o $-\text{SO}_3\text{X}^+$. Además, A es incluso más preferiblemente $-\text{SO}_3\text{X}^+$ desde el punto de vista de una buena propiedad de filtración, o A también es incluso más preferiblemente un átomo de hidrógeno desde el punto de vista de una producción facilitada del compuesto (1). Desde el punto de vista de una buena eficiencia de pulverización, X⁺ es preferiblemente Na⁺, K⁺ o NH₄⁺, y más preferiblemente Na⁺ o NH₄⁺. Además, desde el punto de vista de una buena propiedad de filtración, X⁺ es preferiblemente Na⁺, K⁺ o NH₃C₂H₄OH⁺, y más preferiblemente Na⁺ o NH₃C₂H₄OH⁺. Además, desde los puntos de vista de una buena eficiencia de pulverización y propiedad de filtración, X⁺ es preferiblemente Na⁺ o K⁺. Además, desde los puntos de vista de una buena eficiencia de pulverización, propiedad de filtración, economía y disponibilidad, X⁺ es más preferiblemente Na⁺.

La cantidad del compuesto (1) combinado en la mezcla que va a amasarse es de no menos de 0,8 partes en masa, preferiblemente de no menos de 1,2 partes en masa, más preferiblemente de no menos de 2,5 partes en masa, e incluso más preferiblemente de no menos de 4,5 partes en masa, basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima, desde el punto de vista de una buena eficiencia de pulverización, y también es de no más de 18,0 partes en masa, preferiblemente de no más de 12,0 partes en masa, más preferiblemente de no más de 9,0 partes en masa, e incluso más preferiblemente de no más de 6,0 partes en masa, basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima, desde los puntos de vista de una buena eficiencia de pulverización, propiedad de filtración y economía.

El contenido del compuesto (1) en la mezcla que va a amasarse es de no menos de 0,8 partes en masa, preferiblemente de no menos de 1,2 partes en masa, más preferiblemente de no menos de 2,5 partes en masa, e incluso más preferiblemente de no menos de 4,5 partes en masa, basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima, desde el punto de vista de una buena eficiencia de pulverización, y también es de no más de 18,0 partes en masa, preferiblemente de no más de 12,0 partes en masa, más preferiblemente de no más de 9,0 partes en masa, e incluso más preferiblemente de no más de 6,0 partes en masa, basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima, desde los puntos de vista de una buena eficiencia de pulverización, propiedad de filtración y economía.

[Agua]

Desde el punto de vista de una atomización facilitada del pigmento, se combina preferiblemente agua en la mezcla que va a amasarse en la presente invención, y se combina más preferiblemente en la misma en una cantidad de no menos de 0,6 partes en masa y de no más de 10 partes en masa basado en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua. Se considera que, cuando se combinan no menos de 0,6 partes en masa de agua en la mezcla, se potencia la viscosidad de la sal inorgánica soluble en agua que actúa como medio de pulverización en la superficie de la misma, lo que da como resultado una eficiencia de pulverización potenciada. Además, se considera que cuando se combinan no más de 10 partes en masa de agua en la mezcla, la sal inorgánica soluble en agua puede mantener su conformación y, por tanto, puede retener una función como medio de pulverización, lo que da como resultado una eficiencia de pulverización potenciada.

La cantidad de agua combinada en la mezcla que va a amasarse es preferiblemente de no menos de 0,6 partes en masa, más preferiblemente de no menos de 0,8 partes en masa, incluso más preferiblemente de no menos de 1,1 partes en masa, incluso todavía más preferiblemente de no menos de 1,3 partes en masa, e incluso todavía más preferiblemente de no menos de 1,5 partes en masa, basado en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua, desde el punto de vista de una buena eficiencia de pulverización. Además, desde el mismo punto de vista tal

5 como se describió anteriormente, la cantidad de agua combinada en la mezcla que va a amasarse es preferiblemente de no más de 7,0 partes en masa, más preferiblemente de no más de 5,2 partes en masa, incluso más preferiblemente de no más de 3,5 partes en masa, incluso todavía más preferiblemente de no más de 3,0 partes en masa, incluso todavía más preferiblemente de no más de 2,4 partes en masa, e incluso todavía más preferiblemente de no más de 1,7 partes en masa, basado en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua.

10 El contenido de agua en la mezcla que va a amasarse es preferiblemente de no menos de 0,6 partes en masa, más preferiblemente de no menos de 0,8 partes en masa, incluso más preferiblemente de no menos de 1,1 partes en masa, incluso todavía más preferiblemente de no menos de 1,3 partes en masa, e incluso todavía más preferiblemente de no menos de 1,5 partes en masa, basado en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua, desde el punto de vista de una buena eficiencia de pulverización. Además, desde el mismo punto de vista tal como se describió anteriormente, el contenido de agua en la mezcla que va a amasarse es preferiblemente de no más de 7,0 partes en masa, más preferiblemente de no más de 5,2 partes en masa, incluso más preferiblemente de no más de 3,5 partes en masa, incluso todavía más preferiblemente de no más de 3,0 partes en masa, incluso todavía más preferiblemente de no más de 2,4 partes en masa, e incluso todavía más preferiblemente de no más de 1,7 partes en masa, basado en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua.

20 El agua combinada en la mezcla que va a amasarse en la presente invención es al menos un agua seleccionada del grupo que consiste en agua corriente, agua sometida a intercambio iónico, agua subterránea y agua destilada. De estas aguas, desde el punto de vista de mantener una buena calidad del pigmento orgánico fino resultante, se prefiere agua sometida a intercambio iónico.

25 [Compuesto básico soluble en agua]

Desde el punto de vista de una atomización facilitada del pigmento, se combina preferiblemente un compuesto básico soluble en agua en la mezcla que va a amasarse en la presente invención, y se combina más preferiblemente en la misma en una cantidad de no menos de 1,5 partes en masa y de no más de 35 partes en masa basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima. Se considera que, cuando se combinan no menos de 1,5 partes en masa del compuesto básico soluble en agua en la mezcla, se muestra un buen efecto sinérgico con un tensioactivo, o se escinde el enlace de hidrógeno intermolecular del pigmento, lo que da como resultado una eficiencia de pulverización potenciada. Además, se considera que, cuando se combinan no más de 35 partes en masa del compuesto básico soluble en agua en la mezcla, se potencia la eficiencia de limpieza del pigmento orgánico fino resultante, de modo que se reduce la carga en el tratamiento de aguas residuales, y además se potencia la calidad del pigmento orgánico fino.

40 Los ejemplos del compuesto básico soluble en agua incluyen aminas tales como metilamina, dimetilamina, trimetilamina, etilamina, dietilamina y trietilamina; compuestos básicos inorgánicos tales como amoniaco, hidróxidos, óxidos y carbonatos de metales, y similares; y mezclas de estos compuestos. De estos compuestos básicos solubles en agua, desde los puntos de vista de una buena propiedad de manipulación y eficiencia de pulverización, se prefieren compuestos básicos inorgánicos. Como los compuestos básicos inorgánicos se prefiere al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en hidróxido y carbonatos de metales alcalinos, y óxidos y carbonatos de calcio y magnesio desde el punto de vista de una buena economía y disponibilidad, se prefiere más al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en hidróxido de potasio, hidróxido de sodio, óxido de calcio y óxido de magnesio desde el punto de vista de una buena eficiencia de pulverización, incluso se prefiere más al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en hidróxido de potasio e hidróxido de sodio desde el punto de vista de una calidad potenciada del pigmento orgánico fino, y se prefiere incluso todavía más hidróxido de sodio.

50 La cantidad del compuesto básico soluble en agua combinado en la mezcla que va a amasarse es preferiblemente de no menos de 1,5 partes en masa, más preferiblemente de no menos de 2,0 partes en masa, incluso más preferiblemente de no menos de 4,0 partes en masa, incluso todavía más preferiblemente de no menos de 5,5 partes en masa, e incluso todavía más preferiblemente de no menos de 7,0 partes en masa, basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima, desde el punto de vista de una buena eficiencia de pulverización, y también es preferiblemente de no más de 35 partes en masa, más preferiblemente de no más de 18 partes en masa, incluso más preferiblemente de no más de 15 partes en masa, incluso todavía más preferiblemente de no más de 12 partes en masa, e incluso todavía más preferiblemente de no más de 9 partes en masa, basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima, desde los puntos de vista de una buena economía y una calidad potenciada del pigmento orgánico fino.

60 Cuando se combina el compuesto básico soluble en agua en la mezcla, desde el punto de vista de una buena eficiencia de pulverización, se combina preferiblemente el agua anterior en la misma, y se combina más preferiblemente en una cantidad de no menos de 0,6 partes en masa y de no más de 10 partes en masa basado en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua. Se considera que, cuando se combinan no menos de 0,6 partes en masa del agua en la mezcla, se potencia la viscosidad de la sal inorgánica soluble en agua que actúa como medio de pulverización en la superficie de la misma, se muestra un buen efecto sinérgico con un tensioactivo,

o se ioniza el compuesto básico soluble en agua para escindir un enlace de hidrógeno intermolecular del pigmento, lo que da como resultado una eficiencia de pulverización potenciada. Además, se considera que, cuando se combinan no más de 10 partes en masa del agua en la mezcla, la sal inorgánica soluble en agua puede mantener su conformación y, por tanto, puede retener una función como medio de pulverización, puede mostrarse un buen efecto sinérgico con un tensioactivo o puede aumentarse la concentración del compuesto básico soluble en agua con relación a agua para fomentar la escisión del enlace de hidrógeno intermolecular del pigmento, lo que da como resultado una eficiencia de pulverización potenciada.

Cuando se combina el compuesto básico soluble en agua en la mezcla, la cantidad de agua combinada en la mezcla que va a amasarse es preferiblemente de no menos de 0,6 partes en masa, más preferiblemente de no menos de 0,8 partes en masa, incluso más preferiblemente de no menos de 1,1 partes en masa, incluso todavía más preferiblemente de no menos de 1,3 partes en masa, e incluso todavía más preferiblemente de no menos de 1,5 partes en masa, basado en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua, desde el punto de vista de una buena eficiencia de pulverización. Además, desde el mismo punto de vista tal como se describió anteriormente, la cantidad de agua combinada en la mezcla que va a amasarse es preferiblemente de no más de 7,0 partes en masa, más preferiblemente de no más de 5,2 partes en masa, incluso más preferiblemente de no más de 3,5 partes en masa, incluso todavía más preferiblemente de no más de 3,0 partes en masa, incluso todavía más preferiblemente de no más de 2,4 partes en masa, e incluso todavía más preferiblemente de no más de 1,7 partes en masa, basado en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua.

La cantidad del compuesto básico soluble en agua combinado en la mezcla que va a amasarse es preferiblemente de no menos del 10% en masa, más preferiblemente de no menos del 22% en masa, incluso más preferiblemente de no menos del 30% en masa, incluso todavía más preferiblemente de no menos del 40% en masa, e incluso todavía más preferiblemente de no menos del 45% en masa, basado en la cantidad total de agua y del compuesto básico soluble en agua, desde el punto de vista de una buena eficiencia de pulverización, y también es preferiblemente de no más del 80% en masa, más preferiblemente de no más del 65% en masa, e incluso más preferiblemente de no más del 50% en masa, basado en la cantidad total de agua y el compuesto básico soluble en agua, desde los puntos de vista de una buena economía y capacidad de limpieza después del amasado.

[Etapa 1]

La etapa 1 (también denominada a continuación en el presente documento "etapa de amasado") es la etapa de amasar una mezcla preparada combinando el pigmento orgánico de materia prima, la sal inorgánica soluble en agua, el disolvente orgánico soluble en agua y el compuesto (1) unos con otros, en la que el compuesto (1) se combina en una cantidad de no menos de 0,8 partes en masa y de no más de 18,0 partes en masa basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima. La mezcla se combina además preferiblemente con al menos un material seleccionado del grupo que consiste en agua y el compuesto básico soluble en agua, más preferiblemente con agua, e incluso más preferiblemente tanto con agua como con el compuesto básico soluble en agua. La mezcla obtenida a través de la etapa de amasado (también denominada a continuación en el presente documento "mezcla amasada") contiene un pigmento orgánico fino que tiene un pequeño tamaño de partícula primaria.

La etapa de amasado puede llevarse a cabo usando diversos dispositivos de amasado tales como una amasadora de tipo discontinuo o una amasadora de tipo continuo, o una amasadora de un tipo de presión normal, un tipo de presión aplicada o un tipo de presión reducida. Los ejemplos de los dispositivos de amasado incluyen molinos de rodillos tales como un molino de dos rodillos, un molino de tres rodillos y un molino de múltiples rodillos; extrusoras tales como una extrusora de un solo husillo y una extrusora de doble husillo; y amasadoras del tipo de agitación tales como una mezcladora planetaria. Como la amasadora del tipo de agitación pueden mencionarse "TRIMIX" disponible de INOUE MFG., INC. y similares. Además, como la extrusora pueden mencionarse "KRC Kneader" disponible de Kurimoto Ltd., "MIRACLE K.C.K." disponible de Asada Iron Works Co., Ltd. y similares.

La temperatura de la mezcla tras el amasado es preferiblemente no mayor de 120°C, y más preferiblemente no mayor de 100°C, desde el punto de vista de conseguir una buena eficiencia de pulverización y suprimir la evaporación de agua, y también es preferiblemente no menor de 20°C, y más preferiblemente no menor de 40°C, desde el punto de vista de reducir la carga para el enfriamiento.

El tiempo de la etapa de amasado es preferiblemente de no menos de 0,5 h, más preferiblemente de no menos de 1 h, e incluso más preferiblemente de no menos de 1,5 h, desde el punto de vista de una atomización facilitada del pigmento, y también es preferiblemente de no más de 15 h, más preferiblemente de no más de 10 h, e incluso más preferiblemente de no más de 5 h, desde el punto de vista de una alta productividad.

