

P A T E N T E  
D E  
I N V E N C I O N

259458

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE DISPERSIONES ACUOSAS ESTABLES DE PIGMENTOS", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME, domiciliada en BASILEA (Suiza).

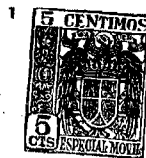
= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de dispersiones acuosas estables de pigmentos, que se caracteriza porque se mezcla una torta de filtración de pigmentos que contiene agua, con un dispersante exento de iones del tipo de los derivados de éter poliglicólico que es soluble en medio acuoso ácido hasta débilmente alcalino, si bien insoluble en álcalis acuosos concentrados, porque se adiciona a la mezcla obtenida tanto hidróxido alcalino que el dispersante se segrega de la solución acuoso-alcalina, formando una fase separada, porque

5.

10.



259458

se transforma el pigmento mediante elaboración mecánica en la fase de dispersante, porque se separa por su mayor parte la solución alcalina acuosa exenta de pigmentos que se forma, y porque se transforma el dispersante en una solución acuosa que contiene el pigmento en suspensión finamente dispersada.

5.

Como dispersantes exentos de iones se aplican en el presente procedimiento los del tipo de los derivados de éter poliglicólico que son solubles en medio acuoso ácido hasta ligeramente alcalino, pero insolubles en álcalis acuosos concentrados. Dispersantes exentos de iones de esta naturaleza son conocidos, o pueden ser preparados según métodos de por sí conocidos, por ejemplo mediante transposición de 5, 15, 30, 50, 75, 100, 150, o más moles de óxido de etileno y, eventualmente, de óxido de propileno con compuestos orgánicos insolubles en agua que presentan por lo menos un átomo de hidrógeno reactivo y un radical hidrófobo con por lo menos 8 átomos de carbono.

10.

15.

Se cita a título de ejemplo productos de condensación de óxido de etileno hidrosolubles de alcoholes monovalentes, alifáticos o cíclicos, de peso molecular más elevado, como alcohol laurílico, alcohol miristílico, alcohol cetílico, alcohol estearílico, alcohol oleílico, alcohol araquidílico, alcohol linoleílico, alcohol ricinólico, alcohol dihidrorricinólico; además alcoholes de cera, alcoholes de lanolina, alcoholes de resina, como alcohol hidroabietílico, o alcoholes de nafteno, de aminas de peso molecular más elevado, como cetilamina, octadecilamina, octadecnilamina, araquidilamina, behenilamina, diheptilamina, didocilamina, dioctadecilamina, metiloctadecilamina, aminas resinosas como hidroabietilamina, aminas aromático-alifáticas como la octodecil-p-toluidina, de alquilmercaptanos de peso molecular más elevado, como cetilmercaptano, dodecilmercaptano y hexadecilmer-

20.

25.

30.



259458

- captano, o de ácidos carboxílicos o amidas de ácidos carboxílicos de peso molecular más elevado, como ácido láurico, ácido palmítico, ácido ricinólico o ácido oleico, ácidos resínicos, o bien amidas de estos ácidos, además, de alquilfenoles, como
5. p-terciario amilfenol, isohexilfenol, p-octilo-terciario-fenol, timol, p-nonilfenol, isooctilresorcina 2,6-di-butilo-terciario-p-cresol, dodecilfenol, u octadecilfenol. Dispersantes de la naturaleza reseñada, particularmente apropiados para llevar a cabo el procedimiento son, por ejemplo, los productos de trans-
10. posición a base de 10, 15, 25 o 35 moles de óxido de etileno y 1 mol de alcohol hidroabietílico, 25 moles de óxido de etileno y 1 mol de aceite de ricino, 50 moles de óxido de etileno y 1 mol de dodecilmercaptano, 7,5 moles de óxido de etileno y 1 mol de p-octilo-terciario-fenol, 50 moles de óxido de etileno y
15. 1 mol de ácido oleico, 15 moles de óxido de etileno y 1 mol de di-butilo-terciario-p-cresol, 9,6 moles de óxido de propileno, 10,5 moles de óxido de etileno y 1 mol de p-octilo-terciario-fenol, 15 o 20 moles de óxido de etileno y 1 mol de p-nonilfenol, 25 moles de óxido de etileno y 1 mol de alcohol octadecílico, 15
20. moles de óxido de etileno y 1 mol de dodecilamina, 8 moles de óxido de etileno y 1 mol de oleilamina, 100 moles de óxido de etileno y 1 mol de una mezcla de alcoholes grasos (obtenida mediante reducción de grasa de coco), o 15 moles de óxido de etileno y 1 mol de p-octilo-terciario-fenol. También pueden ser
25. empleadas mezclas de dos o más dispersantes de esta naturaleza.

