



143865

P A T E N T E
D E
I N V E N C I Ó N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE PIGMENTOS DE LA SERIE DE LAS FTALOCIANINAS", a favor de la razón social italiana "MONTECATINI" Società Generale per l'Industria Mineraria ed Agricola, domiciliada en Milano (Italia), Via Principe Umberto, 18.

---ooOoo---

MEMORIA DESCRIPTIVA

Los colorantes de las ftalocianinas obtenidos según los métodos descritos en las diferentes patentes, generalmente no son utilizados para fines prácticos sin ser sometidos antes a un tratamiento especial de subdivisión para aumentar la brillantez de la tintura. Para este fin, se ha propuesto por ejemplo una trituración muy fina en presencia de soportes (por ejemplo sulfato de bario, etc.), o bien, cuando se trata de pigmentos puros y cristalizados, se ha propuesto disolverlos en ácido sulfúrico concentrado y precipitarlos nuevamente al estado amorfo, vertiendo la solución ácida en agua y hielo.

5.

10.



En este último caso se obtienen pastas que, después del lavado hasta neutralidad y adiciones eventuales de sustancias estabilizadoras o de dispersión, pueden ser empleadas directamente o bien ser transformadas en polvo mediante secado y trituración.

15.

Ahora bien, se ha encontrado que se pueden obtener pigmentos de concentración elevada y de un matiz muy brillante tratando ftalocianinas amorfas con ácido sulfúrico de concentración apropiada, sin recurrir a la solución del colorante

20.

en el ácido. Durante este tratamiento la temperatura es mantenida al nivel de la del medio ambiente o preferentemente más baja, no debiendo exceder de 40/50°C. La suspensión del colorante en el ácido, que al principio es muy fluida, se hace poco a poco viscosa, y el final de la reacción se caracteriza

25.

en que como producto final se obtiene una pasta verde-oscuro muy densa, que está constituida por el sulfato de la ftalocianina.

Si se hidroliza la masa así obtenida, o preferentemente, la pasta ácida - separada por filtración - , y se la vierte en agua y hielo, se obtiene el colorante bajo forma de microcristales intensamente coloreados de un azul puro. El pigmento microcristalino así obtenido posee excelentes propiedades físicas y ópticas, siendo superior al producto amorfo tanto bajo el punto de vista de intensidad como de la pureza del tono.

30.

El efecto del comportamiento de las ftalocianinas con relación al ácido sulfúrico era desde luego de prever, teniendo en cuenta la presencia supuesta de átomos de ázoe con función trivalente a combinaciones conjugadas; hasta el presente este efecto, no había sido observado aún y él representa una novedad

40.

con respecto al efecto de la aplicación de esta reacción que



- es de una importancia considerable para obtener pigmentos cuyas propiedades físicas y ópticas especiales son muy superiores a las de los pigmentos que se obtienen precipitando en el agua las soluciones en ácido sulfúrico. Antes del secado también puede añadirse a la pasta del pigmento microcristalino sustancias de estabilización y de dispersión, por ejemplo resinatos metálicos, etc., y de este modo se obtienen polvos muy flexibles y brillantes que tienen un poder colorante intenso.
- 45.
50. Ejemplo 1.- Se introducen a temperatura ordinaria 100 partes en peso de ftalocianina de cobre amorfo y bien triturada en 1000 a 1500 partes en peso de ácido sulfúrico a 60° Bé. La introducción se hace gradualmente y se agita a fondo la suspensión, que al principio es bastante flúida y de un color azul oscuro. Poco a poco la masa se hace viscosa, mientras
55. el color del compuesto sulfúrico del colorante cambia en verde oscuro. Después de agitar durante 2-4-horas, siempre a la temperatura del ambiente, se obtiene una pasta densa que es
60. vertida lentamente en cierta cantidad de agua fría, eventualmente con adición de hielo, de modo que se obtenga al final de la introducción una acidez de 5/10% del ácido sulfúrico. El sulfato del colorante se hidroliza separando el colorante, bajo forma microcristalina, de un color azul muy brillante y de una transparencia verdosa. Se lava la suspensión por decantación reiterada con agua hasta neutralidad.
- 65.

La pasta así obtenida puede ser empleada directamente como tal o bien se la puede secar y triturar eventualmente después de haber añadido sustancias de estabilización y de dispersión.

70. Ejemplo 2.- Se tratan 100 partes de ftalocianina de níquel



amorfa con 1500 partes de ácido sulfúrico a 60° Bé, en las condiciones descritas en el ejemplo 1. Se obtiene un pigmento de un azul verdoso de matiz muy brillante y de un poder colorante muy elevado.