(Etapa 1-1 y etapa 1-2)

La etapa de amasado puede llevarse a cabo, por ejemplo, mediante un método en el que el pigmento orgánico de materia prima, la sal inorgánica soluble en agua, el disolvente orgánico soluble en agua y el compuesto (1) que se usan en la presente invención llenan el dispositivo de amasado mencionado anteriormente o similar, y se amasan

conjuntamente en el mismo. Desde el punto de vista de conseguir una distribución de composición uniforme del compuesto (1) en la mezcla que va a amasarse, la etapa de amasado incluye preferiblemente la etapa de mezclar el pigmento orgánico de materia prima, la sal inorgánica soluble en agua y el disolvente orgánico soluble en agua que se usan en la presente invención unos con otros (también denominada a continuación en el presente documento "etapa 1-1"); y la etapa de amasar una mezcla que incluye la mezcla obtenida en la etapa 1-1, el compuesto (1) y al menos un material como componente combinado opcionalmente seleccionado del grupo que consiste en agua y el compuesto básico soluble en agua (también denominada a continuación en el presente documento "etapa 1-2"). Desde el punto de vista de una buena trabajabilidad, la etapa 1-1 y la etapa 1-2 se llevan a cabo más preferiblemente usando el mismo dispositivo de amasado.

Cuando se combina al menos un material seleccionado del grupo que consiste en agua y el compuesto básico soluble en agua en la mezcla, la etapa 1-2 es preferiblemente la etapa de amasar una mezcla que incluye la mezcla obtenida en la etapa 1-1, el compuesto (1) y el al menos un material seleccionado del grupo que consiste en agua y el compuesto básico soluble en agua.

El tiempo de la etapa 1-1 es preferiblemente de no menos de 1 min, más preferiblemente de no menos de 5 min, e incluso más preferiblemente de no menos de 20 min, desde el punto de vista de conseguir una distribución de composición uniforme en la mezcla que va a amasarse, y también es preferiblemente de no más de 1 h desde el punto de vista de una alta productividad.

El tiempo de la etapa 1-2 es preferiblemente de no menos de 0,5 h, más preferiblemente de no menos de 1 h, e incluso más preferiblemente de no menos de 1,5 h, desde el punto de vista de una atomización facilitada del pigmento, y también es preferiblemente de no más de 15 h, más preferiblemente de no más de 10 h, incluso más preferiblemente de no más de 5 h, desde el punto de vista de una alta productividad.

La cantidad de la sal inorgánica soluble en agua combinada en la mezcla que va a amasarse es preferiblemente de no menos de 100 partes en masa, más preferiblemente de no menos de 300 partes en masa, e incluso más preferiblemente de no menos de 400 partes en masa, basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima, desde el punto de vista de una buena eficiencia de pulverización, y también es preferiblemente de no más de 3000 partes en masa, más preferiblemente de no más de 1000 partes en masa, e incluso más preferiblemente de no más de 800 partes en masa, basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima, desde el punto de vista de una alta productividad.

La cantidad del disolvente orgánico soluble en agua combinado en la mezcla que va a amasarse es preferiblemente de no menos de 10 partes en masa, más preferiblemente de no menos de 50 partes en masa, e incluso más preferiblemente de no menos de 100 partes en masa, basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima, desde el punto de vista de una buena eficiencia de pulverización, y también es preferiblemente de no más de 500 partes en masa, más preferiblemente de no más de 300 partes en masa, e incluso más preferiblemente de no más de 200 partes en masa, basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima, desde el mismo punto de vista tal como se describió anteriormente.

(Etapa 1-3)

El procedimiento para producir un pigmento orgánico fino según la presente invención incluye además preferiblemente la siguiente etapa 1-3:

etapa 1-3: amasar la mezcla amasada obtenida en la etapa 1 anterior o en la etapa 1-1 y la etapa 1-2 anteriores, con un polímero.

En la etapa 1-3 puede añadirse además un disolvente orgánico.

Las condiciones de amasado tales como el dispositivo de amasado y la temperatura de amasado usados en la etapa 1-3 son preferiblemente iguales que las ilustradas en la etapa 1 anterior.

El tiempo de amasado en la etapa 1-3 es preferiblemente de no menos de 0,25 h, más preferiblemente de no menos de 0,5 h, e incluso más preferiblemente de no menos de 0,75 h, desde el punto de vista de una buena dispersibilidad del pigmento, y también es preferiblemente de no más de 5 h, más preferiblemente de no más de 3 h, e incluso más preferiblemente de no más de 2 h, desde el punto de vista de una alta productividad.

(Polímero)

Un polímero puede usarse para conseguir una buena dispersibilidad del pigmento. Los ejemplos del polímero incluyen poliésteres, poliuretanos y polímeros vinílicos. De estos polímeros, desde el punto de vista de una buena estabilidad en almacenamiento de la dispersión acuosa resultante, se prefieren polímeros vinílicos, y se prefieren más polímeros vinílicos obtenidos mediante polimerización por adición de al menos un monómero vinílico seleccionado del grupo que consiste en un compuesto de vinilo, un compuesto de vinilideno y un compuesto de

vinileno.

5 El polímero está preferiblemente en forma de un polímero aniónico desde el punto de vista de una buena dispersibilidad. El término "aniónico" tal como se usa en el presente documento significa que una sustancia no neutralizada tiene un valor de pH de menos de 7 cuando se disuelve o dispersa en agua pura. Si no, si la sustancia es insoluble en agua pura y, por tanto, es imposible medir claramente un valor de pH del mismo, el término "aniónico" tal como se usa en el presente documento significa que una dispersión preparada dispersando la sustancia en agua pura tiene un potencial zeta negativo.

10 El polímero usado en la presente invención es preferiblemente un polímero vinílico que se produce copolimerizando una mezcla de monómeros que contiene (a) un monómero aniónico (también denominado simplemente a continuación en el presente documento "componente (a)"), y (b) un monómero hidrófobo (también denominado simplemente a continuación en el presente documento "componente (b)") (una mezcla de este tipo también se denomina simplemente a continuación en el presente documento "mezcla de monómeros").

15 El polímero vinílico contiene preferiblemente una unidad constitutiva derivada del componente (a), y una unidad constitutiva derivada del componente (b).

20 [Monómero aniónico: Componente (a)]

El componente (a) se usa preferiblemente como componente monomérico que constituye el polímero usado en la presente invención. Se considera que la unidad constitutiva derivada del componente (a) es capaz de dispersar de manera estable el pigmento en la dispersión acuosa debido a repulsión electrostática.

25 Los ejemplos del componente (a) incluyen monómeros que contienen un grupo aniónico tal como un grupo carboxilo, un grupo sulfo, un grupo fosfórico y un grupo fosfónico. De estos monómeros, desde el punto de vista de una buena estabilidad en dispersión del pigmento, se prefieren monómeros que contienen un grupo carboxilo, y se prefiere más al menos un monómero seleccionado del grupo que consiste en ácido acrílico y ácido metacrílico.

30 [Monómero hidrófobo: Componente (b)]

El componente (b) se usa preferiblemente como componente monomérico que constituye el polímero usado en la presente invención. Se considera que la unidad constitutiva derivada del componente (b) es capaz de fomentar la adsorción del polímero sobre la superficie del pigmento y contribuir de ese modo a una buena estabilidad en dispersión del pigmento.

35 El componente (b) es preferiblemente al menos un monómero seleccionado del grupo que consiste en un (met)acrilato de alquilo y un compuesto aromático que contiene un doble enlace etilénico (también denominado a continuación en el presente documento "monómero aromático"). De estos monómeros, desde el punto de vista de una buena estabilidad en dispersión del pigmento, se prefiere el monómero aromático.

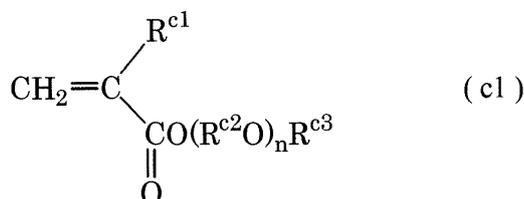
40 El monómero aromático es preferiblemente al menos un monómero seleccionado del grupo que consiste en un monómero basado en estireno y un (met)acrilato que contiene un grupo aromático, desde el punto de vista de una producción facilitada del polímero.

45 El monómero basado en estireno es más preferiblemente estireno, desde el punto de vista de una buena disponibilidad.

50 El (met)acrilato que contiene un grupo aromático es más preferiblemente (met)acrilato de bencilo, desde el punto de vista de una buena disponibilidad. El término "(met)acrilato" tal como se usa en la presente memoria descriptiva significa al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en un acrilato y un metacrilato.

[Otros componentes monoméricos]

55 La mezcla de monómeros también puede contener, además de los componentes (a) y (b) anteriores, los otros componentes monoméricos. Los ejemplos de los otros componentes monoméricos incluyen compuestos representados por la siguiente fórmula general (c1), macrómeros que contienen un grupo funcional polimerizable en un extremo terminal de los mismos y que tienen un peso molecular promedio en número de 500 o más, etc.



60

En la fórmula (c1), R^{c1} es un átomo de hidrógeno o un grupo metilo; R^{c2} es un grupo alcanodiilo que tiene 2 o 3 átomos de carbono; n representa un número promedio de unidades constitutivas representadas por ($R^{c2}O$) y es un número de no menos de 1 y de no más de 100; R^{c3} es un átomo de hidrógeno o un grupo hidrocarbonado que tiene de 1 a 24 átomos de carbono.

Los ejemplos de productos disponibles comercialmente de los macrómeros incluyen "AS-6(S)", "AN-6(S)" y "HS-6(S)" disponibles de Toagosei Co., Ltd., etc.

Los componentes (a) y (b) anteriores y otros componentes monoméricos pueden usarse respectivamente solos o en combinación de dos cualesquiera o más de los mismos.

El contenido preferido de las unidades constitutivas respectivas derivadas de los componentes (a) y (b) en el polímero es el siguiente.

El contenido de la unidad constitutiva derivada del componente (a) en el polímero es preferiblemente de no menos del 2% en masa, y más preferiblemente de no menos del 10% en masa, y también es preferiblemente de no más del 40% en masa, y más preferiblemente de no más del 30% en masa, desde el punto de vista de una buena estabilidad en almacenamiento de la tinta resultante.

El contenido de la unidad constitutiva derivada del componente (b) en el polímero es preferiblemente de no menos del 40% en masa, y más preferiblemente de no menos del 60% en masa, y también es preferiblemente de no más del 98% en masa, y más preferiblemente de no más del 85% en masa, desde el punto de vista de potenciar la densidad óptica de la tinta resultante.

(Producción del polímero)

El polímero usado en la presente invención puede producirse, por ejemplo, copolimerizando la mezcla de monómeros mediante métodos conocidos. El contenido preferido de los componentes (a) y (b) en la mezcla de monómeros es igual al contenido preferido de las unidades constitutivas respectivas derivadas de los componentes (a) y (b) en el polímero mencionado anteriormente.

Como método de polimerización se prefiere una polimerización en disolución. El disolvente usado en el método de polimerización en disolución es preferiblemente al menos un disolvente seleccionado del grupo que consiste en cetonas, alcoholes, éteres y ésteres que tienen no menos de 4 y no más de 8 átomos de carbono, más preferiblemente cetonas que tienen no menos de 4 y no más de 8 átomos de carbono, e incluso más preferiblemente metil etil cetona (también denominada a continuación en el presente documento "MEK"), desde los puntos de vista de una producción facilitada del polímero y una buena dispersibilidad del pigmento.

La polimerización puede llevarse a cabo en presencia de un iniciador de la polimerización conocido de manera convencional o un agente de transferencia de cadena conocido de manera convencional. El iniciador de la polimerización es preferiblemente un compuesto azoico, y más preferiblemente 2,2'-azobis(2,4-dimetilvaleronitrilo), y el agente de transferencia de cadena es preferiblemente mercaptanos, y más preferiblemente 2-mercaptoetanol.

Las condiciones de polimerización preferidas pueden variar dependiendo de las clases del iniciador de la polimerización, los monómeros, el disolvente, etc., que van a usarse. La temperatura de polimerización es preferiblemente no menor de 50°C y no mayor de 80°C, y el tiempo de polimerización es preferiblemente de no menos de 1 h y de no más de 20 h. La polimerización se lleva a cabo preferiblemente en una atmósfera de un gas inerte tal como gas nitrógeno y argón.

Después de completarse la reacción de polimerización, el polímero así producido puede aislarse de la disolución de reacción mediante un método conocido tal como reprecipitación, eliminación del disolvente mediante destilación o similar. El polímero así obtenido puede someterse a reprecipitación, separación con membrana, cromatografía, extracción, etc., para retirar monómeros sin reaccionar, etc., del mismo.

El peso molecular promedio en peso del polímero es preferiblemente de no menos de 5000, y más preferiblemente de no menos de 10 000, y también es preferiblemente de no más de 500 000, más preferiblemente de no más de 400 000, incluso más preferiblemente de no más de 300 000, e incluso todavía más preferiblemente de no más de 200 000, desde el punto de vista de una buena estabilidad en dispersión del pigmento.

Los ejemplos de productos disponibles comercialmente del polímero incluyen la serie "JONCRYL" incluyendo "67", "68", "678", "680", "682", "683", "690" y "819", todos disponibles de BASF Japan, Ltd., etc.

(Agente de neutralización)

En la presente invención, en el caso en el que el polímero contiene un grupo aniónico, el grupo aniónico puede

neutralizarse con un agente de neutralización. Los ejemplos del agente de neutralización usado para la neutralización incluyen bases tales como hidróxido de litio, hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, amoníaco y diversas aminas.

5 El grado de neutralización del polímero es preferiblemente de no menos del 10% molar, más preferiblemente de no menos del 20% molar, e incluso más preferiblemente de no menos del 30% molar, desde el punto de vista de una buena estabilidad en dispersión del pigmento, y también es preferiblemente de no más del 90% molar, más preferiblemente de no más del 80% molar, e incluso más preferiblemente de no más del 70% molar, desde el punto de vista de una buena dispersibilidad del pigmento.

10 El grado de neutralización del polímero se calcula según la siguiente fórmula:
 Grado de neutralización (% molar) = {[masa (g) de agente de neutralización/equivalentes gramo de agente de neutralización]/[índice de acidez (mg de KOH/g) de polímero x masa (g) de polímero/(56 x 1000)]} x 100.

15 El índice de acidez del polímero puede calcularse a partir de la razón entre los componentes monoméricos usados en la producción del polímero, o también puede determinarse mediante el método de someter una disolución preparada disolviendo el polímero en un disolvente tal como MEK en el que puede disolverse el polímero a valoración con un agente alcalino.

20 Los ejemplos del disolvente orgánico preferido usado en la etapa 1-3 incluyen los ilustrados anteriormente como el disolvente orgánico soluble en agua usado en la etapa 1.