Para el presente procedimiento se recurre convenientemente a tortas de filtración de pigmentos que contienen agua, como se presentan en la fabricación, o en el acondicionamiento, de los colorantes de pigmento orgánicos. Así pueden ser utilizadas, por ejemplo, las tortas de filtración de pigmentos de

30.



259458

5. azocolorantes, colorantes de oxazina, colorantes de tina insolubles en agua, o de ftalocianinas de cobre, eventualmente halogenadas. Puesto que en el presente procedimiento los pigmentos entran en todo caso en contacto con soluciones acuosas de álcalis fuertes, son apropiados al efecto solamente pigmentos orgánicos alcalirresistentes.

10. Para llevar a cabo el procedimiento según la invención se procede, convenientemente, de tal modo que se mezcla la torta de filtración de pigmento que contiene agua en un apropiado aparato agitador o amasador con un dispersante exento de iones de la naturaleza indicada. Al efecto se puede utilizar por 1 parte en peso de pigmento seco, unas 0,5 a 2 o más partes en peso de dispersante. Preferiblemente se utiliza, por una parte, de pigmento 0,6 a 1,0 parte de dispersante. Tan pronto que se  
15. haya formado una pasta acuosa más o menos homogénea, a ésta se adiciona bajo amasamiento y, eventualmente, calentamiento a temperatura aumentada, vg. a 35 - 90°, lo suficiente de hidróxido alcalino para que se segregue el dispersante de la solución acuoso-alcalina, formando una fase separada. Para esta finalidad  
20. se utiliza hidróxidos alcalinos acuosos concentrados, por ejemplo lejía de sosa al 30 - 50%, o hidróxidos alcalinos en forma sólida, por ejemplo hidróxido potásico al 90% de tal manera que con el agua que procede de la torta de filtración es obtenida una solución de hidróxido alcalino al aproximadamente 8 - 20%.  
25. En virtud de esta modalidad operatoria el pigmento se convierte en la fase de dispersante insoluble en agua, formando entonces juntamente con el dispersante una masa plástica. Seguidamente se separa por su mayor parte el agua procedente de la torta de filtración con el álcali disuelto en la misma; una porción reducida de la solución acuosa de hidróxido alcalino queda remanente  
30.



259458

en forma dispersada en la fase de dispersante pigmentada insoluble en agua.

5. La transformación de la fase de dispersante insoluble en agua, pigmentada, en una solución acuosa que contiene el pigmento en suspensión finamente dispersada, puede tener lugar con arreglo al invento de manera que se neutraliza el álcali remanente en la masa de suspensión plástica, parcial o totalmente, con un ácido, por ejemplo ácido acético glacial, que se mezcla con la deseada cantidad de agua, y que se hace bajar la

10. temperatura eventualmente aumentada, otra vez a temperatura ambiente. Pero se puede transformar también la fase de dispersante mediante mera adición de agua en una solución acuosa que contiene el pigmento en suspensión finamente dispersada. Esto es el caso, particularmente, entonces, cuando la fase de dis-

15. persante inmediatamente antes de su retransformación en solución acuosa contiene solamente una cantidad reducida de hidróxido alcalino. El dispersante puede ser llevado en disolución también de manera que se adiciona a la masa plástica de suspensión un dispersante anionactivo, por ejemplo un sulfonato de alcohol graso, o 2-heptadecil-N-bencil-bencimidazol-disulfonato sódico, y diluyendo con agua.

25. Si las dispersiones de pigmentos acuosas, estables, obtenibles según la invención, han de contener, además del pigmento, aun ulteriores substancias permanentemente insolubles en agua, como resinas naturales o sintéticas, particularmente resinas de aminoplastos endurecibles, insolubles en agua, disolventes o plastificantes como ftalato de dioctilo, se incorporarán éstas substancias permanentemente insolubles en agua, ventajosamente, a la fase de dispersante insoluble en agua formada ya que en

