

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 719 484**

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/JP2014/062888**

87 Fecha y número de publicación internacional: **20.11.2014 WO14185473**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.05.2014 E 14797823 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.03.2019 EP 2998365**

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

30 Prioridad:

14.05.2013 JP 2013102216
26.12.2013 JP 2013270401

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
10.07.2019

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

SATO, TAKAHIRO;
TAKENO, HIROTAKA y
FUKUROI, HIRONOBU

74 Agente/Representante:

MARTÍN BADAJOZ, Irene

ES 2 719 484 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 de un pigmento orgánico fino

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento para producir un pigmento orgánico fino, y a un pigmento orgánico fino producido mediante el procedimiento; a un procedimiento para producir una dispersión usando el pigmento orgánico fino y a una dispersión producida mediante el procedimiento; y a un procedimiento para producir una tinta usando la dispersión.

Antecedentes de la invención

En los métodos de impresión por chorro de tinta, las gotitas de tinta se proyectan sobre un medio de registro desde boquillas muy finas y se permite que se adhieran al medio de registro para obtener materiales impresos sobre los que se imprimen caracteres, imágenes, etc. Se requiere que los materiales impresos tengan una alta densidad óptica y brillo, mientras que las tintas para la impresión por chorro de tinta deben tener una propiedad de alta eyección. Además, se requiere que los filtros de color para pantallas de cristal líquido presenten una alta razón de contraste y brillo. Por tanto, los pigmentos utilizados en las tintas para impresión por chorro de tinta y los filtros de color están en forma de partículas de pigmento fino que tienen un tamaño de partícula primario muy pequeño.

Como método de obtención de un pigmento orgánico fino mediante la reducción del tamaño de partícula primario de un pigmento orgánico como materia prima, se utilizan ampliamente métodos de amasado y molienda en húmedo, tales como molienda con sal disolvente, métodos de molienda en seco, etc. La molienda con sal 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, al amasar mecánicamente el pigmento orgánico de la 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 primario del pigmento.

El documento de patente 1 divulga un procedimiento para producir un pigmento orgánico fino en presencia de una sustancia alcalina mediante un método de molienda con sal disolvente.

LISTA DE MENCIONES**35 BIBLIOGRAFÍA DE PATENTES**

Documento de patente 1: JP 2012-025920A

Sumario de la invención**40 PROBLEMA TÉCNICO**

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

Según la presente invención, se proporciona un procedimiento para producir un pigmento orgánico fino que tiene un tamaño de partícula primario muy pequeño, y un pigmento orgánico fino producido mediante el procedimiento; un procedimiento para producir una dispersión usando el pigmento orgánico fino y una dispersión producida mediante el procedimiento; y un procedimiento para producir una tinta usando la dispersión.

SOLUCIÓN AL PROBLEMA

Los presentes inventores han encontrado que combinando una cantidad predeterminada de agua y una cantidad predeterminada de un compuesto básico soluble en agua en una mezcla de un pigmento orgánico de materia prima, un disolvente orgánico soluble en agua y una sal inorgánica soluble en agua y amasando la mezcla resultante, es posible obtener un pigmento orgánico fino que tiene un tamaño de partícula primario muy pequeño.

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

[1] Un procedimiento para producir un pigmento orgánico fino, que incluye la etapa 1 de amasar una mezcla preparada combinando entre sí (A) un pigmento orgánico de materia prima que contiene un átomo de oxígeno y un átomo de nitrógeno unido a un átomo de hidrógeno en una molécula del mismo, (B) una sal inorgánica soluble en agua, (C) un disolvente orgánico soluble en agua, (D) agua y (E) un compuesto básico soluble en agua,

combinándose el agua (D) en una cantidad de no menos de 0,6 partes en masa y no más de 7,0 partes en masa basándose en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua, y combinándose el compuesto básico soluble en agua (E) en una cantidad de no menos de 1,5 partes en masa y no más de 35 partes en masa basándose en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima.

[2] Un pigmento orgánico fino producido mediante el procedimiento según el aspecto anterior [1].

[3] Una dispersión producida usando el pigmento orgánico fino según el aspecto anterior [2].

[4] Un procedimiento para producir una pasta de un pigmento orgánico fino, que incluye la siguiente etapa 2:

etapa 2: limpiar la mezcla amasada obtenida en la etapa 1.

[5] Un procedimiento para producir una dispersión, que incluye la siguiente etapa 3:

etapa 3: someter la pasta del pigmento orgánico fino producida mediante el procedimiento según el aspecto anterior [4], un disolvente orgánico y agua a tratamiento de dispersión.

[6] Un procedimiento para producir una tinta, que incluye la siguiente etapa 4:

Etapla 4: mezclar la dispersión producida mediante el procedimiento según el aspecto anterior [5] con al menos un material seleccionado del grupo que consiste en agua y un disolvente orgánico.

EFFECTOS VENTAJOSOS DE LA INVENCION

Según la presente invención, se proporciona un procedimiento para producir un pigmento orgánico fino que tiene un tamaño de partícula primario muy pequeño, y un pigmento orgánico fino producido mediante el procedimiento; un procedimiento para producir una dispersión usando el pigmento orgánico fino, y una dispersión producida mediante el procedimiento; y un procedimiento para producir una tinta usando la dispersión.

DESCRIPCION DE REALIZACIONES

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 entre sí (A) un pigmento orgánico de materia prima que contiene un átomo de oxígeno y un átomo de nitrógeno unido a un átomo de hidrógeno en una molécula del mismo (a continuación en el presente documento también denominado simplemente "pigmento orgánico de materia prima"), (B) una sal inorgánica soluble en agua, (C) un disolvente orgánico soluble en agua, (D) agua y (E) un compuesto básico soluble en agua (a continuación en el presente documento también denominada "mezcla que va a amasarse"), combinándose el agua (D) en una cantidad de no menos de 0,6 partes en masa y no más de 7,0 partes en masa basándose en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua, y combinándose el compuesto básico soluble en agua (E) en una cantidad de no menos de 1,5 partes en masa y no más de 35 partes en masa basándose en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima (la etapa se denomina también a continuación en el presente documento "etapa de amasado" o "etapa 1"). En el procedimiento para producir un pigmento orgánico fino según la presente invención, una cantidad predeterminada del agua (D) y una cantidad predeterminada del compuesto básico soluble en agua (E) presentan un buen efecto sinérgico entre ellos, de modo que es posible producir el pigmento orgánico fino que tiene un tamaño de partícula primario muy pequeño.

El mecanismo para lograr los efectos de la presente invención se estima tal como sigue aunque los detalles del mismo aún no se han determinado claramente. Es decir, el pigmento orgánico de materia prima que contiene un átomo de oxígeno y un átomo de nitrógeno unido a un átomo de hidrógeno en una molécula del mismo forma una estructura específica mediante un enlace de hidrógeno intermolecular entre el átomo de oxígeno y átomo de hidrógeno. En el caso de que un pigmento orgánico de materia prima de este tipo se pulverice físicamente mediante métodos de amasado tales como normalmente un método de molienda con sal disolvente, etc., en presencia de una cantidad específica de agua y una cantidad específica del compuesto básico soluble en agua, el compuesto básico soluble en agua se ioniza debido a la presencia de agua, y actúa sobre el enlace de hidrógeno intermolecular entre el átomo de oxígeno y átomo de hidrógeno en el pigmento orgánico de materia prima cortando el enlace. Por este motivo, incluso el pigmento orgánico de materia prima que forma la estructura mediante el enlace de hidrógeno intermolecular entre el átomo de oxígeno y átomo de hidrógeno puede pulverizarse rápidamente mediante amasado, de modo que es posible producir eficazmente el pigmento más fino.

Además, la sal inorgánica soluble en agua funciona como medio de pulverización. Cuando se incorpora una cantidad específica de agua en la misma, el agua sirve simplemente para disolver una porción cercana a la superficie de la sal inorgánica soluble en agua para conferir viscosidad a la superficie de la sal inorgánica soluble en agua. Como resultado, aumenta la tensión de cizalladura sobre la superficie de la sal inorgánica soluble en agua, de modo que se potencia la eficacia de pulverización del pigmento. Por este motivo, es posible obtener un pigmento fino con una eficacia todavía superior. Sin embargo, la discusión anterior es simplemente una estimación, y la presente invención

no está por tanto particularmente limitada a la misma.

[(A) Pigmento orgánico de materia prima]

5 El pigmento orgánico de materia prima usado en la presente invención contiene 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 lograr de manera más notable los efectos de la presente invención. Además, el pigmento orgánico de materia prima usado en la presente invención significa un pigmento orgánico antes de amasarse.

10 Como 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 presentar de manera más eficaz 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 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 presentar de manera más eficaz 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 enlace de hidrógeno fuerte, el pigmento orgánico de materia prima no contiene más preferiblemente ningún grupo amida.

25 Como pigmento orgánico de materia prima utilizado 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 presentar de manera más eficaz 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 están adyacentes entre sí y no hay ningún grupo amida contenido en los mismos, de modo que se evita la formación de un enlace de hidrógeno fuerte y, por tanto, los efectos de atomización de la presente invención pueden presentarse de manera más eficaz.

30 Como 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-dimetilquinacridona), 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 (solución 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.