25 El contenido del pigmento orgánico en la mezcla que va a amasarse en la etapa 1-3 es preferiblemente de no menos del 5% en masa, y más preferiblemente de no menos del 10% en masa, y también es preferiblemente de no más del 50% en masa, y más preferiblemente de no más del 40% en masa.

30 El contenido del polímero en la mezcla usada en la etapa 1-3 es preferiblemente de no menos de 10 partes en masa, y más preferiblemente de no menos de 20 partes en masa, basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico, desde el punto de vista de una buena estabilidad en dispersión, y también es preferiblemente de no más de 100 partes en masa, y más preferiblemente de no más de 60 partes en masa, basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico, desde el mismo punto de vista tal como se describió anteriormente.

35 El contenido del disolvente orgánico en la mezcla usada en la etapa 1-3 es preferiblemente de no menos de 10 partes en masa, más preferiblemente de no menos de 50 partes en masa, e incluso más preferiblemente de no menos de 100 partes en masa, basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico, desde el punto de vista de una buena eficiencia de procesamiento, y también es preferiblemente de no más de 500 partes en masa, más preferiblemente de no más de 300 partes en masa, e incluso más preferiblemente de no más de 250 partes en masa, basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico, desde el mismo punto de vista tal como se describió anteriormente.

[Etapa 2]

45 Desde el punto de vista de una retirada facilitada de la sal inorgánica soluble en agua, el disolvente orgánico soluble en agua y el compuesto (1) de la mezcla amasada, la etapa 2 es la etapa de someter la mezcla amasada a tratamiento de limpieza con un disolvente acuoso y luego a filtración (también denominada a continuación en el presente documento "etapa de limpieza").

50 La etapa de limpieza puede realizarse, por ejemplo, mediante el siguiente método. Es decir, la mezcla amasada se agita y se mezcla con un disolvente acuoso tal como agua que se usa en una cantidad suficiente como para disolver la sal inorgánica soluble en agua y el disolvente orgánico soluble en agua contenidos en la mezcla amasada, obteniéndose de ese modo una dispersión del pigmento. A continuación, la dispersión resultante se somete a filtración, y la torta húmeda obtenida se limpia con el disolvente acuoso para obtener de ese modo una pasta de un pigmento orgánico fino de la que se retiran la sal inorgánica soluble en agua, el disolvente orgánico soluble en agua y el compuesto (1) (también denominada simplemente a continuación en el presente documento "pasta de pigmento").

60 La filtración en la etapa de limpieza puede llevarse a cabo, por ejemplo, usando un filtro prensa. Como filtro prensa disponible comercialmente pueden mencionarse un filtro prensa de tipo Yabuta "ROUND TESTER YTO-8 Model" disponible de Yabuta Kikai Co., Ltd. y un filtro de presión continua automático cerrado "Rotary Filter" disponible de Kotobuki Industries Co., Ltd. La presión aplicada en la filtración es, por ejemplo, de desde 0,1 hasta 1 MPa.

65 El disolvente acuoso usado en la etapa de limpieza es preferiblemente agua, y más preferiblemente al menos un agua seleccionada del grupo que consiste en agua corriente, agua sometida a intercambio iónico, agua destilada, agua subterránea y una disolución acuosa de ácido mineral, desde el punto de vista de una buena capacidad de limpieza. El disolvente acuoso usado en la etapa de limpieza es incluso más preferiblemente agua sometida a

intercambio iónico, desde el punto de vista de mantener una buena calidad del pigmento orgánico fino resultante, e incluso todavía más preferiblemente agua subterránea y una disolución acuosa de ácido mineral, desde el punto de vista de una buena economía.

5 (Etapa de secado (Etapa 2-2))

La pasta de pigmento obtenida a través de la etapa de limpieza se somete además a secado y pulverización, obteniéndose de ese modo el pigmento orgánico fino en forma de un polvo.

10 [Pigmento orgánico fino]

El pigmento orgánico fino obtenido mediante el procedimiento de producción de la presente invención puede ser o bien la pasta de pigmento obtenida en la etapa 2 anterior, o el bien pigmento orgánico fino en polvo obtenido a través de la etapa de secado anterior.

15 El pigmento orgánico fino obtenido mediante el procedimiento de producción de la presente invención incluye, por ejemplo, el pigmento derivado del pigmento orgánico de materia prima anterior y un derivado de pigmento añadido opcionalmente al mismo. Además, el pigmento orgánico fino tiene un menor tamaño de partícula primaria que el pigmento orgánico de materia prima. Por ejemplo, la razón del tamaño de partícula primaria del pigmento orgánico
20 fino con respecto al tamaño de partícula primaria del pigmento orgánico de materia prima (tamaño de partícula primaria de pigmento orgánico fino/tamaño de partícula primaria de pigmento orgánico de materia prima) es preferiblemente de no más de 0,9, más preferiblemente de no más de 0,8, e incluso más preferiblemente de no más de 0,7 y, desde el punto de vista de una buena eficiencia de funcionamiento, la razón también es preferiblemente de no menos de 0,01, más preferiblemente de no menos de 0,1, e incluso más preferiblemente de no menos de 0,2.

25 El tamaño de partícula primaria del pigmento orgánico fino puede variar dependiendo de la clase y las aplicaciones del pigmento. Por ejemplo, el tamaño de partícula primaria del pigmento orgánico fino es preferiblemente de no menos de 10 nm, más preferiblemente de no menos de 20 nm, e incluso más preferiblemente de no menos de 30 nm, y también es preferiblemente de no más de 130 nm, más preferiblemente de no más de 70 nm, e incluso más
30 preferiblemente de no más de 60 nm.

Además, el tamaño de partícula primaria del pigmento orgánico fino puede controlarse de manera adecuada seleccionando de manera apropiada el pigmento orgánico de materia prima y ajustando las cantidades de los componentes respectivos combinados en la mezcla que va a amasarse y las condiciones de amasado tales como el
35 tiempo de amasado.

Paralelamente, el tamaño de partícula primaria del pigmento orgánico fino puede medirse mediante el método descrito en los ejemplos a continuación.

40 El pigmento orgánico fino obtenido mediante el procedimiento de producción de la presente invención puede usarse de manera adecuada en aplicaciones tales como tintas para impresión por chorro de tinta y filtros de color, así como en aplicaciones tales como tintas para impresión distintas de aquellas para la impresión por chorro de tinta, pinturas, artículos moldeados en resina coloreada y tóneres para el desarrollo de imágenes latentes electrostáticas. De estas
45 aplicaciones, el pigmento orgánico fino de la presente invención se usa preferiblemente para la impresión por chorro de tinta. El método de impresión por chorro de tinta puede ser, por ejemplo, un método en el que se proyectan gotas de tinta desde boquillas y se permite que se adhieran sobre un medio de registro para obtener material impreso en el que se imprimen caracteres o imágenes.

50 [Producción de dispersión]

La dispersión de la presente invención se produce usando el pigmento orgánico fino anterior.

La dispersión puede producirse de manera eficiente, por ejemplo, mediante el procedimiento que incluye la etapa de dispersar una mezcla que contiene el pigmento orgánico fino y un disolvente.

55 (Etapa 3)

Además, la dispersión se produce preferiblemente de manera eficiente mediante el procedimiento que incluye la siguiente etapa 3.

60 etapa 3: someter la pasta anterior del pigmento orgánico fino, un disolvente orgánico y agua a tratamiento de dispersión.

65 En la etapa 3 anterior puede añadirse un polímero o un dispersante, si se requiere, y además también puede añadirse un agente de neutralización, un agente de reticulación, etc.

Como el dispersante puede mencionarse al menos un material seleccionado del grupo que consiste en un tensioactivo, un (co)polímero basado en ácido (met)acrílico, un oligómero basado en poliéster que contiene residuo de ácido hidroxicarboxílico alifático, un polímero de organosiloxano y una resina de uretano básica. Como el polímero y agente de neutralización preferidos pueden usarse los ilustrados en la etapa 1-3 mencionada anteriormente.

(Disolvente)

Los ejemplos del disolvente incluyen agua y un disolvente orgánico.

Ejemplos específicos del agua incluyen agua corriente, agua sometida a intercambio iónico y agua destilada. De estas aguas, se prefiere agua sometida a intercambio iónico.

Ejemplos específicos del disolvente orgánico incluyen disolventes de cetona tales como acetona, MEK, metil isobutil cetona y dietil cetona; disolventes de alcohol tales como metanol, etanol, propanol y butanol; disolventes de éter tales como dibutil éter, tetrahidrofurano, dioxano, acetato de monometil éter de propilenglicol (también denominado a continuación en el presente documento "PGMEA") y acetato de monobutil éter de dietilenglicol (también denominado a continuación en el presente documento "BCA"); y disolventes de éster tales como acetato de etilo y acetato de butilo. De estos disolventes orgánicos, se prefieren acetona, MEK y PGMEA.

En la etapa 3 anterior se usan el disolvente orgánico y agua. El disolvente orgánico es preferiblemente un disolvente de cetona, y más preferiblemente MEK.

(Agente de reticulación)

En la presente invención, para potenciar la estabilidad en almacenamiento de la dispersión y la tinta, el polímero puede reticularse con un agente de reticulación que contiene dos o más grupos funcionales reactivos en una molécula del mismo. Los ejemplos del agente de reticulación incluyen compuestos que contienen dos o más grupos epoxi en una molécula del mismo, tales como diglicidil éter de etilenglicol.

El método de dispersión de la mezcla puede seleccionarse de métodos opcionales. Preferiblemente, la mezcla se somete en primer lugar a un tratamiento de dispersión preliminar, y luego a un tratamiento de dispersión sustancial aplicando un esfuerzo cortante a la misma, desde el punto de vista de controlar bien el tamaño de partícula promedio de las partículas de pigmento obtenidas en un valor deseado.

Tras someter la mezcla al tratamiento de dispersión preliminar, pueden usarse dispositivos de mezclador o agitación habituales tales como palas de anclaje y palas de dispersión. Ejemplos específicos de los dispositivos de mezclador o agitación preferidos incluyen mezcladoras de agitación de alta velocidad tales como "Ultra Disper" y "Dispamill" disponibles de Asada Iron Works Co., Ltd., "Milder" disponible de Ebara Corporation, "Milder" disponible de Pacific Machinery & Engineering Co., Ltd. y "TK Homomixer", "TK Pipeline Mixer", "TK Homo Jetter", "TK Homomic Line Flow" y "Filmix" todas disponibles de Primix Co., Ltd.

Como medio para aplicar un esfuerzo cortante a la mezcla en el tratamiento de dispersión sustancial, pueden usarse, por ejemplo, máquinas de amasado tales como molinos de rodillos, amasadoras y extrusoras, homogeneizadoras de alta presión del tipo de válvula homogeneizadora tales como normalmente "High-Pressure Homogenizer" disponible de Izumi Food Machinery Co., Ltd., homogeneizadoras de alta presión de tipo cámara tales como "MICROFLUIDIZER" disponible de Microfluidics Corp., "Nanomizer" disponible de Yoshida Kikai Kogyo Co., Ltd. y "Ultimizer" y "Starburst" ambas disponibles de Sugino Machine Ltd., y dispersadoras de tipo medios tales como un mezclador de pintura y un molino de perlas. Los ejemplos de productos disponibles comercialmente de las dispersadoras de tipo medios incluyen "Ultra Apex Mill" disponible de Kotobuki Industries Co., Ltd., "Pico Mill" disponible de Asada Iron Works Co., Ltd. y "Dainomill" disponible de Shinmaru Enterprise Corp. Estos aparatos pueden usarse en combinación de dos cualesquiera o más de los mismos. Entre estos aparatos, las homogeneizadoras de alta presión y las dispersadoras de tipo medios se usan preferiblemente, desde los puntos de vista de reducir el tamaño de partícula de las partículas de pigmento y estabilizar la dispersión.

El tratamiento de dispersión en la etapa 3 se lleva a cabo preferiblemente usando las homogeneizadoras de alta presión.

La temperatura tras el tratamiento de dispersión es preferiblemente no menor de 5°C, y también es preferiblemente no mayor de 50°C, y más preferiblemente no mayor de 35°C, desde el punto de vista de conseguir una alta dispersibilidad del pigmento.

El tiempo de dispersión es preferiblemente de no menos de 1 h, y también es preferiblemente de no más de 30 h, y más preferiblemente de no más de 25 h, desde el punto de vista de conseguir una alta dispersibilidad del pigmento.

Cuando se usa la homogeneizadora de alta presión en la etapa 3, la presión de tratamiento del tratamiento de

dispersión es preferiblemente de no menos de 50 MPa, más preferiblemente de no menos de 100 MPa, e incluso más preferiblemente de no menos de 120 MPa, y también es preferiblemente de no más de 600 MPa, más preferiblemente de no más de 300 MPa, e incluso más preferiblemente de no más de 200 MPa.

5 Cuando se usa la homogeneizadora de alta presión en la etapa 3, el número de pases a través de la homogeneizadora es preferiblemente de no menos de 3, más preferiblemente de no menos de 5, e incluso más preferiblemente de no menos de 10, y también es preferiblemente de no más de 60, más preferiblemente de no más de 40, e incluso más preferiblemente de no más de 30.

10 El contenido del pigmento orgánico fino en la dispersión es preferiblemente de no menos del 5% en masa, y más preferiblemente de no menos del 10% en masa, y también es preferiblemente de no más del 50% en masa, y más preferiblemente de no más del 40% en masa.

15 El contenido del dispersante en la dispersión es preferiblemente de no menos del 2% en masa, y más preferiblemente de no menos del 3% en masa, y también es preferiblemente de no más del 40% en masa, y más preferiblemente de no más del 20% en masa.

20 El contenido del disolvente en la dispersión es preferiblemente de no menos del 10% en masa, y también es preferiblemente de no más del 90% en masa, más preferiblemente de no más del 70% en masa, e incluso más preferiblemente de no más del 50% en masa.

La dispersión así preparada usando el medio acuoso puede combinarse con el disolvente orgánico soluble en agua y, si se requiere, aditivos habituales tales como un agente humidificante, y puede usarse como tinta de base acuosa.

25 Cuando la dispersión se prepara usando un disolvente orgánico, la dispersión resultante puede usarse como composición colorante para los filtros de color (capa protectora de color) y una materia prima de la misma.

[Producción de la tinta (Etapa 4)]

30 El procedimiento para producir una tinta según la presente invención incluye la siguiente etapa 4.

etapa 4: mezclar la dispersión obtenida mediante el procedimiento anterior con al menos un material seleccionado del grupo que consiste en agua y un disolvente orgánico.