30. en este caso queda garantizada con facilidad un mezclado perfec-

259458



- tamente homogéneo de los componentes. Las sustancias permanentemente insolubles en agua citadas pueden ser agregadas eventualmente asimismo, antes o durante la formación de la fase de dispersante insoluble en agua. Esto es ventajoso, particularmente entonces, cuando ni el dispersante exento de iones, ni la sustancia permanentemente insoluble, en agua, alcanzan cada uno por sí juntamente con el pigmento, para la formación de una masa de suspensión plástica fácilmente separable del agua concomitante. Después de la retransformación del dispersante de la masa de suspensión en una solución acuosa estas sustancias permanentemente insolubles en agua quedan, ya sea por sí solas, o comunmente con el pigmento, en forma finamente dispersada en la pasta de pigmentos acuosa, obtenible finalmente como producto final.
5. Como resinas de aminoplastos endurecibles insolubles en agua entran en consideración por ejemplo tales productos como son obtenidos de modo conocido mediante eterificación de metilolcompuestos de las sustancias que forman con formaldehído aminoplastos endurecibles de carácter amídico, como guanidina, diciandiamida, biureto, tiourea, y particularmente urea; además aminotriazinas con por lo menos dos grupos amino primarios aptos para reaccionar con formaldehído, como benzoguanamina, acetoguanamina, formoguanamina y, particularmente melamina, con alcoholes con 4 - 8 átomos de carbono, por ejemplo con alcohol amílico, alcohol hexílico, ciclohexanol, alcohol bencílico y, particularmente, n-butanol. Además se puede utilizar tales metilolcompuestos eterificados endurecibles insolubles en agua que aparte de radicales de éteres también contienen aun radicales acilo de ácidos carboxílicos de peso molecular más elevado con más que 8 átomos de carbono, como ácido pelargónico,
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



259458

láurico, mirístico, oleico, esteárico, o ácido graso de soja. Si están presentes radicales acilo de peso molecular más elevado de esta naturaleza, los compuestos también pueden derivarse de éteres metilólicos con alcoholes hidrosolubles de peso molecular bajo con vg. 1 o 2 átomos de carbono, por ejemplo de éteres metilolmetílicos. La preparación de compuestos metilólicos esterificados endurecibles, insolubles en agua, es también conocido. Por consiguiente, se puede recurrir para el presente procedimiento, eventualmente, tanto a tales metilolcompuestos esterificados endurecibles, insolubles en agua, de substancias de carácter amídico, que con formaldehído forman aminoplastos, en las que el átomo de nitrógeno de por lo menos un grupo de metilol están enlazado con un radical hidrocarburo con 4 a 8 átomos de carbono, como asimismo a aquellas en las que un átomo de oxígeno de por lo menos un grupo metilólico están enlazado con un radical hidrocarburo con 1, 2, o más, vg. con 3 a 4 átomos de carbono, y un átomo de oxígeno de por lo menos un grupo de metilol ulterior a un grupo acilo de un ácido graso que presenta más de 8 átomos de carbono.

20. En los ejemplos siguientes, las partes significan partes en peso y los porcentajes tantos por ciento en peso. Las temperaturas están indicadas, como en la descripción anterior en grados Celsius.

EJEMPLO 1.

25. 1086 partes de una torta de filtración acuosa que contiene 18,4% de 4,4'-7,7'-tetracloro-tioíndigo (correspondientes a 200 partes de pigmento puro) son mezcladas en una amasadora con 350 partes de un dispersante exento de iones que ha sido preparado mediante acumulación escalonada de,

30.



# 259458

- primero, 9,6 moles de óxido de propileno y, se  
guidamente, 10,5 moles de óxido de etileno a  
1 mol de p-octilo-terciario-fenol. Después de  
algún tiempo de amasamiento, es obtenida una  
pasta homogénea fluida. Después de la adición de  
de lejía de sosa acuosa al 30% la pasta se divide  
en dos fases insolubles una en la otra. Bajo  
amasamiento ulterior y simultáneo calentamiento  
a 60° finalmente se apelotonan pigmento y dis-  
persante en una masa pringosa insoluble en agua.  
Después de decantar  
del líquido acuoso intensamente alcalino se  
obtiene  
de masa de suspensión que quedan remanentes en la  
amasadora. Entonces el álcali que ha quedado  
en la masa de suspensión es neutralizado con  
de ácido acético glacial y se obtiene, después  
de dilución con  
de agua,  
de una pasta de pigmento homogénea, finamente  
dispersa de un 20% de contenido en pigmento.

## EJEMPLO 2.

- de una torta de filtración acuosa que contiene  
37,7% (= 200 partes) de beta-ftalocianina de  
cobre son mezcladas en una máquina amasadora con  
de un dispersante exento de iones preparado  
mediante acumulación de 7,5 moles de óxido de  
etileno a 1 mol de p-octilo-terciario-fenol,  
formando una pasta homogénea.