40 El tamaño de partícula primario del pigmento orgánico de materia prima es preferiblemente de no más de 500 nm, más preferiblemente no más de 200 nm e incluso más preferiblemente no más de 100 nm, desde el punto de vista de una buena eficacia de pulverización. Además, el tamaño de partícula primario del pigmento orgánico de materia prima es, por ejemplo, de no menos de 60 nm, desde el punto de vista de una buena disponibilidad. El tamaño de partícula primario del pigmento orgánico de materia prima puede medirse mediante el método descrito en los ejemplos más adelante.

[Derivado de pigmento]

50 La mezcla que va a amasarse también puede contener diversos derivados de pigmentos. Los derivados de pigmentos están preferiblemente en forma de un derivado del compuesto de pigmento orgánico de materia prima. Los ejemplos de un grupo sustituyente contenido en los derivados de pigmentos incluyen un grupo hidroxilo, un grupo carboxilo, un grupo carboxilo, un grupo sulfato, un grupo sulfonamida y un grupo ftalimidometilo. Además, los derivados de pigmento también incluyen compuestos policíclicos aromáticos que generalmente no constituyen una estructura unitaria de pigmentos orgánicos, tales como compuestos de naftaleno y compuestos de antraquinona. Estos derivados de pigmentos pueden usarse solos o en combinación de dos o más de los mismos.

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

65 [(B) 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 eficacia 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 eficacia 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 no menos de 20 g e incluso más preferiblemente no menos de 30 g, desde el punto de vista de eliminación 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 no más de 60 g e incluso más preferiblemente no más de 40 g, desde el punto de vista de una buena eficacia de pulverización.

La sal inorgánica soluble en agua es preferiblemente apenas soluble en el disolvente orgánico soluble en agua, y más preferiblemente insoluble sustancialmente 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 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 no más de 700 μm , incluso más preferiblemente no más de 400 μm , adicionalmente incluso más preferiblemente no más de 200 μm , adicionalmente incluso más preferiblemente no más de 50 μm y adicionalmente incluso más preferiblemente no más de 20 μm , desde el punto de vista de una buena eficacia de pulverización, y también es preferiblemente de no menos de 0,1 μm , más preferiblemente no menos de 1 μm e incluso más preferiblemente no menos de 5 μm , desde el punto de vista de una alta productividad.

[(C) 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 razón opcional, desde el punto de vista de la eliminación 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 preferiblemente 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 grupos hidroxilo alcohólicos contenidos en el compuesto alifático como disolvente orgánico soluble en agua es preferiblemente de no menos de 1, y más preferiblemente no menos de 2, desde los puntos de vista de una buena seguridad y trabajabilidad, y también es preferiblemente de no más de 3, más preferiblemente no más de 2 e incluso 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 enlaces éter contenidos en el disolvente orgánico soluble en agua es preferiblemente de no más de 3, y más preferiblemente 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 el punto de vista de una buena seguridad, economía y disponibilidad, se prefieren compuestos a base de glicol, tales como dietilenglicol, propilenglicol, trietilenglicol y polietilenglicol, y glicerol, y se prefiere más dietilenglicol (a continuación también conocido como "DEG").

65

El punto de ebullición del disolvente orgánico soluble en agua es preferiblemente no inferior a 100 °C, y más preferiblemente no inferior a 200 °C, desde el punto de vista de lograr una buena seguridad y suprimir la evaporación del disolvente orgánico tras amasar, mientras que el punto de solidificación del disolvente orgánico soluble en agua es preferiblemente no superior a 25 °C, y más preferiblemente no superior a 0 °C, desde el punto de vista de una buena trabajabilidad.

5 [(D) Agua]

10 La mezcla que va a amasarse en la presente invención también contiene agua en una cantidad de no menos de 0,6 partes en masa y no más de 7,0 partes en masa basándose 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, el compuesto básico soluble en agua puede ionizarse cortando el enlace de hidrógeno intermolecular del pigmento, y puede potenciarse 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 eficacia de pulverización potenciada. Además, se considera que cuando se combinan no más de 7,0 partes en masa de agua en la mezcla, la concentración del compuesto básico soluble en agua en relación con el agua puede aumentarse para promover el corte del enlace de hidrógeno intermolecular del pigmento, y la sal inorgánica soluble en agua puede mantener su forma y por tanto puede conservar una función como medio de pulverización, lo que da como resultado una eficacia de pulverización potenciada.

20 La cantidad de combinación de agua en la mezcla que va a amasarse es de no menos de 0,6 partes en masa, preferiblemente no menos de 0,8 partes en masa, más preferiblemente no menos de 1,1 partes en masa, incluso más preferiblemente no menos de 1,3 partes en masa y además incluso más preferiblemente no menos de 1,5 partes en masa, basándose en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua, desde el punto de vista de una buena eficacia de pulverización. Además, desde el mismo punto de vista que se describió anteriormente, la cantidad de combinación de agua en la mezcla que va a amasarse es de no más de 7,0 partes en masa, preferiblemente no más de 5,2 partes en masa, más preferiblemente no más de 3,0 partes en masa, incluso más preferiblemente no más de 2,4 partes en masa y además incluso más preferiblemente no más de 1,7 partes en masa, basándose en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua.

30 El contenido de agua en la mezcla que va a amasarse es de no menos de 0,6 partes en masa, preferiblemente no menos de 0,8 partes en masa, más preferiblemente no menos de 1,1 partes en masa, incluso más preferiblemente no menos de 1,3 partes en masa y además incluso más preferiblemente no menos de 1,5 partes en masa, basándose en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua, desde el punto de vista de una buena eficacia de pulverización. Además, desde el mismo punto de vista que se describió anteriormente, el contenido de agua en la mezcla que va a amasarse es de no más de 7,0 partes en masa, preferiblemente no más de 5,2 partes en masa, más preferiblemente no más de 3,0 partes en masa, incluso más preferiblemente no más de 2,4 partes en masa y además incluso más preferiblemente no más de 1,7 partes en masa, basándose en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua.

40 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.

45 [(E) Compuesto básico soluble en agua]

50 La mezcla que va a amasarse en la presente invención también contiene el compuesto básico soluble en agua en una cantidad de no menos de 1,5 partes en masa y no más de 35 partes en masa basándose 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, el enlace de hidrógeno intermolecular del pigmento se corta, dando como resultado una eficacia 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, el pigmento orgánico fino resultante tiene una eficacia de limpieza potenciada, de modo que se reduce la carga sobre el tratamiento de aguas residuales, y además el pigmento orgánico fino tiene una calidad potenciada.

60 Los ejemplos del compuesto básico soluble en agua incluyen aminas tales como metilamina, dimetilamina, trimetilamina, etilamina, dietilamina y trietilamina; compuestos básicos orgánicos tales como amoníaco, 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 eficacia de pulverización, se prefieren compuestos básicos inorgánicos. Como compuestos básicos inorgánicos, se prefiere al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en hidróxidos 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 eficacia 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, e incluso adicionalmente se prefiere más hidróxido de sodio.

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

La cantidad de combinación del compuesto básico soluble en agua (E) en la mezcla que va a amasarse es preferiblemente de no menos del 10 % en masa, más preferiblemente no menos del 22 % en masa, incluso más preferiblemente no menos del 30 % en masa, además incluso más preferiblemente no menos del 40 % en masa y además incluso más preferiblemente no menos del 45 % en masa, basándose en la cantidad total de agua (D) y el compuesto básico soluble en agua (E), desde el punto de vista de una buena eficacia de pulverización, y es también preferiblemente de no más del 80 % en masa, más preferiblemente no más del 65 % en masa e incluso más preferiblemente no más del 50 % en masa, basándose en la cantidad total de agua (D) y el compuesto básico soluble en agua (E), desde los puntos de vista de una buena economía y capacidad de limpieza tras el amasado.

[Etapa de amasado (etapa 1)]

La etapa de amasado en el procedimiento de la presente invención es la etapa de amasar una mezcla preparada combinando el pigmento orgánico de materia prima (A), la sal inorgánica soluble en agua (B), el disolvente orgánico soluble en agua (C), agua (D) y el compuesto básico soluble en agua (E) que se usan en la presente invención, entre sí, en la que el agua (D) se combina en una cantidad de no menos de 0,6 partes en masa y no más de 7,0 partes en masa basándose en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua, y el compuesto básico soluble en agua (E) se combina en una cantidad de no menos de 1,5 partes en masa y no más de 35 partes en masa basándose en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima. La mezcla obtenida a través de la etapa de amasado (a continuación en el presente documento también denominada "mezcla amasada") contiene un pigmento orgánico fino que tiene un tamaño de partícula primario pequeño.

