

PATENTE DE INVENCION
=====

Case 1293.
=====

265332



Memoria Descriptiva

sobre:

" Procedimiento para obtener preparados de pigmentos "

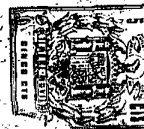
=====

Solicitante: SANDOZ, A.G, entidad suiza, residente en BASILEA, Suiza.

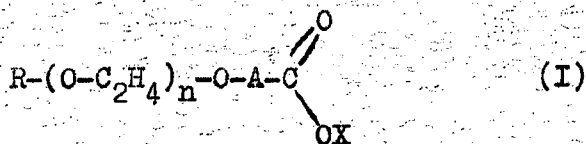
=====

5. Existen un gran número de preparados de pigmentos que contienen medios de dispersión. Sin embargo, se siguen buscando aún aquellos preparados de pigmentos que sean totalmente compatibles, tanto con pinturas al agua como también al aceite. Se ha descu-

205332



bierto, que los preparados de pigmentos, que como medio de dispersión contienen por lo menos un compuesto de la formula



poseen esta propiedad.

5. En la formula (I) R significa un resto hidrocarburo, en caso dado sustituido. A un resto alkilénico, n un número entero y X hidrógeno o un resto dissociable en agua como catión. Preferentemente es R un resto alifático, especialmente saturado, de cadena recta o ramificada, con 6-30 y especialmente 12-20 átomos de carbono, por ejemplo un resto dodecílico (normal o ramificado) tridecílico, tetra-, penta- o hexadecílico o sus mezclas, octadecílico o oleílico, o un resto alkiloarílico, cuyo resto alkílico contiene preferentemente unos 6-20 átomos de C y donde el resto arílico puede tener uno o varios núcleos, por ejemplo un resto fenílico o naftílico alkilizable, o correspondientes restos alkilocicloalquílicos, por ejemplo abietinilo. Preferentemente contienen estos restos solo átomos de carbono e hidrógeno, pero también pueden estar sustituidos, por ejemplo por halógeno o hidroxilo, n es un número entero hasta aproximadamente 80 y especialmente de 2 hasta 40 y X hidrógeno, un metal alcalino, tal como sodio o potasio, o cualquier otro metal, especialmente uno cuya sal con el ácido, en que se basa en el compuesto (I), sea soluble en agua, así como amonio, además un amina, por ejemplo una monoamina alifática con aproximadamente 1-6 átomos de C ó un amina
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

265332



cíclica, por ejemplo ciclohexilamina ó morfolino o una oxiamina, por ejemplo etanolamina o di- ó trietanolamina.

En la Tabla A se mencionan medios de dispersión preferentes de la Formula (I)

5.

T A B L A - A.

	R	A	n	X
1	C H (ramificado) 10 21	-CH-	4	NH ⁺ 4
2	C H 12 25	id.	2	Na ⁺
3	C H 13 27	id.	5	Na ⁺
4	C H 13 27	id.	6	Na ⁺
5	C H (ramificado) 13 27	id.	7	Na ⁺
6	C H 13 27	id.	7	H ⁺
7	C H 13 27	id.	8	Na ⁺
8	C H 13 27	id.	10	Na ⁺
9	C H 13 27	id.	6	(+) NH(CH ₂ -CH ₂ -OH) ₃
10	C H 13 27	id.	7	(+) NH(CH ₂ -CH ₂ -OH) ₃
11	C H 16 33	id.	8	Na ⁺
12	Iso-C H 16 33	id.	11	Na ⁺
13	C H 16 33	id.	12	Na ⁺
14	C H 18 35	id.	8	Na ⁺

20052



TABLA - I
(Continuación)

	R	A	n	X
15	C ₁₈ H ₃₅	id.	10	Na ⁺
16	C ₁₈ H ₃₅	id.	12	Na ⁺ ó K ⁺
17	C ₁₈ H ₃₅	id.	24	Na ⁺
18	C ₁₈ H ₃₅	id.	40	Na ⁺
19	C ₈ H ₁₇	id.	4	Na ⁺
20	C ₈ H ₁₇	id.	5	Na ⁺
21	C ₉ H ₁₉	id.	4	Na ⁺
22	C ₉ H ₁₉	id.	6	Na ⁺
23	C ₉ H ₁₉	id.	7	Na ⁺
24	(C ₈ H ₁₇)	-CH ₂	10	Na ⁺
25	(C ₈ H ₁₇)	id.	20	Na ⁺
26	(C ₉ H ₁₉)	id.	11	Na ⁺
27	(C ₉ H ₁₉)	id.	15	Na ⁺
28	(C ₉ H ₁₉)	-CH CH	80	Na ⁺
29	(C ₉ H ₁₉)	-CH ₂	10	Na ⁺
30	C ₅ H ₁₁	id.	40	Na ⁺

El pigmento empleado puede ser orgánico o inorgánico y ser blanco o de color. Pigmentos orgánicos, especialmente adecuados, son por ejemplo las ftalocianinas metálicas o libres de metal, halogenadas o libres de halógeno, por ejemplo ftalocianinas de cobre, níquel, hie-

40032



5. rro, cinc, magnesio o aluminio, ftalocianina de mono-
cloro, dicloro, octacloro, tetradecacloro, hexadeca-
cloro o los correspondientes derivados de bromo o tam-
bién las ftalocianinas bromizadas o clorizadas, así co-
mo sus derivados metálicos con los metales antes men-
cionados.