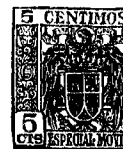
250458

Después de la adición de

- 20 partes de lejía de sosa acuosa al 30% y paulatino calentamiento a 80° se presenta la división de fases, y el pigmento se transforma, por unión con el dispersante que se ha vuelto insoluble en agua, en una masa plástica. Después de decantar
5. 135 partes de solución alcalina acuosa quedan remanentes en la amasadora
- 430 partes de masa de suspensión. 199 partes de agua se han evaporado durante el proceso de amasamiento.
10. La masa de suspensión contiene, como se puede verificar mediante titulación, aun aproximadamente 2 partes de hidróxido sódico. Mediante adición de
- 50 partes de 2-heptadecil-N-bencil-bencimidazol-disulfonato sódico y diluación con
15. 320 partes de agua son obtenidas sin neutralización
- 800 partes de una pasta de pigmentos acuosa finamente dispersa.

E J E M P L O 3.

20. 705 partes de una torta de filtración de pigmentos que contiene 34% (= 240 partes) de ftalocianina de cobre clorada, son mezcladas en un aparato amasador con
- 240 partes de un dispersante que ha sido obtenido mediante acumulación de 15 moles de óxido de etileno a 1 mol de alcohol hidroabietílico. Después de un breve tiempo es obtenida una pasta fluida, no obstante no del todo homogénea. Entonces son adicionadas
25. 200 partes de lejía de sosa al 30%, a cuyo efecto la pasta se divide inmediatamente en dos fases. Al amasar
30. ulteriormente, el pigmento pasa paulatinamente en



259458

- la fase de dispersante y al cabo de algún tiempo son obtenidas dos fases separadas, o sea
5. 750 partes de una masa plástica blanda que contiene el pigmento, el dispersante y aun 270 partes de una lejía de sosa acuosa al aproximadamente 9%, y una fase líquida consistente en
10. 395 partes de lejía de sosa al 9%. Esta última es eliminada seguidamente del aparato amasador. Para la concentración ulterior de la masa de suspensión se amasa ulteriormente varias veces con cada vez 500 partes de lejía de sosa al 20%. A consecuencia de ello la masa de suspensión acaba por disminuirse a 550 partes, 240 de ellas son pigmento, 240 dispersante y 70 lejía de sosa al 20%.
15. Si se utiliza para el lavado de la torta de masa de suspensión, lejía de sosa con una concentración más alta que el 20%, entonces el peso de la masa de amasamiento ya no puede ser disminuído ulteriormente; no obstante, en este caso queda remanente,
20. en virtud de la concentración de lejía más elevada, finalmente, más hidroxido sódico en la masa de amasamiento.
25. Si se utiliza, en cambio, para el lavado lejía de concentración más reducida, entonces la masa de suspensión aumenta otra vez en peso.
30. Con lejía de sosa al 15% se obtienen por ejemplo 580 partes de masa de suspensión y de ellas 100 partes son de lejía de sosa; con lejía al 10%, por ejemplo se obtienen 640 partes de masa de suspensión de las cuales, 160 partes son de lejía de sosa. De ello resulta que la lejía al



258458

20% representa una concentración óptima, porque en este caso la cantidad de hidróxido sódico remanente en la masa pasa por un mínimo.

Mediante neutralización con

5. 21 partes de ácido acético glacial y dilución con  
429 partes de agua, se obtiene finalmente  
1000 partes de una dispersión en extremo finamente dispersada del pigmento en forma de una pasta viscosa homogénea que contiene 24% de pigmento y 24% de dispersante. La dispersión puede ser utilizada, por ejemplo, juntamente con aglutinantes apropiados para la tintura y estampación de textiles.

15. En lugar del dispersante exento de iones a base de 1 mol de alcohol hidroabietílico y 15 moles de óxido de etileno también se puede utilizar uno tal a base de 1 mol de dodecilamina y 15 moles de óxido de etileno, o uno de 1 mol de alcohol octadecílico y 25 moles de óxido de etileno.

EJEMPLO 4.

20. 470 partes de una torta de filtración de pigmentos que contiene 34% (= 160 partes) de ftalocianina de cobre clorada, son amasadas en un aparato amasador con  
160 partes de un producto de condensación (dispersante) a base de 1 mol de oleilamina y 8 moles de óxido de etileno, bajo adición de  
25. 183 partes de lejía de sosa al 30%. Se forma al principio una masa plástica blanda consistente en dos fases que no se altera sin aumento de temperatura, tampoco durante amasamiento ulterior. Ahora bien, si la  
30. temperatura mediante calentamiento del aparato ama-