La etapa de amasado puede llevarse a cabo utilizando 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 rodillos gemelos, un molino de rodillos triples y un molino de rodillos múltiples; extrusoras tales como una extrusora de un solo husillo y una extrusora de doble husillo; y amasadoras de tipo agitador tales como una mezcladora planetaria. Como amasadora de tipo agitador, puede mencionarse "TRIMIX" disponible de INOUE MFG., INC., y similares. Además, como extrusora, puede mencionarse la "amasadora KRC" 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 superior a 120 °C, y más preferiblemente no superior a 100 °C, desde el punto de vista de lograr una buena eficacia de pulverización y suprimir la evaporación de agua, y es también preferiblemente no inferior a 20 °C, y más preferiblemente no inferior a 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 no menos de 1 h, e incluso más preferiblemente no menos de 2 h, desde el punto de vista de una atomización facilitada del pigmento, y es también preferiblemente de no más de 15 h, más preferiblemente no más de 10 h e incluso más preferiblemente 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 realizarse, 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, agua y el compuesto básico soluble en agua que se usan en la presente invención se cargan en el dispositivo de amasado mencionado anteriormente o similar, y se amasan entre sí en el mismo. Desde el punto de vista de lograr una distribución de composición uniforme del agua y el compuesto básico soluble en agua en la mezcla que va a amasarse, la etapa de amasado incluye preferiblemente la etapa de mezclar entre sí 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 (a continuación en el presente documento también denominada "etapa 1-1"); y la etapa de amasar una mezcla preparada combinando la mezcla obtenida en la etapa 1-1, agua y el compuesto básico soluble en agua (a continuación en el presente documento también denominada "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.

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

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

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

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

20 La cantidad de combinación de agua en la mezcla que va a amasarse es preferiblemente de no menos de 2,5 partes en masa, más preferiblemente no menos de 3,5 partes en masa, incluso más preferiblemente no menos de 5,0 partes en masa y además incluso más preferiblemente no menos de 6,0 partes en masa, basándose en 100 partes en masa del disolvente orgánico soluble en agua, desde el punto de vista de una buena eficacia de pulverización, y es también preferiblemente de no más de 30 partes en masa, más preferiblemente no más de 21 partes en masa e incluso más preferiblemente no más de 9,0 partes en masa, basándose en 100 partes en masa del disolvente orgánico soluble en agua, desde el mismo punto de vista que se describió anteriormente.

25 La cantidad de combinación de agua en la mezcla que va a amasarse es preferiblemente de no menos de 3 partes en masa, más preferiblemente no menos de 5 partes en masa, incluso más preferiblemente no menos de 6 partes en masa y además incluso más preferiblemente no menos de 7 partes en masa, basándose en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima, desde el punto de vista de una buena eficacia de pulverización, y es también preferiblemente de no más de 35 partes en masa, más preferiblemente no más de 25 partes en masa, incluso más preferiblemente no más de 17 partes en masa y además incluso más preferiblemente no más de 11 partes en masa, basándose en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima, desde el mismo punto de vista que se describió anteriormente.

30 La cantidad de combinación de agua en la mezcla que va a amasarse es preferiblemente de no menos de 0,4 partes en masa, más preferiblemente no menos de 0,8 partes en masa e incluso más preferiblemente no menos de 1,0 partes en masa, basándose en 100 partes en masa de la cantidad total del pigmento orgánico de materia prima, la sal inorgánica soluble en agua y el disolvente orgánico soluble en agua, desde el punto de vista de una buena eficacia de pulverización, y es también preferiblemente de no más de 5 partes en masa, más preferiblemente no más de 3 partes en masa e incluso más preferiblemente no más de 1,5 partes en masa, basándose en 100 partes en masa de la cantidad total del pigmento orgánico de materia prima, la sal inorgánica soluble en agua y el disolvente orgánico soluble en agua, desde el mismo punto de vista que se describió anteriormente.

(Etapa 1-3)

35 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 etapa 1-2 anteriores, con un polímero.

60 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 usadas en la etapa 1-3 son preferiblemente las mismas que las ilustradas en la etapa 1 anterior.

65 El tiempo de amasado en la etapa 1-3 es preferiblemente de no menos de 0,25 h, más preferiblemente no menos de

0,5 h e incluso más preferiblemente no menos de 0,75 h, desde el punto de vista de una buena dispersabilidad del pigmento, y es también preferiblemente de no más de 5 h, más preferiblemente no más de 3 h e incluso más preferiblemente no más de 2 h, desde el punto de vista de una alta productividad.

5 (Polímero)

Puede usarse un polímero con el fin de lograr una buena dispersabilidad del pigmento. Los ejemplos del polímero incluyen poliésteres, poliuretanos y polímeros de vinilo. De estos polímeros, desde el punto de vista de una buena estabilidad en almacenamiento de la dispersión acuosa resultante, se prefieren polímeros de vinilo, y se prefieren más polímeros de vinilo obtenidos copolimerizando por adición al menos un monómero de vinilo seleccionado del grupo que consiste en un compuesto de vinilo, un compuesto de vinilideno y un compuesto de vinileno.

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

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

25 El polímero de vinilo contiene preferiblemente una unidad de constitución derivada del componente (a) y una unidad de constitución derivada del componente (b).

30 [Monómero aniónico: Componente (a)]

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

35 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 de 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.

40 [Monómero hidrófobo: Componente (b)]

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

50 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 (a continuación en el presente documento, también denominado "monómero aromático"). De estos monómeros, desde el punto de vista de una buena estabilidad de dispersión del pigmento, se prefiere el monómero aromático.

55 El monómero aromático es preferiblemente al menos un monómero seleccionado del grupo que consiste en un monómero a base de estireno y un (met)acrilato que contiene grupo aromático desde el punto de vista de la producción facilitada del polímero.

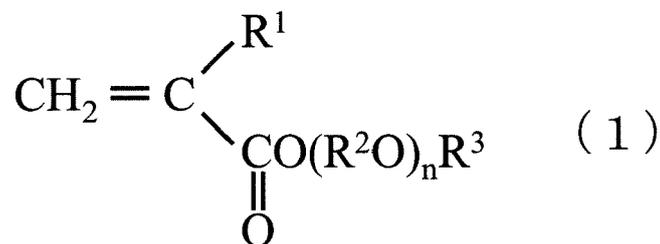
El monómero a base de estireno es más preferiblemente estireno desde el punto de vista de una buena disponibilidad.

60 El (met)acrilato que contiene 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 de monómero]

65 La mezcla de monómeros puede contener también, además de los componentes anteriores (a) y (b), los otros componentes de monómero. Los ejemplos de los otros componentes de monómero incluyen compuestos

representados por la siguiente fórmula general (1), macrómeros que contienen un grupo funcional polimerizable en un extremo terminal del mismo y que tienen un peso molecular promedio en número de 500 o más, etc.



En la fórmula (1), R¹ es un átomo de hidrógeno o un grupo metilo; R² es un grupo alcanodiilo que tiene 2 o 3 átomos de carbono; n representa un número promedio de unidades de constitución representadas por (R²O), y es un número de no menos de 1 y no más de 100; R³ es un átomo de hidrógeno o un grupo hidrocarburo que tiene de 1 a 24 átomos de carbono.

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

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

Los contenidos preferidos de las respectivas unidades de constitución derivadas de los componentes (a) y (b) en el polímero son los siguientes.

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

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

(Producción de 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 el mismo que el contenido preferido de las unidades de constitución 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 metiletilcetona (a continuación en el presente documento también denominada "MEK") desde los puntos de vista de producción facilitada del polímero y buena dispersabilidad del pigmento.

La polimerización puede llevarse a cabo en presencia de un iniciador de la polimerización conocido convencionalmente o un agente de transferencia de cadena conocido convencionalmente. 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 de iniciador de la polimerización, monómeros, disolvente, etc., que van a usarse. La temperatura de polimerización es preferiblemente no inferior a 50 °C y no superior a 80 °C, y el tiempo de polimerización es preferiblemente de no menos de 1 h y no más de 20 h. La polimerización se realiza preferiblemente en una atmósfera de un gas inerte tal como gas nitrógeno y argón.

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

5 El peso molecular promedio en peso del polímero es preferiblemente de no menos de 5000, y más preferiblemente no menos de 10 000, y también es preferiblemente de no más de 500 000, más preferiblemente no más de 400 000, incluso más preferiblemente no más de 300 000 y además incluso más preferiblemente 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 "JONCRIL" incluyendo "67", "68", "678", "680", "682", "683", "690" y "819" todos disponibles de BASF Japan, Ltd., etc.

10 (Agente neutralizante)

En la presente invención, en el caso en el que el polímero contiene un grupo aniónico, el grupo aniónico puede neutralizarse con un agente neutralizante. Los ejemplos del agente neutralizante usado para la neutralización incluyen bases tales como hidróxido de litio, hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, amoniaco y diversas aminas.

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

El grado de neutralización del polímero se calcula según la siguiente fórmula:

25
$$\text{Grado de neutralización (\% en moles)} = \left\{ \frac{\text{[masa (g) de agente neutralizante/equivalente en gramos de agente neutralizante]}}{\text{[índice de acidez (mg de KOH/g) de polímero} \times \text{masa (g) de polímero} / (56 \times 1000)]} \right\} \times 100.$$

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

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

35 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 no menos del 10 % en masa, y también es preferiblemente de no más del 50 % en masa, y más preferiblemente no más del 40 % en masa.

40 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 no menos de 20 partes en masa, basándose en 100 partes en masa del pigmento orgánico, desde el punto de vista de buena estabilidad en dispersión, y también es preferiblemente de no más de 100 partes en masa, y más preferiblemente no más de 60 partes en masa, basándose en 100 partes en masa del pigmento orgánico, desde el mismo punto de vista que se describió anteriormente.