35 Llevando a cabo la etapa 4, es posible obtener una tinta de base acuosa que tiene las propiedades de tinta deseadas tales como concentración y viscosidad.

40 Los ejemplos del disolvente orgánico usado en la etapa 4 incluyen alcoholes polihidroxiados, alquil éteres de alcoholes polihidroxiados, acetatos de alquil éter de alcoholes polihidroxiados y compuestos heterocíclicos que contienen nitrógeno.

45 Ejemplos específicos de los alcoholes polihidroxiados incluyen DEG, propilenglicol, 1,2-hexanodiol, 1,3-hexanodiol, 1,6-hexanodiol, trietilenglicol y glicerol. De estos alcoholes polihidroxiados, se prefiere al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en glicerol, propilenglicol y DEG.

Ejemplos específicos de los alquil éteres de alcoholes polihidroxiados incluyen monoalquil éteres de dietilenglicol y monoalquil éteres de trietilenglicol. De estos compuestos, se prefiere monobutil éter de trietilenglicol.

50 Ejemplos específicos de los acetatos de alquil éter de alcoholes polihidroxiados incluyen PGMEA y BCA.

Ejemplos específicos de los compuestos heterocíclicos que contienen nitrógeno incluyen N-metil-2-pirrolidona y 2-pirrolidona.

55 Estos disolventes orgánicos pueden usarse solos o en combinación de dos cualesquiera o más de los mismos.

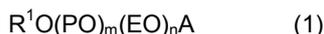
60 En la etapa 4, además del agua y el disolvente orgánico mencionados anteriormente, pueden mezclarse en la dispersión diversos aditivos tales como un humectante, un agente humidificante, un penetrante, un dispersante, un tensoactivo, un modificador de la viscosidad, un agente desespumante, un agente antiséptico, un agente de impermeabilización al moho y un agente antiherrumbre.

65 El contenido de sólidos de la tinta obtenida mediante el procedimiento de producción de la presente invención es preferiblemente de no menos del 1% en masa, más preferiblemente de no menos del 2% en masa, e incluso más preferiblemente de no menos del 3% en masa, desde el punto de vista de la obtención de una tinta con una alta concentración, y también es preferiblemente de no más del 30% en masa, más preferiblemente de no más del 20% en masa, e incluso más preferiblemente de no más del 15% en masa, desde el punto de vista de una buena estabilidad en dispersión de la tinta.

Con respecto a las realizaciones mencionadas anteriormente, la presente invención proporciona además los siguientes aspectos relacionados con el procedimiento para producir un pigmento orgánico fino, el pigmento orgánico fino, la dispersión, etc.

5 <1> Un procedimiento para producir un pigmento orgánico fino, que incluye las siguientes etapas 1 y 2:

etapa 1: amasar una mezcla preparada combinando un pigmento orgánico de materia prima, una sal inorgánica soluble en agua, un disolvente orgánico soluble en agua y un compuesto representado por la siguiente fórmula (1) unos con otros, combinándose el compuesto en una cantidad de no menos de 0,8 partes en masa y de no más de 18,0 partes en masa basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima:



15 en la que R^1 es un grupo hidrocarbonado que tiene no menos de 8 y no más de 24 átomos de carbono; PO es óxido de propileno; EO es óxido de etileno; m representa un número molar promedio de adición de óxido de propileno y es un número de no menos de 0 y de no más de 30, y n representa un número molar promedio de adición de óxido de etileno y es un número de no menos de 10 y de no más de 70, con la condición de que la suma de m y n ($m + n$) sea de no menos de 10 y de no más de 70; y A es un átomo de hidrógeno, $-SO_3X^+$, $-PO_3HX^+$ o $-CH_2COO^+X^+$ en los que X^+ es un catión monovalente, en el que cuando están presentes tanto PO como EO, estos constituyentes pueden disponerse en cualquier orden opcional;

25 en el que el disolvente orgánico soluble en agua es un compuesto alifático que comprende no menos de 2 y no más de 3 grupos hidroxilo alcohólicos;

etapa 2: someter la mezcla obtenida en la etapa 1 a tratamiento de limpieza con un disolvente acuoso y luego a filtración.

30 <2> El procedimiento según el aspecto <1>, en el que el pigmento orgánico de materia prima es preferiblemente al menos un pigmento seleccionado del grupo que consiste en pigmentos de quinacridona, pigmentos de dicetopirrolpirrol, pigmentos disazoicos y pigmentos de bencimidazolona.

35 <3> El procedimiento según el aspecto <1> o <2>, en el que el tamaño de partícula primaria del pigmento orgánico de materia prima es preferiblemente de no más de 500 nm, más preferiblemente de no más de 300 nm, e incluso más preferiblemente de no más de 150 nm, y también es preferiblemente de no menos de 30 nm, más preferiblemente de no menos de 45 nm, e incluso más preferiblemente de no menos de 60 nm.

40 <4> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <3>, en el que la sal inorgánica soluble en agua es preferiblemente al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en un cloruro de metal alcalino y un sulfato de metal alcalino, y más preferiblemente un cloruro de metal alcalino.

45 <5> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <4>, en el que la sal inorgánica soluble en agua es preferiblemente al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en cloruro de sodio, cloruro de potasio, sulfato de sodio, cloruro de zinc, cloruro de calcio y cloruro de magnesio, más preferiblemente al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en cloruro de sodio y sulfato de sodio, e incluso más preferiblemente cloruro de sodio.

50 <6> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <5>, en el que la solubilidad de la sal inorgánica soluble en agua en 100 g de agua tal como se mide a 20°C es preferiblemente de no menos de 10 g, más preferiblemente de no menos de 20 g, e incluso más preferiblemente de no menos de 30 g, y también es preferiblemente de no más de 100 g, más preferiblemente de no más de 60 g, e incluso más preferiblemente de no más de 40 g.

55 <7> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <6>, en el que la sal inorgánica soluble en agua es preferiblemente apenas soluble en el disolvente orgánico soluble en agua, y más preferiblemente sustancialmente insoluble en el disolvente orgánico soluble en agua.

60 <8> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <7>, en el que la solubilidad de la sal inorgánica soluble en agua en 100 g del disolvente orgánico soluble en agua tal como se mide a 20°C es preferiblemente de no más de 10 g, y más preferiblemente de no más de 1 g.

65 <9> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <8>, en el que la sal inorgánica soluble en agua está preferiblemente en forma de partículas, y el tamaño de partícula promedio de la sal inorgánica soluble en agua es preferiblemente de no más de 1000 μm , más preferiblemente de no más de 700 μm , incluso más preferiblemente de no más de 400 μm , incluso todavía más preferiblemente de no más de 200 μm , incluso todavía más preferiblemente de no más de 50 μm , e incluso todavía más preferiblemente de no más de 20 μm , y también es

preferiblemente de no menos de 0,1 μm , más preferiblemente de no menos de 1 μm , e incluso más preferiblemente de no menos de 5 μm .

5 <10> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <9>, en el que el disolvente orgánico soluble en agua es preferiblemente un disolvente basado en glicol o glicerol, y más preferiblemente dietilenglicol.

<11> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <10>, en el que R^1 es preferiblemente un grupo hidrocarbonado alifático, más preferiblemente al menos un grupo seleccionado del grupo que consiste en un grupo alquilo y un grupo alqueno, e incluso más preferiblemente un grupo alquilo.

10 <12> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <11>, en el que R^1 es preferiblemente al menos un grupo seleccionado del grupo que consiste en un grupo 2-etilhexilo, un grupo laurilo, un grupo estearilo, un grupo oleilo, un grupo behenilo y un grupo fenilo diestirenado, más preferiblemente al menos un grupo seleccionado del grupo que consiste en un grupo laurilo, un grupo estearilo y un grupo oleilo, e incluso más preferiblemente un grupo estearilo.

15 <13> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <12>, en el que el número de átomos de carbono en R^1 es de no menos de 8, preferiblemente de no menos de 10, más preferiblemente de no menos de 12, e incluso más preferiblemente de no menos de 16, y también es de no más de 24, preferiblemente de no más de 22, más preferiblemente de no más de 20, e incluso más preferiblemente de no más de 18.

20 <14> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <13>, en el que m es de no más de 30, preferiblemente de no más de 15, y más preferiblemente de no más de 10, y también es preferiblemente de no más de 5, más preferiblemente de no más de 3, y también es preferiblemente de no menos de 0, y más preferiblemente 0.

25 <15> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <14>, en el que n es de no menos de 10, preferiblemente de no menos de 12, más preferiblemente de no menos de 14, e incluso más preferiblemente de no menos de 16, y también es de no más de 70, preferiblemente de no más de 60, más preferiblemente de no más de 50, e incluso más preferiblemente de no más de 40.

30 <16> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <15>, en el que la suma de m y n ($m + n$) es de no menos de 10, preferiblemente de no menos de 12, más preferiblemente de no menos de 14, e incluso más preferiblemente de no menos de 16, y también es de no más de 70, preferiblemente de no más de 60, más preferiblemente de no más de 50, e incluso más preferiblemente de no más de 40.

35 <17> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <16>, en el que la razón de m con respecto a la suma de m y n [$m/(m + n)$] es preferiblemente de no más de 0,5, más preferiblemente de no más de 0,2, e incluso más preferiblemente de no más de 0,1, y también es preferiblemente de no menos de 0, y más preferiblemente 0.

40 <18> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <17>, en el que cuando están presentes tanto PO como EO, PO y EO se añaden preferiblemente en una forma de bloque, y más preferiblemente en una forma de dibloque.

45 <19> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <18>, en el que cuando están presentes tanto PO como EO, se prefiere que un átomo de oxígeno de EO esté unido a A, y se prefiere más que un átomo de oxígeno de R^1O esté unido a un átomo de carbono de PO, y el átomo de oxígeno de EO esté unido a A.

50 <20> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <19>, en el que A es preferiblemente un átomo de hidrógeno, $-\text{SO}_3\text{X}^+$ o $-\text{PO}_3\text{HX}^+$, y más preferiblemente un átomo de hidrógeno o $-\text{SO}_3\text{X}^+$, e incluso más preferiblemente $-\text{SO}_3\text{X}^+$, y también incluso más preferiblemente un átomo de hidrógeno.

55 <21> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <20>, en el que X^+ es preferiblemente Na^+ , K^+ o NH_4^+ , y más preferiblemente Na^+ o NH_4^+ .

<22> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <20>, en el que X^+ es preferiblemente Na^+ , K^+ o $\text{NH}_3\text{C}_2\text{H}_4\text{OH}^+$, y más preferiblemente Na^+ o $\text{NH}_3\text{C}_2\text{H}_4\text{OH}^+$.

60 <23> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <20>, en el que X^+ es incluso más preferiblemente Na^+ o K^+ .

<24> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <20>, en el que X^+ es incluso todavía más preferiblemente Na^+ .

65 <25> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <24>, en el que la cantidad del compuesto (1) combinado en la mezcla que va a amasarse es de no menos de 0,8 partes en masa, preferiblemente de no menos

de 1,2 partes en masa, más preferiblemente de no menos de 2,5 partes en masa, e incluso más preferiblemente de no menos de 4,5 partes en masa, y también es de no más de 18,0 partes en masa, preferiblemente de no más de 12,0 partes en masa, más preferiblemente de no más de 9,0 partes en masa, e incluso más preferiblemente de no más de 6,0 partes en masa, basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima.

5 <26> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <25>, en el que el contenido del compuesto (1) en la mezcla que va a amasarse es de no menos de 0,8 partes en masa, preferiblemente de no menos de 1,2 partes en masa, más preferiblemente de no menos de 2,5 partes en masa, e incluso más preferiblemente de no menos de 4,5 partes en masa, y también es de no más de 18,0 partes en masa, preferiblemente de no más de 12,0 partes en masa, más preferiblemente de no más de 9,0 partes en masa, e incluso más preferiblemente de no más de 6,0 partes en masa, basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima.

10 <27> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <26>, en el que en la etapa 1, el agua se combina además preferiblemente, y se combina más preferiblemente en una cantidad de no menos de 0,6 partes en masa y de no más de 10 partes en masa basado en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua.

15 <28> El procedimiento según el aspecto <27>, en el que la cantidad de agua combinada en la mezcla que va a amasarse es preferiblemente de no menos de 0,6 partes en masa, más preferiblemente de no menos de 0,8 partes en masa, incluso más preferiblemente de no menos de 1,1 partes en masa, incluso todavía más preferiblemente de no menos de 1,3 partes en masa, e incluso todavía más preferiblemente de no menos de 1,5 partes en masa, y también es preferiblemente de no más de 7,0 partes en masa, más preferiblemente de no más de 5,2 partes en masa, incluso más preferiblemente de no más de 3,5 partes en masa, incluso todavía más preferiblemente de no más de 3,0 partes en masa, incluso todavía más preferiblemente de no más de 2,4 partes en masa, e incluso todavía más preferiblemente de no más de 1,7 partes en masa, basado en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua.

20 <29> El procedimiento según el aspecto <27> o <28>, en el que el contenido de agua en la mezcla que va a amasarse es preferiblemente de no menos de 0,6 partes en masa, más preferiblemente de no menos de 0,8 partes en masa, incluso más preferiblemente de no menos de 1,1 partes en masa, incluso todavía más preferiblemente de no menos de 1,3 partes en masa, e incluso todavía más preferiblemente de no menos de 1,5 partes en masa, y también es preferiblemente de no más de 7,0 partes en masa, más preferiblemente de no más de 5,2 partes en masa, incluso más preferiblemente de no más de 3,5 partes en masa, incluso todavía más preferiblemente de no más de 3,0 partes en masa, incluso todavía más preferiblemente de no más de 2,4 partes en masa, e incluso todavía más preferiblemente de no más de 1,7 partes en masa, basado en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua.

25 <30> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <29>, en el que en la etapa 1, se combina además preferiblemente un compuesto básico soluble en agua, y se combina más preferiblemente en una cantidad de no menos de 1,5 partes en masa y de no más de 35 partes en masa basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima.