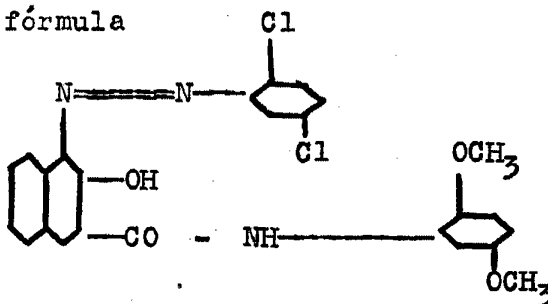


253458

5. sador es paulatinamente aumentada, entonces se convierte a unos 70° por apilotonamiento la fase oleaginosa que contiene el producto de condensación (dispersante) y el pigmento, bajo salida de lejía de sosa acuosa, en una masa amasable, blanda. Se decanta sin previo enfriamiento.
- 173 partes de lejía de sosa acuosa al aproximadamente 11%, mientras que quedan en el aparato
- 640 partes Después de amasar dos veces con cada vez
10. 300 partes de lejía de sosa al 30% a 35 - 50°, y decantar cada vez la fracción acuosa, se disminuye el peso de la masa plástica con salida de ulteriores cantidades de lejía de sosa, finalmente, a
- 380 partes La masa, así obtenida, consiste en 160 partes de pigmento, 160 partes de dispersante y 60 partes de lejía de sosa al 27%. Al final se neutraliza con
15. 24 partes de ácido acético glacial y se ajusta el peso de la masa plástica mediante dilución con agua a
- 640 partes Se obtiene una masa verde, viscosa, que contiene
20. 25% del pigmento en dispersión extraordinariamente fina.

EJEMPLO 5.

25. 363 partes de una torta de filtración de pigmentos que contiene 36,3% (= 132 partes) del colorante pardo de fórmula



son mezcladas juntamente con



259458

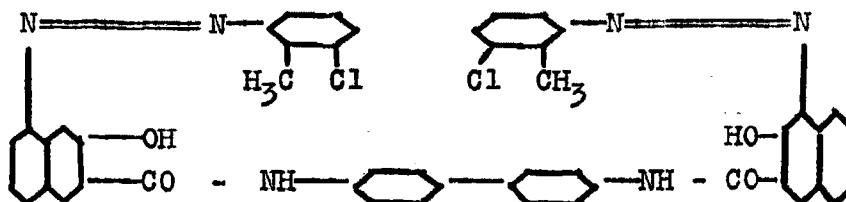
- 80 partes de un dispersante exento de iones que ha sido preparado mediante acumulación de 25 moles de óxido de etileno a 1 mol de aceite de ricino, y
5. 200 partes de lejía de sosa al 30% en un aparato amasador. Se forman inmediatamente dos fases: una masa pastosa a base de pigmento y dispersante que es insoluble en la otra, consistente en lejía de sosa acuosa. Después de decantadas
- 393 partes de lejía de sosa acuosa, quedan en la amasadora
10. 250 partes de masa de suspensión que contienen, aparte del pigmento y el dispersante, aun 38 partes de lejía de sosa acuosa.
- Esta masa es lavada mediante amasamiento de dos veces con cada vez 200 partes de lejía de sosa al
15. 15% , obteniendo finalmente
- 258 partes de masa de suspensión terminada, consistente en 51,1% de pigmento, 31,0% de dispersante y 17,9% de solución de hidróxido sódico acuosa. Después de neutralización con
20. 20 partes de ácido acético glacial y adición de
- 122 partes de agua se obtiene finalmente
- 400 partes de una pasta de pigmentos muy finamente dispersa que contiene 33% de pigmento que puede ser potestativamente diluída con agua y ser utilizada, por
25. ejemplo, juntamente con apropiados aglutinantes para la tintura y estampación de textiles. En lugar del dispersante exento de iones a base de 1 mol de aceite de ricino y 25 moles de óxido de etileno, puede ser utilizado uno de 1 mol de oleilamina y 8 moles de óxido de etileno.
- 30.



259458

E J E M P L O 6.

231 partes de una torta de filtración de pigmentos que contiene 43,2% (=100 partes) del pigmento rojo de fórmula



son mezcladas con

70 partes de un dispersante exento de iones que ha sido preparado por acumulación de 50 moles de óxido de etileno a 1 mol de dodecil-mercaptano, en un aparato amasador a unos 50°. En breve tiempo es obtenida una pasta acuosa fluida, homogénea.

Después de adicionadas

10. 66 partes de lejía de sosa al 30% son obtenidas en el acto dos fases y el pigmento comienza a pasar en la fase insoluble en agua. Después de algún tiempo se ha formado bajo amasamiento continuo a base de pigmento y dispersante una masa compacta, pudiendo ser decantadas.