45 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 no menos de 50 partes en masa e incluso más preferiblemente no menos de 100 partes en masa, basándose en 100 partes en masa del pigmento orgánico, desde el punto de vista de una buena eficacia de procesamiento, y es también preferiblemente de no más de 500 partes en masa, más preferiblemente no más de 300 partes en masa e incluso más preferiblemente no más de 250 partes en masa, basándose en 100 partes en masa del pigmento orgánico, desde el mismo punto de vista que se describió anteriormente.

[Etapa de limpieza (etapa 2)]

55 Desde el punto de vista de la eliminación facilitada de la sal inorgánica soluble en agua, el disolvente orgánico soluble en agua y el compuesto básico soluble en agua de la mezcla amasada, el procedimiento para producir un pigmento orgánico fino según la presente invención incluye preferiblemente la etapa de limpieza de la mezcla amasada (a continuación en el presente documento, también denominada "etapa de limpieza" o "etapa 2").

60 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 el agua que se usa en una cantidad suficiente para disolver la sal inorgánica soluble en agua y el disolvente orgánico soluble en agua contenido en la mezcla amasada, obteniendo 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 a partir del cual la sal inorgánica soluble en agua, el disolvente orgánico soluble en agua y el compuesto básico soluble en agua se eliminan (a continuación en el presente documento, también se le hace

65

referencia simplemente como "pasta de pigmento").

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, y aún más preferiblemente agua subterránea y una disolución acuosa de ácido mineral, desde el punto de vista de una buena economía.

(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, obteniendo de ese modo el pigmento orgánico fino en forma de un polvo.

[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 bien el pigmento orgánico fino en polvo obtenido a través de la etapa de secado anterior.

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 opcionalmente añadido al mismo. Además, el pigmento orgánico fino tiene un tamaño de partícula primario más pequeño que el del pigmento orgánico de materia prima. Por ejemplo, la razón del tamaño de partícula primario del pigmento orgánico fino con respecto al tamaño de partícula primario del pigmento orgánico de materia prima (tamaño de partícula primario del pigmento orgánico fino/tamaño de partícula primario del pigmento orgánico de materia prima) es preferiblemente de no más de 0,8, más preferiblemente no más de 0,5 e incluso más preferiblemente no más de 0,4, y desde el punto de vista de una buena eficacia de trabajo, la razón también es preferiblemente de no menos de 0,01, más preferiblemente no menos de 0,1 e incluso más preferiblemente no menos de 0,2.

El tamaño de partícula primario del pigmento orgánico fino puede variar dependiendo del tipo y las aplicaciones del pigmento. El tamaño de partícula primario del pigmento orgánico es de no menos de 10 nm, preferiblemente no menos de 20 nm y más preferiblemente no menos de 30 nm, y también de no más de 130 nm, preferiblemente no más de 60 nm, más preferiblemente no más de 55 nm, incluso más preferiblemente no más de 52 nm, e incluso además más preferiblemente no más de 49 nm.

Además, el tamaño de partícula primario del pigmento orgánico fino puede controlarse adecuadamente seleccionando apropiadamente 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 tiempo de amasado.

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

El pigmento orgánico fino obtenido mediante el procedimiento de producción de la presente invención puede usarse adecuadamente en aplicaciones tales como tintas para impresión por chorro de tinta y filtros de color, así como en aplicaciones tales como tintas de impresión distintas de aquellas para impresión por chorro de tinta, pinturas, artículos moldeados de resina coloreada y tóners para el desarrollo de imágenes latentes electrostáticas. De estas 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 de este tipo en el que se proyectan gotitas de tinta desde las boquillas y se permite que se adhieran a un medio de registro para obtener materiales impresos sobre los que se imprimen caracteres o imágenes.

[Producción de la dispersión]

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

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

(Etapa 3)

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

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

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

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

(Disolvente)

- 15 Los ejemplos del disolvente incluyen agua y un disolvente orgánico.

Los 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.

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

25 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.

- 30 (Agente de reticulación)

35 En la presente invención, para mejorar 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, tal como diglicidil éter de etilenglicol.

40 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 una tensión de cizalladura al mismo, desde el punto de vista de controlar bien el tamaño de partícula promedio de las partículas de pigmento obtenidas a un valor deseado.

45 Al someter la mezcla al tratamiento de dispersión preliminar, pueden usarse dispositivos de mezclado o agitación habituales, tales como cuchillas de anclaje y cuchillas de dispersión. Los ejemplos específicos de los dispositivos de mezclado o agitación preferidos incluyen mezcladoras de agitación de alta velocidad tales como "Ultra Disper", "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" todos disponibles de Primix Co., Ltd.

50 Como medio para aplicar una tensión de cizalladura a la mezcla en el tratamiento de dispersión sustancial, pueden usarse, por ejemplo, máquinas amasadoras tales como molinos de rodillos, amasadoras y extrusoras, homogeneizadores de alta presión de tipo homo-válvula tales como normalmente "homogeneizador de alta presión" disponible de Izumi Food Machinery Co., Ltd., homogeneizadores de alta presión de tipo cámara tales como "MICROFLUIDIZADOR" disponible de Microfluidics Corp., "Nanomizer" disponible de Yoshida Kikai Kogai Co., Ltd., y "Ultimizer" y "Starburst", ambos disponibles de Sugino Machine Ltd., y los dispersores de tipo de medios tales como un agitador de pintura y un molino de perlas. Los ejemplos de productos disponibles comercialmente de los dispersores de tipo de 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 o más de los mismos. Entre estos aparatos, los homogeneizadores de alta presión y los dispersores del tipo de medios se usan preferiblemente desde los puntos de vista de reducir el tamaño de partícula de las partículas de pigmento y estabilizar la dispersión.

60 El tratamiento de dispersión en la etapa 3 se lleva a cabo preferiblemente utilizando homogeneizadores de alta presión.

65 La temperatura en el tratamiento de dispersión es preferiblemente no inferior a 5 °C, y también es preferiblemente no superior a 50 °C, y más preferiblemente no superior a 35 °C, desde el punto de vista de lograr una alta

dispersabilidad del pigmento.

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

5 Cuando se usa el homogeneizador 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 no menos de 100 MPa e incluso más preferiblemente no menos de 120 MPa, y también es preferiblemente de no más de 600 MPa, más preferiblemente no más de 300 MPa e incluso más preferiblemente no más de 200 MPa.

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

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

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

25 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 no más del 70 % en masa e incluso más preferiblemente no más del 50 % en masa.

30 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 humectante, y puede usarse como tinta a base de agua.

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

35 [Producción de tinta (etapa 4)]

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

40 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.

40 Al realizar la etapa 4, es posible obtener una tinta a base de agua que tiene las propiedades de tinta deseadas, tales como concentración y viscosidad.

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

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

50 Los ejemplos específicos de los alquil éteres de alcohol polihidroxilado incluyen monoalquiléteres de dietilenglicol y monoalquiléteres de trietilenglicol. De estos compuestos, se prefiere monobutil éter de trietilenglicol.

55 Los ejemplos específicos de los acetatos de alquil éter de alcohol polihidroxilado incluyen PGMEA y BCA.

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

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

65 En la etapa 4, además del agua y el disolvente orgánico mencionados anteriormente, varios aditivos tales como un humectante, un agente humectante, un penetrante, un dispersante, un tensioactivo, un modificador de la viscosidad, un agente antiespumante, un agente antiséptico, un agente a prueba de moho y un agente de prevención del óxido pueden mezclarse en la dispersión.

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

<1> un procedimiento para producir un pigmento orgánico fino, que incluye la etapa 1 de amasar una mezcla preparada combinando entre sí (A) un pigmento orgánico de materia prima que contiene un átomo de oxígeno y un átomo de nitrógeno unido a un átomo de hidrógeno en una molécula del mismo, (B) una sal inorgánica soluble en agua, (C) un disolvente orgánico soluble en agua, (D) agua y (E) un compuesto básico soluble en agua, combinándose el agua (D) en una cantidad de no menos de 0,6 partes en masa y no más de 7,0 partes en masa basándose en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua, y combinándose el compuesto básico soluble en agua (E) en una cantidad de no menos de 1,5 partes en masa y no más de 35 partes en masa basándose en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima.

<2> El procedimiento según el aspecto <1>, en el que el átomo de nitrógeno unido a un átomo de hidrógeno es preferiblemente un átomo de nitrógeno contenido en al menos un grupo funcional seleccionado del grupo que consiste en un grupo amino, un grupo amida y un grupo imida, más preferiblemente un átomo de nitrógeno contenido en un grupo amino e incluso más preferiblemente un átomo de nitrógeno contenido en una amina secundaria.

<3> El procedimiento según el aspecto <1> o <2>, en el que el átomo de oxígeno contenido en el pigmento orgánico de materia prima es preferiblemente un átomo de oxígeno contenido en al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en éteres, ésteres, amidas, cetonas y aldehidos, y más preferiblemente un átomo de oxígeno contenido en cetonas.

<4> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <3>, en el que el pigmento orgánico de materia prima no contiene preferiblemente grupo amida.

<5> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <4>, en el que el pigmento orgánico de materia prima es preferiblemente al menos un pigmento seleccionado del grupo que consiste en pigmentos de quinacridona y pigmentos de dicetopirrolpirrol, y más preferiblemente un pigmento de quinacridona.