30 <31> El procedimiento según el aspecto <30>, en el que la cantidad del compuesto básico soluble en agua combinado en la mezcla que va a amasarse es preferiblemente de no menos de 1,5 partes en masa, más preferiblemente de no menos de 2,0 partes en masa, incluso más preferiblemente de no menos de 4,0 partes en masa, incluso todavía más preferiblemente de no menos de 5,5 partes en masa, e incluso todavía más preferiblemente de no menos de 7,0 partes en masa, y también es preferiblemente de no más de 35 partes en masa, más preferiblemente de no más de 18 partes en masa, incluso más preferiblemente de no más de 15 partes en masa, incluso todavía más preferiblemente de no más de 12 partes en masa, e incluso todavía más preferiblemente de no más de 9 partes en masa, basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima.

35 <32> El procedimiento según el aspecto <30> o <31>, en el que la cantidad de agua combinada en la mezcla que va a amasarse es preferiblemente de no menos de 0,6 partes en masa, más preferiblemente de no menos de 0,8 partes en masa, incluso más preferiblemente de no menos de 1,1 partes en masa, incluso todavía más preferiblemente de no menos de 1,3 partes en masa, e incluso todavía más preferiblemente de no menos de 1,5 partes en masa, y desde el mismo punto de vista, también es preferiblemente de no más de 7,0 partes en masa, más preferiblemente de no más de 5,2 partes en masa, incluso más preferiblemente de no más de 3,5 partes en masa, incluso todavía más preferiblemente de no más de 3,0 partes en masa, incluso todavía más preferiblemente de no más de 2,4 partes en masa, e incluso todavía más preferiblemente de no más de 1,7 partes en masa, basado en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua.

40 <33> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <30> a <32>, en el que la cantidad del compuesto básico soluble en agua combinado en la mezcla que va a amasarse es preferiblemente de no menos del 10% en masa, más preferiblemente de no menos del 22% en masa, incluso más preferiblemente de no menos del 30% en masa, incluso todavía más preferiblemente de no menos del 40% en masa, e incluso todavía más preferiblemente de no menos del 45% en masa, y también es preferiblemente de no más del 80% en masa, más preferiblemente de no más del 65% en masa, e incluso más preferiblemente de no más del 50% en masa, basado en la cantidad total

de agua y del compuesto básico soluble en agua.

<34> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <33>, en el que la etapa 1 incluye preferiblemente las siguientes etapas 1-1 y 1-2:

etapa 1-1: mezclar el pigmento orgánico de materia prima, partículas de la sal inorgánica soluble en agua y el disolvente orgánico soluble en agua unos con otros; y

etapa 1-2: amasar una mezcla que incluye la mezcla obtenida en la etapa 1-1, el compuesto representado por la fórmula (1) y al menos un material como componente combinado opcionalmente seleccionado del grupo que consiste en agua y el compuesto básico soluble en agua.

<35> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <34>, en el que la cantidad de la sal inorgánica soluble en agua combinada en la mezcla que va a amasarse es preferiblemente de no menos de 100 partes en masa, más preferiblemente de no menos de 300 partes en masa, e incluso más preferiblemente de no menos de 400 partes en masa, y también es preferiblemente de no más de 3000 partes en masa, más preferiblemente de no más de 1000 partes en masa, e incluso más preferiblemente de no más de 800 partes en masa, basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima.

<36> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <35>, en el que la cantidad del disolvente orgánico soluble en agua combinado en la mezcla que va a amasarse es preferiblemente de no menos de 10 partes en masa, más preferiblemente de no menos de 50 partes en masa, e incluso más preferiblemente de no menos de 100 partes en masa, y también es preferiblemente de no más de 500 partes en masa, más preferiblemente de no más de 300 partes en masa, e incluso más preferiblemente de no más de 200 partes en masa, basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima.

<37> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <36>, en el que la filtración en la etapa 2 se lleva a cabo usando un filtro prensa.

<38> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <37>, que incluye además preferiblemente la siguiente etapa 1-3:

etapa 1-3: amasar la mezcla amasada obtenida en la etapa 1 o en la etapa 1-1 y la etapa 1-2, con un polímero.

<39> El procedimiento según el aspecto <38>, en el que el polímero es preferiblemente un polímero aniónico.

<40> El procedimiento según el aspecto <38> o <39>, en el que el polímero es preferiblemente un polímero vinílico que se produce copolimerizando una mezcla de monómeros que contiene (a) un monómero aniónico y (b) un monómero hidrófobo.

<41> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <38> a <40>, en el que el peso molecular promedio en peso del polímero es preferiblemente de no menos de 5000, y más preferiblemente de no menos de 10 000, y también es preferiblemente de no más de 500 000, más preferiblemente de no más de 400 000, incluso más preferiblemente de no más de 300 000, e incluso todavía más preferiblemente de no más de 200 000.

<42> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <38> a <41>, en el que el contenido del pigmento orgánico en la mezcla que va a amasarse en la etapa 1-3 es preferiblemente de no menos del 5% en masa, y más preferiblemente de no menos del 10% en masa, y también es preferiblemente de no más del 50% en masa, y más preferiblemente de no más del 40% en masa.

<43> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <38> a <42>, en el que el contenido del polímero en la mezcla usada en la etapa 1-3 es preferiblemente de no menos de 10 partes en masa, y más preferiblemente de no menos de 20 partes en masa, y también es preferiblemente de no más de 100 partes en masa, y más preferiblemente de no más de 60 partes en masa, basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico.

<44> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <38> a <43>, en el que el contenido del disolvente orgánico en la mezcla usada en la etapa 1-3 es preferiblemente de no menos de 10 partes en masa, más preferiblemente de no menos de 50 partes en masa, e incluso más preferiblemente de no menos de 100 partes en masa, y también es preferiblemente de no más de 500 partes en masa, más preferiblemente de no más de 300 partes en masa, e incluso más preferiblemente de no más de 250 partes en masa, basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico.

<54> Un procedimiento para producir un pigmento orgánico fino en polvo, que incluye las siguientes etapas 1, 2 y 2-2:

etapa 1: amasar una mezcla preparada combinando un pigmento orgánico de materia prima, una sal inorgánica

soluble en agua, un disolvente orgánico soluble en agua y un compuesto representado por la siguiente fórmula (1) unos con otros, combinándose el compuesto en una cantidad de no menos de 0,8 partes en masa y de no más de 18,0 partes en masa basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima:



10 en la que R^1 es un grupo hidrocarbonado que tiene no menos de 8 y no más de 24 átomos de carbono; PO es óxido de propileno; EO es óxido de etileno; m representa un número molar promedio de adición de óxido de propileno y es un número de no menos de 0 y de no más de 30, y n representa un número molar promedio de adición de óxido de etileno y es un número de no menos de 10 y de no más de 70, con la condición de que la suma de m y n ($m + n$) sea de no menos de 10 y de no más de 70; y A es un átomo de hidrógeno, $-SO_3^-X^+$, $-PO_3^-H^+X^+$ o $-CH_2COO^-X^+$ en los que X^+ es un catión monovalente, en el que cuando están presentes tanto PO como EO, estos constituyentes pueden disponerse en cualquier orden opcional;

15 en el que el disolvente orgánico soluble en agua es un compuesto alifático que comprende no menos de 2 y no más de 3 grupos hidroxilo alcohólicos;

20 etapa 2: someter la mezcla obtenida en la etapa 1 a tratamiento de limpieza con un disolvente acuoso y luego a filtración para obtener una pasta de un pigmento orgánico fino; y

etapa 2-2: someter además la pasta del pigmento orgánico fino obtenido a través de la etapa 2 a secado y pulverización para obtener de ese modo un pigmento orgánico fino en polvo.

25 <55> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <54>, en el que la razón del tamaño de partícula primaria del pigmento orgánico fino con respecto al tamaño de partícula primaria del pigmento orgánico de materia prima (tamaño de partícula primaria de pigmento orgánico fino/tamaño de partícula primaria de pigmento orgánico de materia prima) es preferiblemente de no más de 0,9, más preferiblemente de no más de 0,8, e incluso más preferiblemente de no más de 0,7, y también es preferiblemente de no menos de 0,01, más preferiblemente de no menos de 0,1, e incluso más preferiblemente de no menos de 0,2.

30 <56> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <55>, en el que el tamaño de partícula primaria del pigmento orgánico fino es preferiblemente de no menos de 10 nm, más preferiblemente de no menos de 20 nm, e incluso más preferiblemente de no menos de 30 nm, y también es preferiblemente de no más de 130 nm, más preferiblemente de no más de 70 nm, e incluso más preferiblemente de no más de 60 nm.

35 Ejemplos

En los siguientes ejemplos de síntesis, ejemplos de producción, ejemplos y ejemplos comparativos, el óxido de propileno y el óxido de etileno también se denominan "PO" y "EO", respectivamente. Además, en los siguientes ejemplos, etc. se midieron diversos valores numéricos y se evaluaron mediante los siguientes métodos.

(1) Medición del número molar promedio de adición de PO y EO

45 Usando un aparato de medición de RMN "Mercury 400 Model" disponible de Varian Inc., se midió un espectro de resonancia magnética nuclear de protón (1H -RMN) de una muestra preparada mediante la esterificación de un grupo hidroxilo terminal de un compuesto sintetizado con ácido trifluoroacético (condiciones de medición: método sin desacoplamiento; tiempo de relajación: 10 s; número acumulativo: 32 veces). Se llevó a cabo la medición usando una disolución preparada disolviendo 0,01 g de la muestra tratada con ácido trifluoroacético en 0,99 g de cloroformo deuterado. Los números molares promedio de adición de PO y EO se calcularon, respectivamente, según las siguientes fórmulas.

Número molar promedio de adición de PO = (valor integrado de la señal derivada del grupo metilo de polioxipropileno)/(valor integrado de la señal derivada del grupo metileno adyacente al grupo éster de ácido trifluoroacético)/1,5

55 Número molar promedio de adición de EO = (valor integrado de la señal derivada del grupo metileno de polioxietileno)/(valor integrado de la señal derivada del grupo metileno adyacente al grupo éster de ácido trifluoroacético)/2

60 (2) Medición del tamaño de partícula primaria del pigmento

Se trató una dispersión obtenida añadiendo 0,05 g de polvo de pigmento a 50 g de etanol usando un limpiador ultrasónico "ASU CLEANER ASU-10M" (intensidad: "alta") disponible de AS ONE Corporation durante 5 min. Se colocó la dispersión de pigmento resultante en una mesa de toma de muestras para un microscópico electrónico de transmisión (TEM) y se secó al aire, y entonces se fotografió mediante TEM a un aumento de 1 a 100 000 veces para obtener una imagen micrográfica. A partir de la imagen obtenida, se tomaron muestras al azar de

aproximadamente 500 partículas de pigmento y se midieron todas las partículas así obtenidas para determinar sus diámetros de eje mayor para calcular un valor promedio de los diámetros medidos, que se definió como el tamaño de partícula primaria del pigmento.

5 (3) Velocidad de filtración y tasa de retención de velocidad de filtración

En los ejemplos respectivos, etc., cuando se alimentaron 50 l de agua a una presión de 0,2 MPa, se midió la cantidad (ml) de un filtrado descargado durante 10 min después de que transcurrieran 30 min desde el inicio de la alimentación a presión para calcular la velocidad de descarga del filtrado, que se definió como la velocidad de filtración.

Además, se preparó una muestra de control mediante el mismo método descrito en los ejemplos respectivos, etc., excepto porque no se combinó compuesto (1) en la misma, para medir la velocidad de filtración del mismo. Se determinó la razón (%) de la velocidad de filtración de la muestra objetivo con respecto a la de la muestra de control y se definió como la tasa de retención de velocidad de filtración.

15 (4) Medición del contenido de sólidos

Se cargó una placa de Petri con 10 g de sulfato de sodio anhidro secado y dotada de una barra de vidrio, y se pesó 1 g de una muestra y se añadió a la misma, y se mezcló el contenido de la placa de Petri mediante la barra de vidrio y entonces se secó a 105°C durante 2 h. Se midió la masa del contenido de la placa de Petri después de secarse para calcular el contenido de sólidos de la muestra según la siguiente fórmula.

Contenido de sólidos (% en masa) = [(masa (g) después de secarse) - (masa total (g) de la placa de Petri, la barra de vidrio y el sulfato de sodio anhidro secado)]/(masa (g) de muestra) x 100

25 (5) Medición del tamaño de partícula promedio de la tinta

Se midió el tamaño de partícula promedio de las partículas en la tinta usando un sistema de análisis de partículas con láser "ELS-8000" disponible de Otsuka Electronics Co., Ltd., mediante análisis acumulado (temperatura: 25°C; ángulo entre la luz incidente y el detector: 90°; número acumulativo: 100 veces; índice de refracción del disolvente de dispersión: 1,333). Se llevó a cabo la medición ajustando la concentración de una muestra que iba a medirse a aproximadamente 5×10^{-3} % en masa usando agua sometida a intercambio iónico.

35 (6) Medición del brillo

Se llevó a cabo impresión de imágenes sólidas en un papel para impresión ("PHOTO PAPER <GLOSSY> KA4100PSKR" disponible de Seiko Epson Corporation; brillo a 20°: 17) usando una impresora de tipo piezoeléctrico ("EM-930C" disponible de Seiko Epson Corporation) en las siguientes condiciones de impresión:

Clase de papel: papel para impresión fotográfica; y

Modo establecido: fotográfico.

Después de permitir que el papel impreso estuviese en reposo a 25°C durante 24 h, se midió el valor de brillo a 20° de la imagen impresa resultante 5 veces usando un medidor de brillo ("HANDY GLOSSMETER, PG-1" disponible de Nippon Denshoku Industries Co., Ltd.), y se calculó un valor promedio de los valores de brillo así medidos y se definió como el brillo de una muestra medida. Cuanto mayor es el valor de brillo así medido, más excelente es el brillo de la muestra.

50 Ejemplo de síntesis 1 [Síntesis del compuesto D-3]

Se cargó un autoclave con capacidad de 6 l equipado con un agitador y un controlador de temperatura con 126,3 g (0,97 mol) de 2-etil-1-hexanol (disponible de Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) y 3,51 g de una disolución acuosa de hidróxido de potasio al 48% en masa (disponible de Kanto Chemical Co., Inc.) y se reemplazó el interior del autoclave por nitrógeno y entonces se mantuvo a 110°C a 10,0 kPa durante 1,0 h para eliminar el agua del mismo. Se devolvió la presión interior del autoclave a la presión atmosférica mediante la introducción de nitrógeno en el mismo y se calentó el contenido del autoclave hasta los 140°C, a los que se llevó a cabo la reacción de adición de EO durante 10 h mientras se introducían 2665 g (60,5 mol) de EO en el autoclave de tal manera que se ajustó la presión interior a de 0,1 a 0,4 MPa. Después de eso, se enfrió el contenido del autoclave hasta 60°C y entonces se añadieron al mismo 2,0 g de ácido acético glacial (disponible de Kishida Chemical Co., Ltd.), seguido por la agitación de la mezcla resultante durante 1 h, obteniéndose de ese modo 2770 g de 2-etilhexil éter de polioxitileno (compuesto D-3). El número molar promedio de adición de EO fue de 60.