15. 120 partes de lejía de sosa al 9% exenta de pigmentos. Se lava posteriormente otra vez durante unos cuantos minutos con

20. 500 partes de lejía de sosa al 15%, obteniendo, después de decantado el líquido,

215 partes de una masa plástica que contiene el pigmento, el dispersante y todavía unas 45 partes de lejía acuosa. Después de la neutralización con

10 partes de ácido acético glacial y dilución con

25. 175 partes de agua se obtiene finalmente

400 partes de una pasta viscosa que contiene 17,5% del disper-

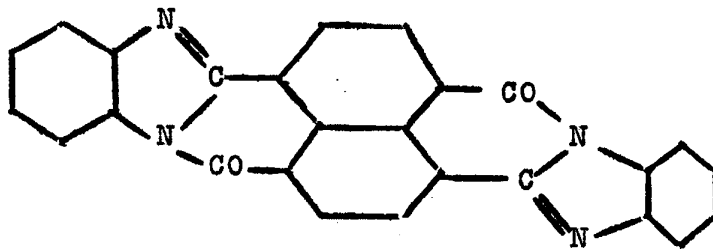


259458

sante exento de iones y 25% de pigmento en forma finamente dispersa.

EJEMPLO 7.

5. 343 partes de una torta de filtración de pigmentos que contiene 29,2% (= 100 partes) del pigmento de fórmula



10. son mezcladas en un aparato amasador con 100 partes de un dispersante exento de iones que ha sido obtenido por acumulación de 50 moles de óxido de etileno a 1 mol de ácido oleico. Se obtiene una pasta fluida. A ella entonces son adicionadas 50 partes de hidróxido potásico al 90%. Después del calentamiento a 60° empieza a apilonarse el pigmento con el dispersante bajo, formando una masa plástica. Después de algún tiempo se puede decantar 15. 135 partes de lejía potásica acuosa. Después de la adición de ulteriores 40 partes del dispersante exento de iones, antes mencionado, la masa plástica es lavada sucesivamente cada vez una vez con 20. 400 partes de lejía potásica al 15%, y con 400 partes de lejía potásica al 20%, mediante amasamiento a aproximadamente 50°. Después de decantado el líquido de lavado se obtiene al final 334 partes de masa de suspensión que contiene aparte del



208458

pigmento y del dispersante, todavía 94 partes de lejía potásica al aproximadamente 20%. Se neutraliza por adición de

12 partes de ácido acético glacial, ajustando finalmente por dilución con

5.

154 partes de agua a un peso final de

500 partes Se obtiene una masa de pigmento finamente dispersa, conteniendo 20% de pigmento que puede ser utilizada, juntamente con aglutinantes apropiados, para la tintura y estampación de textiles.

10.

EJEMPLO 8.

580 partes de una torta de filtración de pigmentos que contiene 41,3% (= 240 partes) del pigmento a base de 2,5-dicloroanilina diazotada y o-metoxifenilamida de ácido 2,3-oxinaftoico, son mezcladas, juntamente con

15.

40 partes de un dispersante que ha sido obtenido por acumulación de 15 moles de óxido de etileno a 1 mol de di-butilo-terciario-p-cresol,

100 partes de lejía de sosa al 30%, y

20.

170 partes de una solución al 75% en n-butanol de un producto de condensación de formaldehido y melamina eterificado con n-butanol, en un aparato amasador. Con amasamiento continuo el pigmento se une con el dispersante y la resina de melamina en una masa blanda plástica. Al cabo de algún tiempo puede ser decantada la mayor parte del agua contenida primitivamente en la torta de filtración, juntamente con una porción respectiva de la lejía de sosa. Después de lavada una sola vez con

25.

30.



252452

- 500 partes de lejía de sosa al 15% se obtiene una masa de suspensión compacta, muy bien amasable. Entonces se adiciona ulteriores
5. 100 partes del dispersante exento de iones antes mencionado, se amasa el conjunto para que forme una masa homogénea, lavando posteriormente otra vez con ulteriores,
- 500 partes de lejía de sosa al 15%. La lejía es decantada y la masa fluyente remanente en el amasador es neutralizada con
10. 50 partes de ácido acético glacial. Al final la masa es diluída por adición de agua, bajo amasamiento ulterior, a
- 1000 partes Se obtiene una dispersión acuosa estable, finamente dispersa que contiene 24% de pigmento, unos 13% de resina de laca, 14% de dispersante y 49% de agua. El butanol, primitivamente contenido en la resina de laca es extraído casi totalmente durante el proceso de Flush y el subsiguiente lavado de manera que la dispersión al final prácticamente ya no contiene disolventes volátiles.
15. 20. El producto de condensación de formaldehído y melamina en n-butanol, eterificado con n-butanol antes mencionado, puede ser obtenido de modo conocido, por ejemplo mediante eterificación de un producto de condensación a base de 1 mol de melamina y unos 4 moles de formaldehído con un exceso de n-butanol y subsiguiente concentración de la solución obtenida a un contenido seco de aproximadamente 75%.
25. 30.