<6> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <5>, en el que el tamaño de partícula primario del pigmento orgánico de materia prima es preferiblemente de no más de 500 nm, más preferiblemente no más de 200 nm e incluso más preferiblemente no más de 100 nm, y también es, por ejemplo, de no menos de 60 nm.

<7> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <6>, 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.

<8> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <7>, 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.

<9> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <8>, 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 no menos de 20 g e incluso más preferiblemente no menos de 30 g, y también es preferiblemente de no más de 100 g, más preferiblemente no más de 60 g e incluso más preferiblemente no más de 40 g.

<10> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <9>, en el que la sal inorgánica soluble en agua es preferiblemente apenas soluble en el disolvente orgánico soluble en agua, y más preferiblemente insoluble sustancialmente en el disolvente orgánico soluble en agua.

<11> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <10>, 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 no más de 1 g.

<12> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <11>, en el que la sal inorgánica soluble en

- 5 agua está preferiblemente en forma de partículas, y el tamaño de partícula promedio de la sal inorgánica soluble en agua es preferiblemente no más de 1000 μm , más preferiblemente no más de 700 μm , incluso más preferiblemente no más de 400 μm , además incluso más preferiblemente no más de 200 μm , además incluso más preferiblemente no más de 50 μm y además incluso más preferiblemente no más de 20 μm , y es también preferiblemente de no menos de 0,1 μm , más preferiblemente no menos de 1 μm e incluso más preferiblemente no menos de 5 μm .
- <13> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <12>, en el que el disolvente orgánico soluble en agua es preferiblemente un compuesto a base de glicol o glicerol, y más preferiblemente dietilenglicol.
- 10 <14> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <13>, en el que la cantidad de combinación de agua es de no menos de 0,6 partes en masa, preferiblemente no menos de 0,8 partes en masa, más preferiblemente no menos de 1,1 partes en masa, incluso más preferiblemente no menos de 1,3 partes en masa y además incluso más preferiblemente no menos de 1,5 partes en masa, y también es de no más de 7,0 partes en masa, preferiblemente no más de 5,2 partes en masa, más preferiblemente no más de 3,0 partes en masa, incluso más preferiblemente no más de 2,4 partes en masa y además incluso más preferiblemente no más de 1,7 partes en masa, basándose en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua.
- 15 <15> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <14>, en el que el contenido de agua es de no menos de 0,6 partes en masa, preferiblemente no menos de 0,8 partes en masa, más preferiblemente no menos de 1,1 partes en masa, incluso más preferiblemente no menos de 1,3 partes en masa y además incluso más preferiblemente no menos de 1,5 partes en masa, y también es de no más de 7,0 partes en masa, preferiblemente no más de 5,2 partes en masa, más preferiblemente no más de 3,0 partes en masa, incluso más preferiblemente no más de 2,4 partes en masa y además incluso más preferiblemente no más de 1,7 partes en masa, basándose en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua.
- 20 <16> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <15>, en el que el agua combinada es preferiblemente al menos un agua seleccionada del grupo que consiste en agua corriente, agua sometida a intercambio iónico, agua subterránea y agua destilada, y más preferiblemente agua sometida a intercambio iónico.
- 25 <17> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <16>, en el que el compuesto básico soluble en agua es preferiblemente al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en hidróxido de potasio, hidróxido de sodio, óxido de calcio y óxido de magnesio, más preferiblemente al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en hidróxido de potasio e hidróxido de sodio e incluso más preferiblemente hidróxido de sodio.
- 30 <18> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <17>, en el que la cantidad de combinación del compuesto básico soluble en agua es de no menos de 1,5 partes en masa, preferiblemente no menos de 2,0 partes en masa, más preferiblemente no menos de 4,0 partes en masa, incluso más preferiblemente no menos de 5,5 partes en masa y además incluso más preferiblemente no menos de 7,0 partes en masa, y también es de no más de 35 partes en masa, preferiblemente no más de 18 partes en masa, más preferiblemente no más de 15 partes en masa, incluso más preferiblemente no más de 12 partes en masa y además incluso más preferiblemente no más de 9 partes en masa, basándose en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima.
- 35 <19> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <18>, en el que la cantidad de combinación del compuesto básico soluble en agua es preferiblemente de no menos de 10 partes en masa, más preferiblemente no menos de 22 partes en masa, incluso más preferiblemente no menos de 30 partes en masa, además incluso más preferiblemente no menos de 40 partes en masa y además incluso más preferiblemente no menos de 45 partes en masa, y también es preferiblemente de no más de 80 partes en masa, más preferiblemente no más de 65 partes en masa e incluso más preferiblemente no más de 50 partes en masa, basándose en 100 partes en masa de la cantidad total de agua y el compuesto básico soluble en agua.
- 40 <20> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <19>, en el que la etapa de amasado incluye preferiblemente las siguientes etapas 1-1 y 1-2:
- 45 etapa 1-1: mezclar el pigmento orgánico de materia prima, la sal inorgánica soluble en agua y el disolvente orgánico soluble en agua entre sí; y
- 50 etapa 1-2: amasar una mezcla preparada combinando la mezcla obtenida en la etapa 1-1, agua y el compuesto básico soluble en agua.
- 55 <21> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <20>, en el que la cantidad de combinación de la sal inorgánica soluble en agua es preferiblemente de no menos de 100 partes en masa, más preferiblemente no menos de 300 partes en masa e incluso más preferiblemente no menos de 400 partes en masa, y es también preferiblemente de no más de 3000 partes en masa, más preferiblemente no más de 1000 partes en masa e incluso más preferiblemente no más de 800 partes en masa, basándose en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima.
- 60
- 65

- 5 <22> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <21>, en el que la cantidad de combinación del disolvente orgánico soluble en agua es preferiblemente de no menos de 10 partes en masa, más preferiblemente no menos de 50 partes en masa e incluso más preferiblemente no menos de 100 partes en masa, y también es preferiblemente de no más de 500 partes en masa, más preferiblemente no más de 300 partes en masa e incluso más preferiblemente no más de 200 partes en masa, basándose en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima.
- 10 <23> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <22>, en el que la cantidad de combinación de agua es preferiblemente de no menos de 2,5 partes en masa, más preferiblemente no menos de 3,5 partes en masa, incluso más preferiblemente no menos de 5,0 partes en masa y además incluso más preferiblemente no menos de 6,0 partes en masa, y también es preferiblemente de no más de 30 partes en masa, más preferiblemente no más de 21 partes en masa e incluso más preferiblemente no más de 9,0 partes en masa, basándose en 100 partes en masa del disolvente orgánico soluble en agua.
- 15 <24> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <23>, en el que la cantidad de combinación de agua es preferiblemente de no menos de 3 partes en masa, más preferiblemente no menos de 5 partes en masa, incluso más preferiblemente no menos de 6 partes en masa y además incluso más preferiblemente no menos de 7 partes en masa, y también es preferiblemente de no más de 35 partes en masa, más preferiblemente no más de 25 partes en masa, incluso más preferiblemente no más de 17 partes en masa y además incluso más preferiblemente no más de 11 partes en masa, basándose en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima.
- 20 <25> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <24>, en el que la cantidad de combinación de agua es preferiblemente de no menos de 0,4 partes en masa, más preferiblemente no menos de 0,8 partes en masa e incluso más preferiblemente no menos de 1,0 partes en masa, y también es preferiblemente de no más de 5 partes en masa, más preferiblemente no más de 3 partes en masa e incluso más preferiblemente no más de 1,5 partes en masa, basándose en 100 partes en masa de la cantidad total del pigmento orgánico de materia prima, la sal inorgánica soluble en agua y el disolvente orgánico soluble en agua.
- 25 <26> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <25>, que incluye además preferiblemente la siguiente etapa 1-3:
- 30 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.
- 35 <27> El procedimiento según el aspecto <26>, en el que el polímero es preferiblemente un polímero aniónico.
- <28> El procedimiento según el aspecto <26> o <27>, en el que el polímero es preferiblemente un polímero de vinilo que se produce copolimerizando una mezcla de monómeros que contiene (a) un monómero aniónico y (b) un monómero hidrófobo.
- 40 <29> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <26> a <28>, en el que el peso molecular promedio en peso del polímero es preferiblemente de no menos de 5000 y más preferiblemente no menos de 10 000, y también es preferiblemente de no más de 500 000, más preferiblemente no más de 400 000, incluso más preferiblemente no más de 300 000 y además incluso más preferiblemente no más de 200 000.
- 45 <30> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <26> a <29>, 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 no menos del 10 % en masa, y también es preferiblemente de no más del 50 % en masa y más preferiblemente no más del 40 % en masa.
- 50 <31> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <26> a <30>, 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 no menos de 20 partes en masa, y también es preferiblemente de no más de 100 partes en masa y más preferiblemente no más de 60 partes en masa, basándose en 100 partes en masa del pigmento orgánico.
- 55 <32> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <26> a <31>, 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 no menos de 50 partes en masa e incluso más preferiblemente no menos de 100 partes en masa, y también es preferiblemente de no más de 500 partes en masa, más preferiblemente no más de 300 partes en masa e incluso más preferiblemente no más de 250 partes en masa, basándose en 100 partes en masa del pigmento orgánico.
- 60 <33> Un procedimiento para producir una pasta de un pigmento orgánico fino, que incluye las siguientes etapas 1 y 2:
- 65 etapa 1: amasar una mezcla preparada combinando entre sí (A) un pigmento orgánico de materia prima que