Ejemplo de síntesis 2 [Síntesis del compuesto D-4]

Se repitió el mismo procedimiento que en el ejemplo de síntesis 1, excepto porque se cambió la cantidad de EO usado de 2665 g a 3546 g (80,5 mol) y se llevó a cabo la reacción de adición de EO durante 12 h, obteniéndose de ese modo 3620 g de 2-etilhexil éter de polioxietileno (compuesto D-4). El número molar promedio de adición de EO fue de 80.

Ejemplo de síntesis 3 [Síntesis del compuesto D-14]

Se repitió el mismo procedimiento que en el ejemplo de síntesis 2, excepto porque se reemplazó el 2-etil-1-hexanol por 262,4 g (0,97 mol) de 1-octadecanol (disponible de Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) y se cambió la presión tras la eliminación de agua a 4,7 kPa, obteniéndose de ese modo 3760 g de estearil éter de polioxietileno (compuesto D-14). El número molar promedio de adición de EO fue de 80.

Ejemplo de síntesis 4 [Síntesis del compuesto D-15]

Se cargó un autoclave con capacidad de 6 l equipado con un agitador y un controlador de temperatura con 524,8 g (1,94 mol) de 1-octadecanol (disponible de Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) como "alcohol de materia prima" y 7,01 g de una disolución acuosa de hidróxido de potasio al 48% en masa y se reemplazó la atmósfera interior del autoclave por nitrógeno y entonces se mantuvo a 110°C a 4,7 kPa durante 1,0 h para eliminar el agua del mismo. Se devolvió la presión interior del autoclave a la presión atmosférica mediante la introducción de nitrógeno en el mismo y se llevó a cabo la reacción de adición de PO durante 24 h mientras se introducían 1104 g (12,5 mol) de PO en el autoclave de tal manera que se ajustó la presión interior a de 0,1 a 0,45 MPa. A continuación, se calentó el contenido del autoclave hasta los 140°C, a los que se llevó a cabo la reacción de adición de EO durante 6 h mientras se introducían 1101 g (9,5 mol) de EO en el autoclave de tal manera que se ajustó la presión interior a de 0,1 a 0,4 MPa. Después de eso, se enfrió el contenido del autoclave hasta 60°C y entonces se añadieron al mismo 4,0 g de ácido acético glacial (disponible de Kishida Chemical Co., Ltd.), seguido por la agitación de la mezcla resultante durante 1 h, obteniéndose de ese modo 2700 g de estearil éter de polioxietileno/polioxipropileno. El número molar promedio de adición de PO fue de 9 y el número molar promedio de adición de EO fue de 12.

Ejemplo de síntesis 5 [Síntesis del compuesto D-16]

Se repitió el mismo procedimiento que en el ejemplo de síntesis 3, excepto porque se reemplazó el 1-octadecanol por 1584,1 g (4,85 mol) de 1-docosanol (disponible de Tokyo Kasei Kogyo Co., Ltd.), se cambiaron las cantidades de la disolución acuosa de hidróxido de potasio al 48% en masa y el EO usados a 17,53 g y 1167 g (5,3 mol), respectivamente, se llevó a cabo la reacción de adición de EO durante 6 h y se cambió la cantidad del ácido acético glacial usado a 10,0 g, obteniéndose de ese modo 2740 g de behenil éter de polioxietileno (compuesto D-16). El número molar promedio de adición de EO fue de 5.

Ejemplo de síntesis 6 [Síntesis del compuesto D-17]

Se repitió el mismo procedimiento que en el ejemplo de síntesis 5, excepto porque se cambiaron las cantidades del 1-docosanol, la disolución acuosa de hidróxido de potasio al 48% en masa y EO usados a 950,4 g (2,91 mol), 10,52 g y 2709 g (20,5 mol), respectivamente, se llevó a cabo la reacción de adición de EO durante 10 h y se cambió la cantidad del ácido acético glacial usado a 6,0 g, obteniéndose de ese modo 3642 g de behenil éter de polioxietileno (compuesto D-17). El número molar promedio de adición de EO fue de 20.

Ejemplo de síntesis 7 [Síntesis del compuesto D-19]

Se repitió el mismo procedimiento que en el ejemplo de síntesis 5, excepto porque se cambiaron las cantidades de 1-docosanol, la disolución acuosa de hidróxido de potasio al 48% en masa y EO usados a 316,8 g (0,97 mol), 3,51 g y 3546 g (80,5 mol), respectivamente, se llevó a cabo la reacción de adición de EO durante 20 h y se cambió la cantidad del ácido acético glacial usado a 2,0 g, obteniéndose de ese modo 3756 g de behenil éter de polioxietileno (compuesto D-19). El número molar promedio de adición de EO fue de 80.

Los compuestos usados en los ejemplos y ejemplos comparativos respectivos se muestran en la tabla 1.

TABLA 1

Compuesto	Estructura de R ¹¹	Número de átomos de carbono en R ¹	m ¹¹	n ¹¹	A ¹¹	Componentes activos ² (% en masa)	Agua ³ (% en masa)	Otros componentes ⁴ (% en masa)	Fabricante	Marca comercial
D-1	2-etilhexilo	8	0	8	H	100	0	0	Nippon Nyukazai Co., Ltd	NEWCOL 1008

ES 2 692 157 T3

D-2	2-etil-hexilo	8	0	20	H	100	0	0	Nippon Nyukazai Co., Ltd	NEWCOL 1020
D-3	2-etil-hexilo	8	0	60	H	100	0	0	-	Producto sintetizado
D-4	2-etil-hexilo	8	0	80	H	100	0	0	-	Producto sintetizado
D-5	Laurilo	12	0	6	H	100	0	0	Kao Corporation	EMULGEN 108
D-6	Laurilo	12	0	12	H	100	0	0	Kao Corporation	EMULGEN 120
D-7	Laurilo	12	0	47	H	100	0	0	Kao Corporation	EMULGEN 150
D-8	Laurilo	12	0	60	H	100	0	0	DKS Co., Ltd.	DKS NL-600F
D-9	Estearilo	18	0	6	H	100	0	0	Kao Corporation	EMULGEN 306P
D-10	Estearilo	18	0	10	H	100	0	0	Aoki Oil Industrial Co., Ltd.	BLAUNON SR-710
D-11	Estearilo	18	0	13	H	100	0	0	Kao Corporation	EMULGEN 320P
D-12	Estearilo	18	0	30	H	100	0	0	Aoki Oil Industrial Co., Ltd.	BLAUNON SR-730
D-13	Estearilo	18	0	60	H	100	0	0	Nippon Nyukazai Co., Ltd	NEWCOL 1860
D-14	Estearilo	18	0	80	H	100	0	0	-	Producto sintetizado
D-15	Estearilo	18	9	12	H	100	0	0	-	Producto sintetizado
D-16	Behenilo	22	0	5	H	100	0	0	-	Producto sintetizado
D-17	Behenilo	22	0	20	H	100	0	0	-	Producto sintetizado
D-18	Fenilo diestirenado	22	0	20	H	100	0	0	Kao Corporation	EMULGEN A-60
D-19	Behenilo	22	0	80	H	100	0	0	-	Producto sintetizado
D-20	Benzoato de sodio					100	0	0	Kanto Chemical Co., Inc.	Benzoato de sodio
D-21	Laurilo	12	0	3	-SO ₃ ⁻ Na ⁺	26	72	2	Kao Corporation	EMALC 20C
D-22	Laurilo	12	0	10	CH ₂ COO ⁻ Na ⁺	24	76	0	Kao Corporation	AKYPO RLM100NV
D-23	Laurilo	12	0	18	-SO ₃ ⁻ Na ⁺	22	74	4	Kao Corporation	LATEMUL E-118B
D-24	Laurilo	12	0	19	-PO ₃ H ⁻ NH ₃ C ₂ H ₄ OH ⁺	25	72	3	DKS Co., Ltd.	PLYSURF DB-02
D-25	Estearilo	18	0	0	-N(CH ₃) ₃ ⁺ Cl ⁻	63	8	29	Kao Corporation	QUARTAMIN 86P CONC
D-26	Estearilo	18	0	0	-N ⁺ (CH ₃) ₂ CH ₂ COO ⁻	26	67	7	Kao Corporation	AMPHITOL 86B
D-27	Oleilo	18	0	23	-SO ₃ ⁻ Na ⁺	26	68	6	Kao Corporation	LEVENOL WX
D-28	Fenilo diestirenado	22	0	17	-SO ₃ ⁻ NH ₄ ⁺	95	1	4	DKS Co., Ltd.	HITENOL NF-17

Nota *1: R¹, n, m y A en la fórmula (1);
 *2: Contenido de compuestos D-X (en los que X es de 1 a 28) en productos disponibles comercialmente o productos sintetizados;
 *3: Contenido de agua en productos disponibles comercialmente o productos sintetizados; y
 *4: Contenido de otros componentes en productos disponibles comercialmente o productos sintetizados.

[Ejemplos 1 a 42 y ejemplos comparativos 1 a 22]

5 (Etapa de amasado)

Se llevó a cabo el siguiente procedimiento como la etapa 1. Es decir, se amasaron conjuntamente el pigmento

orgánico de materia prima, la sal inorgánica soluble en agua y el disolvente orgánico soluble en agua tal como se muestra en las tablas 2 a 5 usando una amasadora de dispersión "TD0.5-3M Model" disponible de Toshin Co., Ltd., sin aplicación de una presión a la misma a una velocidad de rotación de 30 r/min durante 0,5 h mientras se mantenía el contenido de la amasadora a una temperatura de desde 40 hasta 60°C. Además, se añadieron el compuesto (1), agua y el compuesto básico soluble en agua tal como se muestra en las tablas 2 a 5 a la amasadora, y se amasó el contenido de la amasadora en las mismas condiciones tal como se describió anteriormente durante 2,0 h.

(Etapa de limpieza)

Se llevó a cabo el siguiente procedimiento como la etapa 2. Es decir, se añadió la mezcla obtenida en la etapa 1 a 3000 g de agua y se agitó durante 1 h. Se alimentó la dispersión resultante a una presión de 0,2 MPa a una cámara (capacidad de cámara de filtro: 763 cm³; área de filtración: 513 cm²) de un filtro prensa (filtro prensa de tipo Yabuta "ROUND TESTER YTO-8 Model" disponible de Yabuta Kikai Co., Ltd. A continuación, se alimentaron 50 l de agua a una presión de 0,2 MPa a la cámara para retirar la sal inorgánica soluble en agua y el disolvente orgánico soluble en agua de la misma, y se prensó adicionalmente el material resultante a una presión de 0,4 MPa para obtener de ese modo una pasta de pigmento.

(Etapa de secado)

Se secó la pasta de pigmento resultante a 70°C durante 24 h y se pulverizó en un mortero de ágata para obtener un polvo de un pigmento orgánico fino.

Mientras tanto, los pigmentos orgánicos de materia prima, las sales inorgánicas solubles en agua, los disolventes orgánicos solubles en agua y los compuestos básicos solubles en agua usados en los ejemplos y ejemplos comparativos respectivos tal como se muestra en las tablas 2 a 5, así como las propiedades de los mismos, son los siguientes.

[Pigmento orgánico de materia prima]

A-1: PR122 (2,9-dimetil-quinacridona; "CFR002" disponible de Dainichiseika Color & Chemicals Mfg. Co., Ltd.; tamaño de partícula primaria: 91 nm)

A-2: PV19 (quinacridona no sustituida; "CFR0100" disponible de Dainichiseika Color & Chemicals Mfg. Co., Ltd.; tamaño de partícula primaria: 62 nm)

A-3: PR254 (dicetopirrolpirrol; "B-CF" disponible de BASF; tamaño de partícula primaria: 70 nm)

A-4: PY155 (pigmento disazoico; "Ink Jet Yellow 4GC VP3854" disponible de Clariant Corporation; tamaño de partícula primaria: 130 nm)

A-5: PY180 (bencimidazolona; "Toner Yellow HG" disponible de Clariant Corporation; tamaño de partícula primaria: 125 nm)

[Sal inorgánica soluble en agua]

B-1: Cloruro de sodio ("OSHIO MICRON T-0" disponible de Ako Kasei Co., Ltd.; tamaño de partícula promedio: 10 µm)

B-2: Cloruro de sodio ("Guaranteed Sodium Chloride (reagent)" disponible de Kishida Chemical Co., Ltd.; tamaño de partícula promedio: aproximadamente 500 µm)

[Disolvente orgánico soluble en agua]

C-1: Dietilenglicol ("Guaranteed" disponible de Wako Pure Chemical Industries, Ltd.)

C-2: Propilenglicol ("Guaranteed" disponible de Wako Pure Chemical Industries, Ltd.)

[Compuesto básico soluble en agua]

F-1: Hidróxido de sodio

Los resultados de evaluación de los pigmentos orgánicos finos resultantes se muestran en las tablas 2 a 5. Con respecto a la partícula primaria de los pigmentos orgánicos finos respectivos, cuando la partícula primaria era más pequeña que una partícula primaria de un pigmento de control preparado sin combinar el compuesto (1) en la misma en la etapa 1, se evaluó que el pigmento orgánico fino tenía un buen efecto de atomización. Además, con respecto a la propiedad de filtración de los pigmentos orgánicos finos respectivos, cuando la tasa de retención de velocidad de

filtración era del 92% o mayor, se evaluó que la propiedad de filtración de los mismos era alta.