10. Además se pueden emplear los mono- o dis- o
poliazocolorantes de difícil solubilidad en agua, los de-
rivados dioxacínicos, los pigmentos antraquinónicos, co-
lorantes básicos lacados o los quinacridin-7,14-diones,
por ejemplo rojo indantreno RK, CI 68000; verde irgalith
BLN, CI 10.006, azul sandotherere NRSN, CI 69.800, amari-
llo sandotherene MGN, CI 70.600, rojo fanal 6B-Supra, CI
45.175; rojo permanente 2B, CI 15-865; rojo permanente
15. 4B.CI 15.850; amarillo Hansa G, CI 11.680; amarillo Hansa
10G, CI 11.710, verde pigmento No 10, CI 12.775; amarillo
sólido PV HR, amarillo permanente GR, CI 21.100, diimi-
das del ácido terilenotetracarbónico y los pigmentos de
la Patente USA 2.821.539. Como pigmentos inorgánicos pue-
den servir por ejemplo dióxido de titanio, sulfato de
20. bario, caolintona, carbonato de calcio, hollín, óxidos
e hidratos del óxido de hierro, cromo, plomo o mangane-
so o sulfuros, por ejemplo del cadmio.

25. Los pigmentos empleados se utilizan en fina
distribución. A veces es favorable si las partículas de
los pigmentos orgánicos en promedio son mas pequeños que
1 micrón; pero también se pueden emplear pigmentos con
partículas hasta aproximadamente 5 micrón.

30. En los nuevos preparados de pigmento, al me-
dio de dispersión de la fórmula (I) está contenido en can-

205332



- tidades de unos 10 hasta 300% en peso y preferentemente 50 hasta 150% en peso, referido al pigmento. Además los preparados de pigmentos pueden contener naturalmente todos los materiales empleados generalmente en la fabricación de tales preparados. Entre estos se cuentan especialmente los líquidos orgánicos que le dan al preparado una consistencia en forma de pasta. Líquidos orgánicos especialmente adecuados son aquellos que son compatibles tanto con agua como también con aceites secantes y disolventes de lacas orgánicas. Especialmente favorable es el empleo de alcoholes polivalentes, por ejemplo dioles alifáticos con 2 hasta 10 átomos de carbono en la molécula y resto alifático preferentemente saturado, tal como por ejemplo glicol etilénico, propandioles, butandioles, hexandioles, glicol dietilénico, glicol trietilénico y glicoles polietilénicos.

5.
10.
15.
- En lugar de estos glicoles se pueden emplear también sus éteres, especialmente sus éteres monoalquílicos, conteniendo el grupo alquílico aquí aproximadamente 1 hasta 6 átomos de carbono y preferentemente 1 hasta 4 átomos de C, por ejemplo éter etilenglicolmonoetílico, propílico o butílico o éter dietilenglicolmonoetílico, propílico o butílico o sus mezclas.

20.
25.
30.
- En lugar de los dioles mencionados o sus éteres, o adicionalmente a estos, se pueden emplear por ejemplo también el 2-metilo-2-hidroxi-pentano-4, el sulfoxido dimetílico, la butirolactona y o el alcohol tetrahidrofurfurílico o en general los cetoalcoholes, alcoholes, lactonas u otros líquidos orgánicos que sean compatibles con los medios acuosos y orgánicos mencionados.

205332

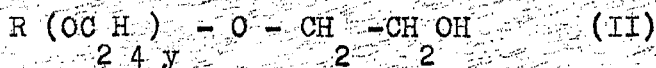


Los líquidos orgánicos mencionados tienen preferentemente puntos de ebullición entre unos 100 y 220°C. En los preparados de pigmento deberán estar contenidos aproximadamente 0,2 hasta 5 partes en peso de estos líquidos y especialmente 0,3 hasta 4 partes en peso, referidos a 1 parte en peso del pigmento.

5.

Además de los medios de dispersión de la fórmula (I) se pueden emplear también otros medios de dispersión empleados usualmente en los preparados de pigmentos, por ejemplo éter poliglicólico de la fórmula

10.



donde R tiene el significado indicado para la fórmula (I) e y está por 1 hasta 50 y preferentemente 4 hasta 20.