- contiene un átomo de oxígeno y un átomo de nitrógeno unido a un átomo de hidrógeno en una molécula del mismo, (B) una sal inorgánica soluble en agua, (C) un disolvente orgánico soluble en agua, (D) agua y (E) un compuesto básico soluble en agua, combinándose el agua (D) en una cantidad de no menos de 0,6 partes en masa y no más de 7,0 partes en masa basándose en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua, y combinándose el compuesto básico soluble en agua (E) en una cantidad de no menos de 1,5 partes en masa y no más de 35 partes en masa basándose en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima; y
- 5 etapa 2: limpiar la mezcla amasada obtenida en la etapa 1.
- 10 <34> El procedimiento para producir una pasta de un pigmento orgánico fino según el aspecto <33>, que incluye además preferiblemente la siguiente etapa 1-3:
- etapa 1-3: amasar la mezcla amasada obtenida en la etapa 1 con un polímero,
- 15 en el que la etapa 2 es una etapa de limpieza de la mezcla amasada obtenida en la etapa 1-3.
- <35> Un procedimiento para producir un pigmento orgánico fino en polvo, que incluye las siguientes etapas 1, 2 y 2-2:
- 20 etapa 1: amasar una mezcla preparada combinando entre sí (A) un pigmento orgánico de materia prima que contiene un átomo de oxígeno y un átomo de nitrógeno unido a un átomo de hidrógeno en una molécula del mismo, (B) una sal inorgánica soluble en agua, (C) un disolvente orgánico soluble en agua, (D) agua y (E) un compuesto básico soluble en agua, combinándose el agua (D) en una cantidad de no menos de 0,6 partes en masa y no más de 7,0 partes en masa basándose en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua, y combinándose el compuesto básico soluble en agua (E) en una cantidad de no menos de 1,5 partes en masa y no más de 35 partes en masa basándose en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima;
- 25 etapa 2: limpiar la mezcla amasada obtenida en la etapa 1 para obtener una pasta de un pigmento orgánico fino; y
- 30 etapa 2-2: someter adicionalmente la pasta del pigmento orgánico fino obtenido a través de la etapa 2 a secado y pulverización para obtener de ese modo el pigmento orgánico fino en polvo.
- <36> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <35>, en el que la razón del tamaño de partícula primario del pigmento orgánico fino con respecto al tamaño de partícula primario del pigmento orgánico de materia prima (tamaño de partícula primario de pigmento orgánico fino/tamaño de partícula primario de pigmento orgánico de materia prima) es preferiblemente de no más de 0,8, más preferiblemente no más de 0,5 e incluso más preferiblemente no más de 0,4, y también es preferiblemente de no menos de 0,01, más preferiblemente no menos de 0,1 e incluso más preferiblemente no menos de 0,2.
- 35 <37> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <36>, en el que el tamaño de partícula primario del pigmento orgánico fino es de no menos de 10 nm, preferiblemente no menos de 20 nm y más preferiblemente no menos de 30 nm, y también es de no más de 130 nm, preferiblemente no más de 60 nm, más preferiblemente no más de 55 nm, incluso más preferiblemente no más de 52 nm y además incluso más preferiblemente no más de 49 nm.
- 40 <38> Un procedimiento para producir una dispersión, que incluye la etapa de dispersar una mezcla que contiene el pigmento orgánico fino producido mediante el procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <37> y un disolvente.
- 45 <39> Un procedimiento para producir una dispersión, que incluye la siguiente etapa 3:
- 50 etapa 3: someter la pasta del pigmento orgánico fino producido mediante el procedimiento según el aspecto <33> o <34>, un disolvente orgánico y agua a tratamiento de dispersión.
- 55 <40> Un procedimiento para producir una dispersión, que incluye las siguientes etapas 1 a 3:
- etapa 1: amasar una mezcla preparada combinando entre sí (A) un pigmento orgánico de materia prima que contiene un átomo de oxígeno y un átomo de nitrógeno unido a un átomo de hidrógeno en una molécula del mismo, (B) una sal inorgánica soluble en agua, (C) un disolvente orgánico soluble en agua, (D) agua y (E) un compuesto básico soluble en agua, combinándose el agua (D) en una cantidad de no menos de 0,6 partes en masa y no más de 7,0 partes en masa basándose en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua, y combinándose el compuesto básico soluble en agua (E) en una cantidad de no menos de 1,5 partes en masa y no más de 35 partes en masa basándose en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima;
- 60 etapa 2: limpiar la mezcla amasada obtenida en la etapa 1 para obtener una pasta de un pigmento orgánico fino; y
- 65

etapa 3: someter la pasta del pigmento orgánico fino obtenido en la etapa 2, un disolvente orgánico y agua a tratamiento de dispersión.

<41> El procedimiento según el aspecto <39> o <40>, en el que el disolvente orgánico usado en la etapa 3 es preferiblemente al menos un disolvente seleccionado del grupo que consiste en acetona, metiletilcetona y acetato de monometil éter de propilenglicol.

<42> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <39> a <41>, en el que el tratamiento de dispersión se lleva a cabo preferiblemente usando un homogeneizador de alta presión.

<43> El procedimiento según el aspecto <42>, en el que la presión de tratamiento del tratamiento de dispersión es preferiblemente de no menos de 50 MPa, más preferiblemente no menos de 100 MPa e incluso más preferiblemente no menos de 120 MPa, y también es preferiblemente de no más de 600 MPa, más preferiblemente no más de 300 MPa e incluso más preferiblemente no más de 200 MPa.

<44> El procedimiento según el aspecto <42> o <43>, en el que el número de pases a través del homogeneizador es preferiblemente de no menos de 3, más preferiblemente no menos de 5 e incluso más preferiblemente no menos de 10, y también es preferiblemente de no más de 60, más preferiblemente no más de 40 e incluso más preferiblemente no más de 30.

<45> Un procedimiento para producir una tinta, que incluye la siguiente etapa 4:

etapa 4: mezclar la dispersión producida mediante el procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <38> a <44> con al menos un material seleccionado del grupo que consiste en agua y un disolvente orgánico.

<46> Un procedimiento para producir una tinta, que incluye las siguientes etapas 1 a 4:

etapa 1: amasar una mezcla preparada combinando entre sí (A) un pigmento orgánico de materia prima que contiene un átomo de oxígeno y un átomo de nitrógeno unido a un átomo de hidrógeno en una molécula del mismo, (B) una sal inorgánica soluble en agua, (C) un disolvente orgánico soluble en agua, (D) agua y (E) un compuesto básico soluble en agua, combinándose el agua (D) en una cantidad de no menos de 0,6 partes en masa y no más de 7,0 partes en masa basándose en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua, y combinándose el compuesto básico soluble en agua (E) en una cantidad de no menos de 1,5 partes en masa y no más de 35 partes en masa basándose en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima;

etapa 2: limpiar la mezcla amasada obtenida en la etapa 1 para obtener una pasta de pigmento;

etapa 3: someter la pasta del pigmento orgánico fino obtenida en la etapa 2, un disolvente orgánico y agua a tratamiento de dispersión para obtener una dispersión; y

etapa 4: mezclar la dispersión obtenida en la etapa 3 con al menos un material seleccionado del grupo que consiste en agua y un disolvente orgánico.

<47> El procedimiento según el aspecto <46>, en el que el disolvente orgánico usado en la etapa 4 es preferiblemente al menos un disolvente seleccionado del grupo que consiste en alcoholes polihidroxilados, alquil éteres de alcohol polihidroxilado, acetatos de alquil éter de alcohol polihidroxilado y compuestos heterocíclicos que contienen nitrógeno.

<48> El procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <45> a <47>, en el que el contenido sólido de la tinta resultante es preferiblemente de no menos del 1 % en masa, más preferiblemente no menos del 2 % en masa e incluso más preferiblemente no menos del 3 % en masa, y es también preferiblemente de no más del 30 % en masa, más preferiblemente no más del 20 % en masa e incluso más preferiblemente no más del 15 % en masa.

<49> Un pigmento orgánico fino producido mediante el procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <1> a <37>.

<50> Una dispersión producida mediante el procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <38> a <44>.

<51> Una tinta producida mediante el procedimiento según uno cualquiera de los aspectos <45> a <48>.

Ejemplos

En los siguientes ejemplos, etc., se midieron diversos valores numéricos y se evaluaron mediante los siguientes métodos.

(1) Medición del tamaño de partícula primario del pigmento

Se trató una dispersión obtenida añadiendo 0,05 g de polvo de pigmento a 50 g de etanol usando un limpiador ultrasónico "AU-16C" disponible de Aiwa Medical Industry Co., Ltd., durante 5 min. Se colocó la dispersión de pigmento resultante sobre una mesa de muestreo para un microscopio electrónico de transmisión (TEM) y se secó al aire, y luego se fotografió mediante TEM a un aumento de 1 a 100 000 veces para obtener una imagen de micrografía. A partir de la imagen obtenida, se muestrearon aleatoriamente 500 partículas de pigmento aproximadamente, y se midieron todas las partículas así muestreadas para determinar sus diámetros de eje mayor para calcular el valor promedio de los diámetros medidos que se definió como tamaño de partícula primario del pigmento.