75. Ejemplo 3.- Se tratan 100 partes de ftalocianina amorfa con 1500 partes de ácido sulfúrico a 60°Bé. a una temperatura de 0-20°C. en las condiciones expuestas en el ejemplo precedente. La pasta del colorante, lavada hasta neutralidad, es dilatada con agua a unas 4000 partes en volumen. Se agita y calienta a unos 50°C. y se mezcla todo con una solución hirviendo de 20 partes en peso de colofonia en 20 partes en volumen de sosa cáustica a 30°Bé y 200/500 partes de agua. Después de la adición de la solución del resinato, se calienta la mezcla a 70-80°C. y se añaden tantas partes de una solución de sulfato de aluminio a 10% hasta obtener una reacción ligeramente ácida al tornasol azul. Siguiendo removiendo la mezcla, se la lleva a ebullición y se la hace hervir poco a poco durante unos 20 minutos. A la terminación de la ebullición, se filtra, después de haber añadido eventualmente agua, hasta alcanzar aproximadamente el doble del volumen y se lava con agua fría hasta que el filtrado quede exento de sulfatos solubles. Luego se seca a 70/80°C., se tritura y pasa por el tamíz.
- 80.
- 85.
- 90.

Es evidente que se puede variar la cantidad del resinato a añadir, o emplear otras sustancias distribuidoras, por ejemplo sulforicinatos, etc.

Los polvos de este modo obtenidos son muy suaves, tienen un peso específico ligero, un grado elevado de intensidad colorante y de matiz brillante.

100. Ejemplo 4.- Se mezclan a una temperatura de 0-20°C, 100 partes en peso de ftalocianina de cobre bruta y pulverizada, confor-



- me se la obtiene por la fusión directa de anhídrido ftálico o de sus derivados en presencia de cobre o de compuestos de cobre y amidas de ácidos orgánicos u otras sustancias auxiliares, seguida por una extracción con ácido clorhídrico diluido y caliente así como con sosa cáustica diluida y caliente, con
105. 1500 partes en peso de ácido sulfúrico a 60°Bé. Después de haber removido durante unas 4 horas, se disuelve lentamente la masa densa con agua helada, de modo que la temperatura no sobrepase la del ambiente, hasta una concentración de 40-50% de
110. ácido sulfúrico. A continuación se filtra la masa sobre un filtro de piedra porosa, se lava con unas 1000 partes de ácido sulfúrico a 40-50%, se introduce la pasta ácida en 10-15.000 partes de agua y se lava hasta neutralidad por decantación y remezclados reiterados. Mediante un tratamiento ulterior de la pasta neutra con resinatos, llevado a cabo de la
115. misma manera que se ha indicado en los ejemplos anteriores, se obtiene el pigmento bajo forma de un polvo muy suave, brillante e intenso.

N O T A

- Es objeto de esta patente de invención que se solicita
120. "Procedimiento para la preparación de pigmentos de la serie de las ftalocianinas", que se caracteriza y define por las reivindicaciones siguientes que constituyen su novedad, y sobre las cuales ha de reacer la propiedad y explotación exclusiva:

125. 1.-Procedimiento de preparación de pigmentos de la serie de las ftalocianinas, caracterizado en tratar las ftalocianinas amorfas con ácido sulfúrico de concentración apropiada, de modo a formar los compuestos de adición respectivos con ácido sulfúrico, que quedan en forma de suspensión en el ácido.



130. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado en que el tratamiento con el ácido es efectuado a temperatura baja.
- 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado en filtrar y lavar con ácido de la misma concentración, la pasta ácida del sulfato del colorante que se ha formado.
135. 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1,2, y 3, caracterizado en que el sulfato del colorante es hidrolizado por la acción del agua con formación de colorantes de estructura microcristalina que ya no contienen ácido sulfúrico.
140. 5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1, 2, 3 y 4, caracterizado en que las patas del pigmento son transformadas en polvos ligeros y brillantes mediante secado, triturado y cribado.
- 6.- Procedimiento según las reivindicaciones 1, 2, 3 y 4, caracterizado en que las patas del pigmento son transformadas en polvos ligeros y brillantes, añadiendo sustancias de estabilización y de dispersión, como por ejemplo resinatos metálicos, secándolos después.
145. 7.- Procedimiento para la preparación de pigmentos de la serie de las ftalocianinas.
- 150.

La presente memoria consta de seis hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Barcelona, a 4 de Septiembre de 1937.

"MONTECATINI" Società Generale per
l'Industria Mineraria ed Agricola.

p.a. JAIME ISERN

D. P.

A handwritten signature in dark ink, appearing to read 'Jaime Isern', written over a horizontal line.