TABLA 2

	(A) Pigmento orgánico de materia prima		(B) Sal inorgánica soluble en agua		(C) Disolvente orgánico soluble en agua		(D) Compuesto (1)		Tamaño de partícula primaria (nm)	Propiedad de filtración	
	Clase	Cantidad añadida (g)	Clase	Cantidad añadida (g)	Clase	Cantidad añadida (g)	Clase	Parte(s) en masa ^{*1}		Velocidad de filtración (ml/min)	Tasa de retención de velocidad de filtración (%)
Ejemplo 1	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-2	5,0	56,5	625	99,0
Ejemplo 2	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-3	5,0	56,8	628	99,5
Ejemplo 3	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-6	5,0	55,9	601	95,2
Ejemplo 4	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-7	5,0	55,0	620	98,3
Ejemplo 5	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-8	5,0	56,3	626	99,2
Ejemplo 6	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-10	5,0	56,2	602	95,4
Ejemplo 7	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-11	5,0	54,8	614	97,3
Ejemplo 8	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-12	5,0	54,5	610	96,7
Ejemplo 9	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-13	5,0	55,3	612	97,0
Ejemplo 10	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-17	5,0	56,4	594	94,1
Ejemplo 11	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-18	5,0	56,6	583	92,4
Ejemplo 12	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-12	1,0	56,7	621	98,4
Ejemplo 13	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-12	2,5	55,5	613	97,1
Ejemplo 14	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-12	12,0	55,4	609	96,5
Ejemplo 15	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-12	15,0	56,3	600	95,1
Ejemplo 16	A-1	128	B-1	638	C-2	157	D-12	5,0	54,8	602	96,3
Ejemplo 17	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-15	5,0	54,8	600	95,1
Ejemplo comparativo 1	A-1	128	B-1	638	C-1	157	-	-	57,1	631	100,0
Ejemplo comparativo 2	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-1	5,0	57,3	620	98,3
Ejemplo comparativo 3	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-4	5,0	58,0	625	99,0
Ejemplo comparativo 4	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-5	5,0	57,8	602	95,4
Ejemplo comparativo 5	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-9	5,0	57,4	608	96,4
Ejemplo comparativo 6	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-14	5,0	57,8	615	97,5
Ejemplo comparativo 7	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-16	5,0	58,3	575	91,1
Ejemplo comparativo 8	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-19	5,0	58,5	610	96,7
Ejemplo comparativo 9	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-12	0,5	57,3	630	99,8
Ejemplo comparativo 10	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-12	20,0	58,3	589	93,3
Ejemplo comparativo 11	A-1	128	B-1	638	C-2	157	-	-	57,3	625	100,0

Nota *1: Cantidad (parte(s) en masa; basado en los componentes activos) combinada basado en 100 partes en masa de componente (A).

5

TABLA 3-1

	(A) Pigmento orgánico de materia prima		(B) Sal inorgánica soluble en agua		(C) Disolvente orgánico soluble en agua		(D) Compuesto (1)	
	Clase	Cantidad	Clase	Cantidad	Clase	Cantidad	Clase	Parte(s) en

ES 2 692 157 T3

		añadida (g)		añadida (g)		añadida (g)		masa ^{*1}
Ejemplo 22	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-22	5,0
Ejemplo 23	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-23	5,0
Ejemplo 24	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-24	5,0
Ejemplo 25	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-27	5,0
Ejemplo 26	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-28	5,0
Ejemplo 27	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-27	1,0
Ejemplo 28	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-27	2,5
Ejemplo 29	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-27	12,0
Ejemplo 30	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-27	15,0
Ejemplo 31	A-1	128	B-1	638	C-2	157	D-27	5,0
Ejemplo 32	A-1	128	B-2	638	C-1	157	D-27	5,0
Ejemplo comparativo 1	A-1	128	B-1	638	C-1	157	-	-
Ejemplo comparativo 16	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-20	5,0
Ejemplo comparativo 17	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-21	5,0
Ejemplo comparativo 18	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-25	5,0
Ejemplo comparativo 19	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-26	5,0
Ejemplo comparativo 20	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-27	0,5
Ejemplo comparativo 21	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-27	20,0
Ejemplo comparativo 11	A-1	128	B-1	638	C-2	157	-	-
Ejemplo comparativo 22	A-1	128	B-2	638	C-1	157	-	-

Nota *1: Cantidad (parte(s) en masa; basado en los componentes activos) combinada basado en 100 partes en masa de componente (A).

TABLA 3-2

	(E) Agua		Tamaño de partícula primaria (nm)	Propiedad de filtración	
	Cantidad añadida (g) ^{*3}	Parte(s) en masa ^{*2}		Velocidad de filtración (ml/min)	Tasa de retención de velocidad de filtración (%)
Ejemplo 22	20,2	3,2	56,8	598	94,8
Ejemplo 23	21,5	3,4	53,8	606	96,0
Ejemplo 24	18,4	2,9	54,9	620	98,3
Ejemplo 25	16,7	2,6	54,3	621	98,4
Ejemplo 26	0,1	0,0	53,8	589	93,3
Ejemplo 27	3,3	0,5	56,4	628	99,5
Ejemplo 28	8,3	1,3	54,8	623	98,7
Ejemplo 29	40,0	6,3	55,7	598	94,8
Ejemplo 30	50,1	7,8	56,7	591	93,7
Ejemplo 31	16,7	2,6	54,8	616	98,6
Ejemplo 32	16,7	2,6	56,5	618	98,9
Ejemplo comparativo 1	-	-	57,1	631	100,0
Ejemplo comparativo 16	-	-	57,1	621	98,4
Ejemplo comparativo 17	17,7	2,8	58,0	498	78,9
Ejemplo comparativo 18	0,8	0,1	59,8	628	99,5
Ejemplo comparativo 19	16,4	2,6	58,4	589	93,3
Ejemplo comparativo 20	1,7	0,3	57,2	633	100,3
Ejemplo comparativo 21	66,7	10,5	57,8	580	91,9
Ejemplo comparativo 11	-	-	57,3	625	100,0
Ejemplo comparativo 22	-	-	60,3	629	100,0

Nota *2: Cantidad (parte(s) en masa) combinada basado en 100 partes en masa de componente (B); y
*3: Cantidad (g) de agua aportada a la mezcla a partir de (D) compuesto (1).

TABLA 4-1

5

	(A) Pigmento orgánico de materia prima		(B) Sal inorgánica soluble en agua		(C) Disolvente orgánico soluble en agua		(D) Compuesto (1)	
	Clase	Cantidad añadida (g)	Clase	Cantidad añadida (g)	Clase	Cantidad añadida (g)	Clase	Parte(s) en masa ^{*1}
Ejemplo comparativo 1	A-1	128	B-1	638	C-1	157	-	-
Ejemplo 8	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-12	5,0
Ejemplo 25	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-27	5,0
Ejemplo comparativo 12	A-2	128	B-1	638	C-1	157	-	-
Ejemplo 18	A-2	128	B-1	638	C-1	157	D-12	5,0
Ejemplo 33	A-2	128	B-1	638	C-1	157	D-27	5,0
Ejemplo comparativo 13	A-3	128	B-1	638	C-1	157	-	-
Ejemplo 19	A-3	128	B-1	638	C-1	157	D-12	5,0
Ejemplo 34	A-3	128	B-1	638	C-1	157	D-27	5,0
Ejemplo comparativo 14	A-4	128	B-1	638	C-1	157	-	-
Ejemplo 20	A-4	128	B-1	638	C-1	157	D-12	5,0
Ejemplo 35	A-4	128	B-1	638	C-1	157	D-27	5,0
Ejemplo comparativo 15	A-5	128	B-1	638	C-1	157	-	-
Ejemplo 21	A-5	128	B-1	638	C-1	157	D-12	5,0
Ejemplo 36	A-5	128	B-1	638	C-1	157	D-27	5,0

Nota *1: Cantidad (parte(s) en masa; basado en los componentes activos) combinada basado en 100 partes en masa de componente (A).

TABLA 4-2

	(E) Agua		Tamaño de partícula primaria (nm)	Propiedad de filtración	
	Cantidad añadida (g)	Parte(s) en masa*2		Velocidad de filtración (ml/min)	Tasa de retención de velocidad de filtración (%)
Ejemplo comparativo 1	-	-	57,1	631	100,0
Ejemplo 8	-	-	54,5	610	96,7
Ejemplo 25	*3(16,7)	2,6	54,3	621	98,4
Ejemplo comparativo 12	-	-	51,2	610	100,0
Ejemplo 18	-	-	48,5	598	98,0
Ejemplo 33	*3(16,7)	2,6	46,0	598	98,0
Ejemplo comparativo 13	-	-	45,5	594	100,0
Ejemplo 19	-	-	43,5	579	97,5
Ejemplo 34	*3(16,7)	2,6	41,2	579	97,5
Ejemplo comparativo 14	-	-	68,1	600	100,0
Ejemplo 20	-	-	61,1	577	96,2
Ejemplo 35	*3(16,7)	2,6	58,9	577	96,2
Ejemplo comparativo 15	-	-	70,5	620	100,0
Ejemplo 21	-	-	63,6	589	95,0
Ejemplo 36	*3(16,7)	2,6	60,6	589	95,0

Nota *2: Cantidad (parte(s) en masa) combinada basado en 100 partes en masa de componente (B); y
*3: Cantidad (g) de agua aportada a la mezcla a partir de (D) compuesto (1).

TABLA 5-1

5

	(A) Pigmento orgánico de materia prima		(B) Sal inorgánica soluble en agua		(C) Disolvente orgánico soluble en agua		(D) Compuesto (1)	
	Clase	Cantidad añadida (g)	Clase	Cantidad añadida (g)	Clase	Cantidad añadida (g)	Clase	Parte(s) en masa*1
Ejemplo 37	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-12	5,0
Ejemplo 38	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-27	5,0
Ejemplo 39	A-2	128	B-1	638	C-1	157	D-12	5,0
Ejemplo 40	A-2	128	B-1	638	C-1	157	D-27	5,0
Ejemplo 41	A-3	128	B-1	638	C-1	157	D-12	5,0
Ejemplo 42	A-3	128	B-1	638	C-1	157	D-27	5,0

Nota *1: Cantidad (parte(s) en masa; basado en los componentes activos) combinada basado en 100 partes en masa de componente (A).

TABLA 5-2

	(E) Agua		(F) Compuesto básico soluble en agua			(F)/(E + F) (% en masa)	Tamaño de partícula primaria (nm)	Propiedad de filtración	
	Cantidad añadida (g)	Parte(s) en masa*2	Clase	Cantidad añadida (g)	Parte(s) en masa*1			Velocidad de filtración (ml/min)	Tasa de retención de velocidad de filtración (%)
Ejemplo 37	10,2	1,6	F-1	9,5	7,4	48	33,5	612	97,0
Ejemplo 38	*3(16,7)	2,6	F-1	15,4	12,1	48	34,2	619	98,1
Ejemplo 39	10,2	1,6	F-1	9,5	7,4	48	32,0	600	98,4
Ejemplo 40	*3(16,7)	2,6	F-1	15,4	12,1	48	33,8	597	97,9
Ejemplo 41	10,2	1,6	F-1	9,5	7,4	48	28,2	583	98,1
Ejemplo 42	*3(16,7)	2,6	F-1	15,4	12,1	48,1	28,6	577	97,1

Nota *1: Cantidad (parte(s) en masa; basado en los componentes activos) combinada basado en 100 partes en masa de componente (A);
*2: Cantidad (parte(s) en masa) combinada basado en 100 partes en masa de componente (B); y
*3: Cantidad (g) de agua aportada a la mezcla a partir de (D) compuesto (1).

10 A partir de las tablas 2 y 3, se confirmó que los pigmentos orgánicos finos obtenidos en los ejemplos 1 a 15, 17 y 22 a 30 tenían un menor tamaño de partícula primaria y una mayor propiedad de filtración que los del pigmento orgánico fino obtenido en el ejemplo comparativo 1. De manera similar, se confirmó que los pigmentos orgánicos finos obtenidos en los ejemplos 16 y 31 tenían un menor tamaño de partícula primaria y una mayor propiedad de filtración que los del pigmento orgánico fino obtenido en el ejemplo comparativo 11, y que el pigmento orgánico fino obtenido en el ejemplo 32 tenía un menor tamaño de partícula primaria y una mayor propiedad de filtración que los del pigmento orgánico fino obtenido en el ejemplo comparativo 22.

15

Además, a partir de la tabla 4, se confirmó que los pigmentos orgánicos finos obtenidos en los ejemplos 18 y 33 tenían un menor tamaño de partícula primaria y una mayor propiedad de filtración que los del pigmento orgánico fino obtenido en el ejemplo comparativo 12; que los pigmentos orgánicos finos obtenidos en los ejemplos 19 y 34 tenían un menor tamaño de partícula primaria y una mayor propiedad de filtración que los del pigmento orgánico fino obtenido en el ejemplo comparativo 13; que los pigmentos orgánicos finos obtenidos en los ejemplos 20 y 35 tenían un menor tamaño de partícula primaria y una mayor propiedad de filtración que los del pigmento orgánico fino obtenido en el ejemplo comparativo 14; y que los pigmentos orgánicos finos obtenidos en los ejemplos 21 y 36 tenían un menor tamaño de partícula primaria y una mayor propiedad de filtración que los del pigmento orgánico fino obtenido en el ejemplo comparativo 15. A partir de los resultados mencionados anteriormente, se reconoció que, según el procedimiento para producir el pigmento orgánico fino que incluye las etapas 1 y 2, era posible obtener pigmentos orgánicos finos que tenían un tamaño de partícula primaria muy pequeño y que mostraban una alta propiedad de filtración incluso tras la etapa de limpieza y producir, por tanto, los pigmentos orgánicos finos con alta productividad.

Según los resultados mostrados en la tabla 5, a partir de la comparación entre el ejemplo 37 y el ejemplo 8, entre el ejemplo 38 y el ejemplo 25, entre el ejemplo 39 y el ejemplo 18, entre el ejemplo 40 y el ejemplo 33, entre el ejemplo 41 y el ejemplo 19, y entre el ejemplo 42 y el ejemplo 34, se confirmó que los pigmentos preparados combinando agua y el compuesto básico soluble en agua en los mismos tenían un menor tamaño de partícula primaria y eran excelentes de manera similar en la propiedad de filtración en comparación con los pigmentos preparados sin combinar estos materiales en los mismos. A partir de estos resultados, se reconoció que no sólo incluso cuando A del compuesto (1) era un átomo de hidrógeno, es decir, se usó el tensioactivo no iónico, sino también incluso cuando A del compuesto (1) era un grupo aniónico, es decir, se usó el tensioactivo aniónico, los pigmentos obtenidos usando agua en combinación con el compuesto básico soluble en agua tenían un tamaño de partícula primaria reducido y una excelente propiedad de filtración.