(2) Medición del contenido sólido

Se cargó una placa de Petri con 10 g de sulfato de sodio anhidro secado y se ajustó con una barra de vidrio, y se pesó 1 g de una muestra y se añadió a la misma, y el contenido de la placa de Petri se mezcló con la barra de vidrio y luego 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 sólido de la muestra según la siguiente fórmula.

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

(3) Medición del tamaño de partícula promedio de la tinta

Se midió el tamaño de partícula promedio de las partículas en la tinta utilizando un sistema de análisis de partículas por láser "ELS-8000" disponible de Otsuka Electronics Co., Ltd., mediante análisis acumulativo (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 realizó la medición ajustando la concentración de la muestra que iba a medirse a aproximadamente 5×10^{-3} % en masa utilizando agua sometida a intercambio iónico.

(4) Medición del brillo

La impresión de imagen sólida se llevó a cabo sobre un papel de impresión ("PHOTO PAPER <GLOSSY> KA450PSK" disponible de Seiko Epson Corporation; brillo a 60°: 41) utilizando una impresora de tipo piezoeléctrico ("PX-A650" disponible de Seiko Epson Corporation) en las siguientes condiciones de impresión:

Tipo de papel: papel de impresión fotográfico; y

Modo establecido: Foto.

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

[Ejemplos 1 a 20, ejemplos de referencia 1 y 2 y ejemplos comparativos 1 a 8]

(Etapa de amasado)

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 1, se amasaron entre sí utilizando un amasador de dispersión "modelo TD0.5-3M" disponible de Toshin Co., Ltd., sin la aplicación de presión al mismo 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 °C hasta 60 °C. Además, se añadió a la amasadora una mezcla preparada mezclando previamente de manera uniforme agua sometida a intercambio iónico y un compuesto soluble en agua tal como se muestra en la tabla 1 (sin embargo, la mezcla puede ser una mezcla no uniforme cuando el compuesto básico soluble en agua se combinó en una cantidad tan grande que excedía la solubilidad del mismo), y se amasó el contenido de la amasadora en las mismas condiciones que se describieron anteriormente durante 3,0 h.

(Etapa de limpieza)

Se añadió la mezcla resultante a 3000 g de agua y se agitó durante 1 h. Se alimentó la dispersión resultante bajo una presión de 0,2 MPa a una cámara (capacidad de la cámara de filtración: 763 cm³; área de filtración: 513 cm²) de una prensa de filtro (prensa de filtro de tipo Yabuta) "modelo ROUND TESTER YTO-8" disponible de Yabuta Kikai Co., Ltd. A continuación, se alimentaron 50 l de agua bajo una presión de 0,2 MPa a la cámara para eliminar la sal inorgánica soluble en agua, el disolvente orgánico soluble en agua y el compuesto básico soluble en agua de la misma, y además el material resultante se prensó a una presión de 0,4 MPa para obtener de este modo una pasta

de pigmento.

(Etapa de secado)

- 5 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.

10 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 respectivos ejemplos y ejemplos comparativos que se muestran en la tabla 1, así como las propiedades de los mismos son tal como sigue.

[(A) Pigmento orgánico de materia prima]

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

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

- 20 A-3: PB15: 3 (azul de ftalocianina; "Heuco Blue 515303" disponible de Heubach Color Limited; tamaño de partícula primario: 95 nm)

[(B) Sal inorgánica soluble en agua]

- 25 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 ("Cloruro de sodio garantizado (reactivo)" disponible en Kishida Chemical Co., Ltd.; tamaño de partícula promedio: 500 µm)

- 30 [(C) Disolvente orgánico soluble en agua]

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

- 35 C-2: Polietilenglicol 600 (reactivo "First Grade" disponible de Sigma-Aldrich Japan K.K.)

[(E) Compuesto básico soluble en agua]

E-1: hidróxido de sodio

- 40 E-2: hidróxido de potasio

TABLA 1-1

	(A) Pigmento orgánico de materia prima		(B) Sal inorgánica soluble en agua		(C) Disolvente orgánico soluble en agua		(D) Agua sometida a intercambio iónico	
	Tipo	Cantidad de combinación (g)	Tipo	Cantidad de combinación (g)	Tipo	Cantidad de combinación (g)	Cantidad de combinación (g)	Partes en masa/(B) 100 partes en masa
Ejemplo 1	A-1	128	B-1	638	C-1	157	4,0	0,6
Ejemplo 2	A-1	128	B-1	638	C-1	157	8,0	1,3
Ejemplo 3	A-1	128	B-1	638	C-1	157	10,2	1,6
Ejemplo 4	A-1	128	B-1	638	C-1	157	17,7	2,8
Ejemplo 5	A-1	128	B-1	638	C-1	157	23,0	3,6
Ejemplo 6	A-1	128	B-1	638	C-1	157	41,3	6,5
Ejemplo 7	A-1	128	B-1	638	C-1	157	7,5	1,2
Ejemplo 8	A-1	128	B-1	638	C-1	157	10,2	1,6
Ejemplo 9	A-1	128	B-1	638	C-1	157	17,7	2,8
Ejemplo 10	A-1	128	B-1	638	C-1	157	23,0	3,6
Ejemplo 11	A-1	128	B-1	638	C-1	157	31,9	5,0
Ejemplo 12	A-1	128	B-1	638	C-1	157	31,9	5,0
Ejemplo 13	A-1	128	B-1	638	C-1	157	10,2	1,6
Ejemplo 14	A-1	128	B-1	638	C-1	157	10,2	1,6
Ejemplo 15	A-2	128	B-1	638	C-1	157	10,2	1,6
Ejemplo 16	A-1	128	B-1	638	C-1	157	10,2	1,6
Ejemplo 17	A-1	128	B-1	638	C-2	157	10,2	1,6
Ejemplo 18	A-1	72	B-1	716	C-1	161	11,5	1,6
Ejemplo 19	A-1	185	B-1	557	C-1	152	8,9	1,6
Ejemplo 20	A-1	128	B-2	638	C-1	157	10,2	1,6
Ejemplo comparativo 1	A-1	128	B-1	638	C-1	157	0,0	0,0
Ejemplo comparativo 2	A-1	128	B-1	638	C-1	157	2,6	0,4
Ejemplo comparativo 3	A-1	128	B-1	638	C-1	157	55,4	8,7
Ejemplo comparativo 4	A-1	128	B-1	638	C-1	157	0,0	0,0

Ejemplo comparativo 5	A-2	128	B-1	638	C-1	157	0,0	0,0
Ejemplo comparativo 6	A-3	128	B-1	638	C-1	157	0,0	0,0
Ejemplo comparativo 7	A-3	128	B-1	638	C-1	157	10,2	1,6
Ejemplo comparativo 8	A-1	128	B-2	638	C-1	157	0,0	0,0
Ejemplo de referencia 1	A-1	128	B-1	638	C-1	157	10,2	1,6
Ejemplo de referencia 2	A-3	128	B-1	638	C-1	157	10,2	1,6

TABLA 1-2

	(E) Compuesto básico soluble en agua			(E)/(D) + (E) (% en masa)	Tamaño de partícula primario nm
	Tipo	Cantidad de combinación (g)	Partes en masa/(A) 100 partes en masa		
Ejemplo 1	E-1	3,7	2,9	48	44
Ejemplo 2	E-1	7,2	5,6	47	35
Ejemplo 3	E-1	9,5	7,4	48	31
Ejemplo 4	E-1	16,4	12,8	48	34
Ejemplo 5	E-1	21,2	16,6	48	36
Ejemplo 6	E-1	38,4	30,0	48	46
Ejemplo 7	E-1	3,7	2,9	33	42
Ejemplo 8	E-1	3,7	2,9	27	40
Ejemplo 9	E-1	3,7	2,9	17	44
Ejemplo 10	E-1	3,7	2,9	14	45
Ejemplo 11	E-1	3,7	2,9	10	46
Ejemplo 12	E-1	9,5	7,4	23	47
Ejemplo 13	E-1	7,2	5,6	41	33
Ejemplo 14	E-1	16,4	12,8	62	32
Ejemplo 15	E-1	9,5	7,4	48	30
Ejemplo 16	E-2	9,5	7,4	48	40
Ejemplo 17	E-1	9,5	7,4	48	43
Ejemplo 18	E-1	5,3	7,4	32	32

Ejemplo 19	E-1	13,7	7,4	61	46
Ejemplo 20	E-1	9,5	7,4	48	45
Ejemplo comparativo 1	-	0,0	0,0	-	56
Ejemplo comparativo 2	E-1	2,4	1,9	48	49
Ejemplo comparativo 3	E-1	51,2	40,0	48	58
Ejemplo comparativo 4	E-1	3,7	2,9	100	55
Ejemplo comparativo 5	-	0,0	0,0	-	51
Ejemplo comparativo 6	-	0,0	0,0	-	65
Ejemplo comparativo 7	E-1	9,5	7,4	48	57
Ejemplo comparativo 8	-	0,0	0,0	-	65
Ejemplo de referencia 1	-	0,0	0,0	0	48
Ejemplo de referencia 2	-	0,0	0,0	0	56

Se confirmó que los pigmentos obtenidos en los ejemplos 1 a 20 tenían un tamaño de partícula primario más pequeño y por tanto eran mucho más finos en comparación con los obtenidos en los ejemplos comparativos 1 a 5 y 8. Además, a partir de la comparación entre los ejemplos comparativos 6 y 7 y el ejemplo de referencia 2, se confirmó que en el caso en el que el pigmento orgánico de materia prima usado no contenía un átomo de oxígeno y uno de nitrógeno unido a un átomo de hidrógeno en una molécula del mismo, no se lograron efectos de atomización notables.