259458

EJEMPLO 9.

- 918 partes de la torta de filtración de pigmentos descrita en el ejemplo 5 (= 333,3 partes de pigmento seco) son mezcladas con
5. 200 partes de un dispersante exento de iones que ha sido obtenido por acumulación de óxido de etileno a una mezcla de alcohol graso (obtenida mediante reducción de grasa de coco), y con
10. 500 partes de lejía de sosa al 30% en un aparato amasador. Se forman en seguida dos fases de las que una consiste en lejía de sosa acuosa, la otra en una masa que contiene todavía lejía acuosa que contiene la totalidad del pigmento y el dispersante exento de iones. Mediante amasamiento ulterior puede ser
15. unida la fase pastosa en una masa coherente de manera que la lejía de sosa acuosa, segregada por el amasamiento, puede ser fácilmente eliminada mediante decantación. Al efecto se produce, en tanto
20. que el dispersante exento de iones utilizado haya sido obtenido mediante acumulación de menos que aproximadamente 30 moles de óxido de etileno, por ejemplo 10 o 20 moles de óxido de etileno por mol de alcohol graso, el apelotonamiento ya dentro
25. de un tiempo breve a temperatura ambiente ( unos 20°). Si se utiliza, en cambio, un dispersante que contiene más, por ejemplo 35 o 100 moles de óxido de etileno por mol de alcohol graso, entonces, con la finalidad de causar un apelotonamiento de la masa de suspensión, se ha de calentar a temperaturas más altas, por ejemplo a 60 = 70°.
- 30.



259458

Después de decantada la lejía de sosa acuosa, la masa plástica es enérgicamente amasada aun dos veces a temperatura ambiente con cada vez 500 partes de lejía de sosa al 15%, a cuyo efecto la lejía de sosa acuosa, después de cada proceso de lavado, es eliminada por decantación. En la amasadora quedan finalmente remanentes

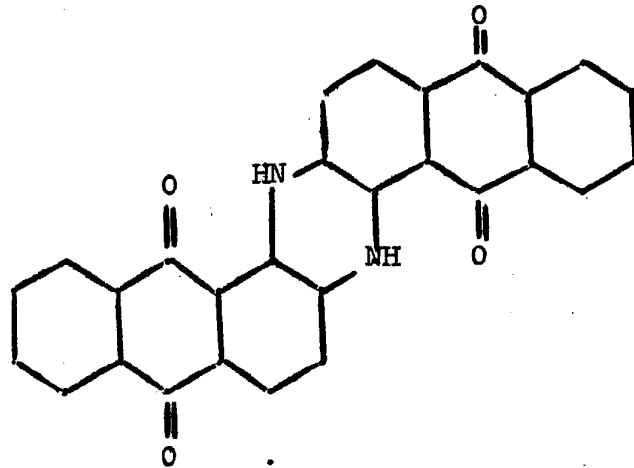
650 partes de una masa plástica blanda que es neutralizada mediante adición de aproximadamente

50 partes de ácido acético glacial y diluida por adición de 300 partes de agua a,

1000 partes Se obtiene una masa viscosa que contiene 33,3% del colorante de pigmento pardo finísimamente dispersado que puede ser potestativamente diluido con agua, pudiendo ser utilizado por ejemplo juntamente con aglutinantes apropiados, para la tintura de papel en la masa, para estampación o teñido de textiles o cuero, o bien para la preparación de colorantes de pintura de dispersión.

EJEMPLO 10.

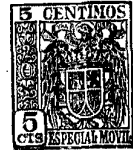
976 partes de una torta de filtración de pigmentos que contiene 21,3% (= 208 partes) del pigmento azul de fórmula