[Ejemplos 43 a 48, 55 y 57 (Preparación de dispersiones acuosas)]

(Preparación de pastas de pigmento 1 a 6, 13 y 15)

Se llevó a cabo el mismo procedimiento que en la etapa 1 (etapa de amasado) y la etapa 2 (etapa de limpieza) del ejemplo 1, excepto porque se usaron los pigmentos orgánicos de materia prima, las sales inorgánicas solubles en agua, los disolventes orgánicos solubles en agua, el compuesto (1), agua y los compuestos básicos solubles en agua tal como se muestra en la tabla 6, obteniéndose de ese modo las pastas de pigmento mostradas en la tabla 6.

(Preparación de dispersiones acuosas 1 a 6, 13 y 15)

Se mezcló una disolución mixta que contenía 41,7 g de un polímero basado en estireno-ácido acrílico ("Joncryl 68" disponible de BASF; también denominado a continuación en el presente documento "J68") y 113,4 g de MEK con 20,5 g de una disolución acuosa de hidróxido de sodio 5 N, y la pasta de pigmento y agua sometida a intercambio iónico tal como se muestra en "Preparación de dispersión acuosa" en la tabla 6, para preparar una mezcla del mismo. Se mezcló la mezcla resultante usando una pala de dispersión a 20°C a una velocidad de rotación de 7000 rpm durante 1 h, y se sometió además a tratamiento de dispersión haciéndola pasar a través de un aparato "MICROFLUIDIZER" disponible de Microfluidics Corp. 10 veces a una presión de 150 MPa. Se mantuvo la dispersión resultante a presión reducida a 60°C para eliminar la MEK de la misma, y se sometió a filtración a través de un filtro (disponible de Fujifilm Corporation; membrana de acetilcelulosa; tamaño de poro: 5 µm), obteniéndose de ese modo las dispersiones acuosas 1 a 6, 13 y 15 tal como se muestra en la tabla 6.

[Ejemplos 49 a 54, 56 y 58 (Preparación de dispersiones acuosas)]

(Preparación de pastas de pigmento 7 a 12, 14 y 16)

Se llevó a cabo el siguiente procedimiento como la etapa 1. Es decir, se amasaron conjuntamente el pigmento orgánico de materia prima, la sal inorgánica soluble en agua y el disolvente orgánico soluble en agua tal como se muestra en la tabla 6 usando una amasadora del tipo de presión "TD0.5-3M Model" disponible de Toshin Co., Ltd., sin aplicación de una presión a la misma a una velocidad de rotación de 30 r/min durante 0,5 h mientras se mantenía el contenido de la amasadora a una temperatura de desde 40 hasta 60°C. Además, se añadió el compuesto (1) en una cantidad tal como se muestra en la tabla 6 a la amasadora y se amasó el contenido de la amasadora en las mismas condiciones tal como se describió anteriormente durante 2,0 h. Además, se añadió una disolución mixta de 42,5 g de J68 y 99,2 g de DEG a la amasadora y se amasó el contenido de la amasadora en las mismas condiciones tal como se describió anteriormente durante 1,0 h. Se sometió la mezcla resultante al mismo procedimiento que en la etapa 2 (etapa de limpieza) del ejemplo 1, obteniéndose de ese modo las pastas de pigmento 7 a 12, 14 y 16 tal como se muestra en la tabla 6.

(Preparación de dispersiones acuosas 7 a 12, 14 y 16)

Se preparó una mezcla que contenía 113,4 g de MEK, 20,5 g de una disolución acuosa de hidróxido de sodio 5 N y la pasta de pigmento y agua sometida a intercambio iónico tal como se muestra en "Preparación de dispersión acuosa" de la tabla 6. Se mezcló la mezcla resultante usando una pala de dispersión a 20°C a una velocidad de rotación de 7000 rpm durante 1 h y se sometió además a tratamiento de dispersión haciéndola pasar a través de un aparato "MICROFLUIDIZER" disponible de Microfluidics Corp. 10 veces a una presión de 150 MPa. Se mantuvo la dispersión resultante a presión reducida a 60°C para eliminar la MEK de la misma y se sometió a filtración a través de un filtro (disponible de Fujifilm Corporation; membrana de acetilcelulosa; tamaño de poro: 5 µm), obteniéndose de ese modo las dispersiones acuosas 7 a 12, 14 y 16 tal como se muestra en la tabla 6.

10 [Ejemplos 43 a 58 (Preparación de tintas)]

(Preparación del disolvente de la tinta)

15 Se mezclaron uniformemente cuatro gramos (4,0 g) de 1,2-hexanodiol (disponible de Tokyo Kasei Kogyo Co., Ltd.), 6,0 g de 2-pirrolidona (disponible de Wako Pure Chemical Industries Ltd.), 15,0 g de glicerol (disponible de Kao Corporation), 4,0 g de monobutil éter de trietilenglicol ("Butyl Triglycol" disponible de Nippon Nyukazai Co., Ltd.), 0,5 g de un tensioactivo basado en acetilenglicol "SURFYNOL 465" (disponible de Nissin Chemical Industry Co., Ltd.), 0,5 g de un tensioactivo basado en acetilenglicol "OLFINE E1010" (disponible de Nissin Chemical Industry Co., Ltd.), 0,3 g de un agente antiséptico "Ploxel XL2" (disponible de Avecia K.K.) y 29,7 g de agua sometida a intercambio iónico unos con otros, preparando de ese modo un disolvente de tinta (también denominado a continuación en el presente documento "vehículo").

(Preparación de tintas 1 a 16)

25 Mientras se agitaban 40 g de cada una de las dispersiones acuosas 1 a 16 tal como se muestra en la tabla 6, se añadieron 60 g del vehículo y se mezclaron con las mismas, y se sometió la mezcla resultante a filtración a través de un filtro (disponible de Fujifilm Corporation; membrana de acetilcelulosa; tamaño de poro: 1,2 µm), obteniéndose de ese modo las tintas 1 a 16.

30 Los resultados de evaluación de las tintas 1 a 16 resultantes se muestran en la tabla 6.

TABLA 6-1

	(A) Pigmento orgánico de materia prima		(B) Sal inorgánica soluble en agua		(C) Disolvente orgánico soluble en agua		(D) Compuesto (1)	
	Clase	Cantidad añadida (g)	Clase	Cantidad añadida (g)	Clase	Cantidad añadida (g)	Clase	Parte(s) en masa ¹
Ejemplo 43	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-2	5,0
Ejemplo 49	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-2	5,0
Ejemplo 44	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-7	5,0
Ejemplo 50	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-7	5,0
Ejemplo 45	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-12	5,0
Ejemplo 55	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-12	5,0
Ejemplo 51	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-12	5,0
Ejemplo 56	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-12	5,0
Ejemplo 46	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-18	5,0
Ejemplo 52	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-18	5,0
Ejemplo 47	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-27	5,0
Ejemplo 57	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-27	5,0
Ejemplo 53	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-27	5,0
Ejemplo 58	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-27	5,0
Ejemplo 48	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-28	5,0
Ejemplo 54	A-1	128	B-1	638	C-1	157	D-28	5,0

Nota *1: Cantidad (parte(s) en masa; basado en los componentes activos) combinada basado en 100 partes en masa de componente (A).

35 TABLA 6-2

	(E) Agua		(F) Compuesto básico soluble en agua			(F)/(E + F) (% en masa)	Pasta de pigmento	
	Cantidad añadida (g)	Parte(s) en masa ²	Clase	Cantidad añadida (g)	Parte(s) en masa ¹		N.º	Contenido de sólidos (% en masa)
Ejemplo 43	-	-	-	-	-	-	1	25
Ejemplo 49	-	-	-	-	-	-	7	25
Ejemplo 44	-	-	-	-	-	-	2	24
Ejemplo 50	-	-	-	-	-	-	8	24
Ejemplo 45	-	-	-	-	-	-	3	26
Ejemplo 55	10,2	1,6	F-1	9,5	7,4	48	13	23

Ejemplo 51	-	-	-	-	-	-	9	26
Ejemplo 56	10,2	1,6	F-1	9,5	7,4	48	14	24
Ejemplo 46	-	-	-	-	-	-	4	25
Ejemplo 52	-	-	-	-	-	-	10	25
Ejemplo 47	-	-	-	-	-	-	5	24
Ejemplo 57	*3(16,7)	2,6	F-1	15,4	12,1	48	15	25
Ejemplo 53	-	-	-	-	-	-	11	24
Ejemplo 58	*3(16,7)	2,6	F-1	15,4	12,1	48	16	26
Ejemplo 48	-	-	-	-	-	-	6	27
Ejemplo 54	-	-	-	-	-	-	12	27

Nota *1: Cantidad (parte(s) en masa; basado en los componentes activos) combinada basado en 100 partes en masa de componente (A);
 *2: Cantidad (parte(s) en masa) combinada basado en 100 partes en masa de componente (B); y
 *3: Cantidad (g) de agua aportada a la mezcla a partir de (D) compuesto (1).

TABLA 6-3

	Dispersión acuosa				Tiempo de adición de polímero ^{*4}	Tinta		
	N.º	Pasta de pigmento (g)	Agua sometida a intercambio iónico (g)	Contenido de sólidos (% en masa)		N.º	Tamaño de partícula (nm)	Brillo (20º)
Ejemplo 43	1	500	175,1	20	a	1	107	38
Ejemplo 49	7	667	50,1	20	b	7	96	49
Ejemplo 44	2	521	154,2	20	a	2	103	39
Ejemplo 50	8	694	22,3	20	b	8	94	50
Ejemplo 45	3	481	194,3	20	a	3	101	43
Ejemplo 55	13	522	153,6	20	a	13	83	61
Ejemplo 51	9	641	75,7	20	b	9	91	55
Ejemplo 56	14	694	22,6	20	b	14	56	76
Ejemplo 46	4	500	175,1	20	a	4	103	40
Ejemplo 52	10	667	50,1	20	b	10	93	53
Ejemplo 47	5	521	154,2	20	a	5	102	44
Ejemplo 57	15	500	175,3	20	a	15	85	58
Ejemplo 53	11	694	22,3	20	b	11	89	59
Ejemplo 58	16	641	75,7	20	b	16	59	74
Ejemplo 48	6	463	212,1	20	a	6	99	43
Ejemplo 54	12	617	99,4	20	b	12	87	58

Nota *4: "a" representa que el polímero se añadió tras la preparación de la dispersión acuosa, y "b" representa que el polímero se añadió tras la preparación de la pasta de pigmento.

- 5 Tal como se muestra en los ejemplos 43 a 48, se reconoció que cuando se produjo la tinta de base acuosa usando la pasta de pigmento obtenida mediante el procedimiento para producir el pigmento orgánico fino que incluye las etapas 1 y 2, era posible obtener una tinta que tenía un tamaño de partícula fino y un brillo excelente. Además, tal como se muestra en los ejemplos 49 a 54, se reconoció que cuando se produjo la tinta de base acuosa usando la pasta de pigmento obtenida mediante la adición del polímero en la etapa 1 y el amasado adicional de la mezcla resultante, era posible obtener una tinta que tenía un tamaño de partícula mucho más fino y un brillo más excelente. Además, tal como se muestra en los ejemplos 55 a 58, se reconoció que cuando se produjo la tinta de base acuosa usando la pasta de pigmento obtenida mediante la adición de agua y el compuesto básico soluble en agua en la etapa 1 y el amasado adicional de la mezcla resultante, era posible obtener una tinta que tenía un tamaño de partícula todavía más fino y un brillo todavía más excelente.

15

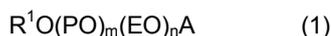
Aplicabilidad industrial

- 20 La presente invención proporciona un procedimiento útil para producir un pigmento orgánico fino que puede usarse en aplicaciones tales como tintas para impresión por chorro de tinta y filtros de color.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para producir un pigmento orgánico fino, que comprende las siguientes etapas 1 y 2:

etapa 1: amasar una mezcla preparada combinando un pigmento orgánico de materia prima, una sal inorgánica soluble en agua, un disolvente orgánico soluble en agua y un compuesto representado por la siguiente fórmula (1) unos con otros, combinándose el compuesto en una cantidad de no menos de 0,8 partes en masa y de no más de 18,0 partes en masa, basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima:



en la que R^1 es un grupo hidrocarbonado que tiene no menos de 8 y no más de 24 átomos de carbono; PO es óxido de propileno; EO es óxido de etileno; m representa un número molar promedio de adición de óxido de propileno y es un número de no menos de 0 y de no más de 30, y n representa un número molar promedio de adición de óxido de etileno y es un número de no menos de 10 y de no más de 70, con la condición de que la suma de m y n ($m + n$) sea de no menos de 10 y de no más de 70; y A es un átomo de hidrógeno, $-SO_3X^+$, $-PO_3HX^+$ o $-CH_2COO^+X^+$ en los que X^+ es un catión monovalente, en el que cuando están presentes tanto PO como EO, estos constituyentes pueden disponerse en cualquier orden opcional;

en el que el disolvente orgánico soluble en agua es un compuesto alifático que comprende no menos de 2 y no más de 3 grupos hidroxilo alcohólicos; y

etapa 2: someter la mezcla obtenida en la etapa 1 a tratamiento de limpieza con un disolvente acuoso y luego a filtración.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la razón de m con respecto a la suma de m y n, $m/(m + n)$, es de no menos de 0 y de no más de 0,5.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en el que R^1 es un grupo hidrocarbonado alifático.
4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que X^+ es Na^+ , K^+ o NH_4^+ .
5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que en la etapa 1 se combina adicionalmente agua en una cantidad de no menos de 0,6 partes en masa y de no más de 10 partes en masa basado en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua.
6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que en la etapa 1 se combina adicionalmente un compuesto básico soluble en agua en una cantidad de no menos de 1,5 partes en masa y de no más de 35 partes en masa basado en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima.
7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que la etapa 1 comprende las siguientes etapas 1-1 y 1-2:
- etapa 1-1: mezclar el pigmento orgánico de materia prima, partículas de la sal inorgánica soluble en agua y el disolvente orgánico soluble en agua unos con otros; y
- etapa 1-2: amasar una mezcla que comprende la mezcla obtenida en la etapa 1-1, el compuesto representado por la fórmula (1) y al menos un material como componente combinado opcionalmente seleccionado del grupo que consiste en agua y el compuesto básico soluble en agua.
8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que la sal inorgánica soluble en agua es al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en un cloruro de metal alcalino y un sulfato de metal alcalino.