[Ejemplo 21]

(Preparación de la pasta de pigmento)

Se realizó el mismo procedimiento que en la (etapa de amasado) y (etapa de limpieza) del ejemplo 3, obteniendo de ese modo una pasta 1 de pigmento que tenía un contenido sólido del 25 % en masa.

(Preparación de la dispersión de agua)

Se mezclaron entre sí seiscientos gramos (600 g) de la pasta 1 de pigmento, una disolución mixta que contenía 50 g de un polímero a base de ácido acrílico-estireno ("Joncryl 68" disponible de BASF; a continuación en el presente documento sucesivo, también denominado "J68") y 163 g de MEK, 24,7 g de una solución acuosa de hidróxido de sodio 5 N y 366 g de agua sometida a intercambio iónico para preparar una mezcla de los mismos. La mezcla resultante se mezcló usando una cuchilla dispersora a 20 °C a una velocidad de rotación de 7000 rpm durante 1 h, y se sometió además a un tratamiento de dispersión haciéndola pasar por un "MICROFLUIDIZADOR" disponible de Microfluidics Corp., 20 veces bajo una presión de 150 MPa. La dispersión resultante se mantuvo 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), obteniendo de ese modo una dispersión 1 acuosa que tenía un contenido sólido del 20 % en masa.

(Preparación del disolvente de tinta)

Se mezclaron uniformemente entre sí cinco gramos (5,0 g) de 1,2-hexanodiol (disponible de Tokyo Kasei Kogyo Co., Ltd.), 5,0 g de 2-pirrolidona (disponible de Wako Pure Chemical Industries Ltd.), 12,0 g de glicerol (disponible de Kao Corporation), 10,0 g de monobutil éter de trietilenglicol ("Butyl Triglycol" disponible de Nippon Nyukazai Co., Ltd.), 0,5 g de un tensioactivo a base de acetilenglicol "SURFYNOL 465" (disponible de Nissin Chemical Industry Co., Ltd.), 0,5 g de un tensioactivo a base de acetilenglicol "OLFINE E1010" (disponible de Nissin Chemical Industry Co., Ltd.), 0,3 g de un agente antiséptico "Ploxel XL2" (disponible de Avecia KK) y 26,7 g del agua sometida a intercambio iónico, preparando de ese modo un disolvente de tinta (a continuación en el presente documento también denominado "vehículo").

(Preparación de tinta)

Mientras se agitaban 40 g de la dispersión 1 acuosa, se añadieron 60 g del vehículo y se mezclaron en la misma, 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), obteniendo de ese modo una tinta 1.

[Ejemplo 22]

(Preparación de pasta de pigmento)

El pigmento orgánico de materia prima, la sal inorgánica soluble en agua y el disolvente orgánico soluble en agua tal como se muestra en el ejemplo 3 de la tabla 1 se amasaron entre sí utilizando una amasadora de dispersión "modelo TD0.5-3M" disponible de Toshin Co., Ltd., sin aplicación de 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 °C hasta 60 °C. Además, se añadió a la amasadora una mezcla preparada mezclando previamente de manera uniforme agua sometida a intercambio iónico y el compuesto básico soluble en agua tal como se muestra en el ejemplo 3 de la tabla 1, y se amasó el contenido de la amasadora en las mismas condiciones que se describieron anteriormente durante 2,0 h. Además, se añadió una disolución mixta que contenía 44,7 g de J68 y 104,3 g de DEG a la amasadora, y se amasó el contenido de la amasadora en las mismas condiciones que se describieron anteriormente durante 1,0 h. Se sometió la mezcla resultante al mismo procedimiento que en la (etapa de limpieza) del ejemplo 3, obteniendo de ese modo una pasta 2 de pigmento con un contenido sólido del 29 % en masa.

(Preparación de la dispersión de agua)

Se preparó una mezcla que contenía 600 g de la pasta 2 de pigmento, 141 g de MEK, 21,4 g de una disolución acuosa de hidróxido de sodio 5 N y 264 g de agua sometida a intercambio iónico. Se mezcló la mezcla resultante usando una cuchilla dispersora a 20 °C a una velocidad de rotación de 7000 rpm durante 1 h, y luego se sometió a

5 tratamiento de dispersión haciéndola pasar a través de un "MICROFLUIDIZADOR" disponible en Microfluidics Corp., 5 veces bajo una presión de 150 MPa. La dispersión resultante se mantuvo a presión reducida a 60 °C para eliminar MEK de la misma, y se sometió a filtración a través de un filtro (disponible en Fujifilm Corporation; membrana de acetilcelulosa; tamaño de poro: 5 μm), obteniendo de ese modo una dispersión 2 acuosa que tenía un contenido sólido del 20 % en masa.

(Preparación de tinta)

10 Mientras se agitaban 40 g de la dispersión 2 acuosa, se añadieron 60 g del vehículo mencionado anteriormente y se mezclaron en la misma, y se sometió la mezcla resultante a filtración a través de un filtro (disponible en Fujifilm Corporation; membrana de acetilcelulosa; tamaño de poro: 1,2 μm), obteniendo de ese modo una tinta 2.

Los resultados de evaluación de las tintas 1 y 2 resultantes se muestran en la tabla 2.

15 TABLA 2

		Tamaño de partícula de tinta	Brillo a 20°
Ejemplo 21	Tinta 1	101 nm	39
Ejemplo 22	Tinta 2	61 nm	65

20 Tal como se muestra en el ejemplo 21, se reconoció que cuando se produjo la tinta a base de agua usando la pasta de pigmento obtenida combinando agua y el compuesto básico soluble en agua tras amasar, fue posible obtener una tinta con un tamaño de partícula fino y un excelente brillo. Además, tal como se muestra en el ejemplo 22, se reconoció que cuando se produjo la tinta a base de agua usando la pasta de pigmento obtenida amasando la mezcla amasada obtenida combinando agua y el compuesto básico soluble en agua en la misma, con el polímero tras amasar, fue posible obtener una tinta que tenía un tamaño de partícula mucho más fino y un brillo más excelente.

25 **Aplicabilidad industrial**

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 tiene un tamaño de partícula primario de no menos de 10 nm y no más de 130 nm, que comprende la etapa 1 de amasar una mezcla preparada combinando entre sí (A) un pigmento orgánico de materia prima que comprende un átomo de oxígeno y un átomo de nitrógeno unido a un átomo de hidrógeno en una molécula del mismo, (B) una sal inorgánica soluble en agua, (C) un disolvente orgánico soluble en agua, (D) agua y (E) un compuesto básico soluble en agua, combinándose el agua (D) en una cantidad de no menos de 0,6 partes en masa y no más de 7,0 partes en masa basándose en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua, y combinándose el compuesto básico soluble en agua (E) en una cantidad de no menos de 1,5 partes en masa y no más de 35 partes en masa basándose en 100 partes en masa del pigmento orgánico de materia prima.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el agua se combina en una cantidad de no menos de 1,1 partes en masa basándose en 100 partes en masa de la sal inorgánica soluble en agua.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en el que el compuesto básico soluble en agua se combina en una cantidad de no menos del 10 % en masa y no más del 80 % en masa basándose en la cantidad total del agua y el compuesto básico soluble en agua.
4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el átomo de nitrógeno unido a un átomo de hidrógeno es un átomo de nitrógeno en un grupo amino.
5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el pigmento orgánico de materia prima es un pigmento de quinacridona.
6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la etapa de amasado 1 comprende la siguiente etapas 1-1 y 1-2:
 etapa 1-1: mezclar el pigmento orgánico de materia prima, la sal inorgánica soluble en agua y el disolvente orgánico soluble en agua entre sí; y
 etapa 1-2: amasar una mezcla preparada combinando la mezcla obtenida en la etapa 1-1, el agua y el compuesto básico soluble en agua.
7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, 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.
8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que el disolvente orgánico soluble en agua es un compuesto alifático que contiene no menos de 1 y no más de 3 grupos hidroxilo alcohólicos.
9. Procedimiento para producir una dispersión, que comprende la siguiente etapa tras las etapas definidas en la reivindicación 1:
 dispersar el pigmento orgánico fino y un disolvente.
10. Procedimiento para producir una tinta, que comprende la siguiente etapa tras las etapas definidas en la reivindicación 1:
 dispersar el pigmento orgánico fino y un disolvente.
11. Procedimiento para producir una pasta de un pigmento orgánico fino, que comprende la siguiente etapa 2 tras las etapas definidas en la reivindicación 1:
 etapa 2: limpiar la mezcla amasada obtenida.
12. Procedimiento para producir una pasta de un pigmento orgánico fino según la reivindicación 11, que comprende además la siguiente etapa 1-3:
 etapa 1-3: amasar la mezcla amasada obtenida en la etapa según la reivindicación 1, con un polímero, en el que la etapa 2 es una etapa de limpiar la mezcla amasada obtenida en la etapa 1-3.