259458

- son amasadas en un aparato amasador juntamente con  
210 partes de una solución aproximadamente al 75% de un pro-  
ducto de condensación de formaldehído y melamina  
en n-butanol eterificado con n-butanol,
5. 55 partes de xileno,  
140 partes de un dispersante exento de iones que ha sido prepa-  
rado por acumulación de 15 moles de óxido de etile-  
no a un mol de p-octilo-terciario-fenol, y  
50 partes de lejía de sosa al 30%.
10. Al cabo de algún tiempo se obtiene la masa de  
suspensión que contiene pigmento, dispersante y  
solución resinosa como masa blanda, plástica, de la  
cual puede ser fácilmente decantada una parte de  
lejía acuosa que ya no contiene ningún pigmento.
15. La masa de suspensión es lavada dos veces por  
amasamiento a fondo con cada vez 500 partes de  
lejía de sosa al 15%, decantando cada vez la lejía  
de la pasta de pigmento que se va haciendo cada vez  
más compacta. Finalmente se obtiene
20. 650 partes de masa de suspensión que contiene además de pigmen-  
to, dispersante, resina de melamina y xileno, aun  
aproximadamente 90 partes de lejía de sosa al 15%.  
Se neutraliza mediante adición de  
20 partes de ácido acético glacial y se diluye, añadiendo
25. 152 partes de agua bajo continuo amasamiento ulterior. Al final  
se obtiene
- 832 partes de una dispersión acuosa que contiene pigmento y  
solución resinosa de melamina, como pasta viscosa,  
potestativamente diluible con agua. Esta puede ser  
utilizada, juntamente con aglutinantes apropiados,  
para la tintura y estampación de textiles.
- 30.



259458

EJEMPLO 11.

- 1388 partes de una torta de filtración de pigmentos que contiene 14,4% (= 200 partes) de alfa-ftalocianina de cobre son amasadas en un aparato amasador con
5. 180 partes de una solución al aproximadamente 75% de un producto de condensación de formaldehído y melamina en butanol, eterificado con n-butanol,
- 140 partes del dispersante exento de iones utilizado en el ejemplo 3,
10. 60 partes de m-xileno, y
- 200 partes de lejía de sosa al 30%. Después de la copulación que se presenta espontáneamente, de pigmento, dispersante, resina de melamina y xileno, en una masa plástica, la solución acuosa que contiene la mayor parte del agua contenida en la torta de filtración de pigmentos y lejía de sosa, es decantada y la
15. masa de pigmentos es lavada aun tres veces con cada vez 500 partes de lejía de sosa al 15%. Finalmente se obtiene
20. 650 partes de una masa amasable, compacta, que aparte del pigmento, del dispersante y de la resina de melamina disuelta en el xileno, todavía contiene aproximadamente 100 partes de lejía de sosa al 15%.
- Esta masa es diluída con
25. 344 partes de agua, neutralizada con
- 21 partes de ácido acético glacial y finalmente se obtiene
- 1000 partes de una pasta viscosa, potestativamente diluíble con agua, que contiene pigmento y resina de melamina en forma finísimamente dispersada.



N O T A

259458

5. Descrito el invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridades de las patentes suizas nº 75403 del 7 de julio de 1.959 y 6280/60 del 12 de junio de 1.960, existiendo en ambas unidad de invención.

10. 1. Procedimiento para la preparación de dispersiones acuosas estables de pigmentos, caracterizado porque se mezcla una torta de filtración de pigmentos que contiene agua, con un dispersante exento de iones del tipo de los derivados de éter poliglicólico que es soluble en medio ácido hasta ligeramente alcalino, en cambio insoluble en álcalis acuosos concentrados, porque se adiciona a la mezcla tanto hidróxido alcalino que el dispersante se segrega de la solución alcalinoacuosa, formando una fase separada porque se transforma por elaboración mecánica el pigmento en la fase de dispersante, porque se decanta por su mayor parte la solución alcalina acuosa exenta de pigmentos que se forma y porque se transforma el dispersante en una solución acuosa que contiene el pigmento en suspensión finamente dispersada.

20. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracteriza porque se lleva a cabo la separación de la solución de dispersante acuosa en dos fases, insolubles una en la otra, a temperatura aumentada.

25. 3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque después de la separación de la fase alcalina acuosa el dispersante es llevado a disolución otra vez por dilución con agua.

4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a



3, caracterizado porque el dispersante es llevado otra vez a disolución bajo simultánea neutralización del álcali todavía presente, mediante dilución con agua.

5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 3, caracterizado porque el dispersante exento de iones es llevado otra vez a disolución, bajo empleo simultáneo de un dispersante anionactivo, mediante dilución con agua.

10. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 5, caracterizado porque se adiciona a más tardar antes de la retransformación del dispersante exento de iones en solución acuosa, ulteriores sustancias insolubles en agua, como resinas naturales o sintéticas, disolventes o plastificantes que se mezclan homogéneamente con la fase de dispersante y que forman después de la transformación del dispersante exento de iones en una solución acuosa, juntamente con el pigmento, o por sí solos, una fase dispersa insoluble en agua.

15. Procedimiento para la preparación de dispersiones acuosas estables de pigmentos.

20. Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 23 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 6 de julio de 1.960.

CIBA SOCIETE ANONYME.

p. e.

*[Firma manuscrita]*