15.

En la tabla B se mencionan algunos éteres poliglicólicos de la fórmula (II) especialmente adecuados.

T A B L A - B.

	R	y
1)	C H 13 27	6
2)	C H 13 27	10
3)	C H 18 35	18
4)	C H 18 35	24
5)	(C H) -C H 8 17 2 6 3	6
6)	C H 13 27	7

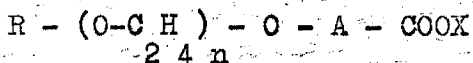
265332



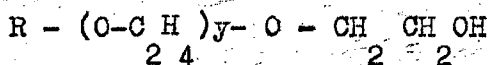
	R	y
7)	$\begin{matrix} \text{C H} \\ 9 \quad 19 \end{matrix} - \text{C}_6\text{H}_{10}$	6
8)	$\begin{matrix} \text{C H} \\ 5 \quad 11 \end{matrix} - \text{C}_6\text{H}_{10}$	12
9)	$\begin{matrix} \text{C H} \\ 10 \quad 21 \end{matrix} \text{ (ramificado)}$	4

Además se pueden emplear los productos de condensación de formaldehído y ácidos naftalinsulfónicos, por ejemplo sodio ácido dinaftil-metanodisulfónico, ester del ácido sulfúrico de alcoholes grasos saturados o sin saturar, especialmente con 12 hasta 30 átomos de C., en forma de sus sales sódicas, sulfonatos alquilarílicos, por ejemplo con restos alquílicos que contienen de 8 hasta 14 átomos de C., y con restos fenílicos o naftílicos como restos aromáticos, o también ester dialquílico del ácido sulfosuccinico con restos alquílicos de cadena recta o ramificada con 6 hasta 14 átomos de C.

Una mezcla de medio de dispersión especialmente buena se compone de 25 hasta 75 partes en peso de



15. y 75 hasta 25 partes en peso de



donde R significa un resto alquílico con 10 hasta 16 átomos de C.

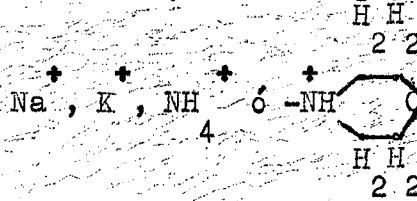


n 4 hasta 20

A metileno o etileno

y 4 hasta 20 y

X tiene la significación antes indicada, preferentemente, sin embargo,



También pueden estar contenidos materiales que sirvan para lograr una distribución especialmente fina de los pigmentos en los preparados durante la molturación u otra elaboración mecánica, por ejemplo tierra de infusorios u óxidos de silicio.

5.

En algunos casos, por ejemplo para evitar la formación de aglomerados, es favorable una adición de agua, por ejemplo en cantidades hasta aproximadamente un 100% referido al pigmento, pero también pueden ser útiles cantidades mayores.

10.

Los nuevos preparados de pigmentos se preparan en la manera usual. Así se puede elaborar el pigmento con un líquido orgánico, por ejemplo con ayuda de una máquina mezcladora o amasadora, o una pasta viscosa y a continuación tratar ésta en un tren de cilindros.

15.

La masa obtenida se mezcla entonces con el medio de dispersión (I) y en caso dado con ulteriores cantidades de un líquido orgánico o una mezcla de tales líquidos y ulteriores materiales adicionales. Finalmente se puede volver a homogeneizar, elaborar la masa en un tren de cilindros y en caso dado agregar medios mejoradores del color. Pero también se pueden mezclar simultáneamente to-

20.



dos los componentes o aplicar cualquier otra secuencia.

Los nuevos preparados de pigmentos tienen una consistencia como la mantequilla, también cuando estén concentrados. Son sólidos contra el calor y el

5. frío, no sedimentan y, ante todo, son compatibles con medios de aplicación aceitosos y acuosos. Por lo tanto se pueden aplicar con especial ventaja para teñir medios de pintura al agua a base de materiales sintéticos dispersados o disueltos, resinas sintéticas, pinturas al aceite y pinturas y lacas a base de resinas sintéticas disueltas en disolventes orgánicos o aceites vegetales secadores o semi-secadores, por ejemplo de medios de ligazón dispersados o disueltos en agua a base de resinas fenólicas modificadas, látices de estirolobutandieno sintéticos, poliacrilatos, polimetacrilatos, acetato polivinílico o propionato polivinílico, de pinturas de cola a base de caseína o resinas naturales o de éteres o éteres de celulosa disueltos en medios disolventes de laca orgánicos, polimerizados mixtos de
10. vinilo, poliacrilatos, acetato polivinílico, clorocaucho, caucho cíclico, resinas fenólicas, resinas de úrea o melamina, resinas ciclohexanónicas o resinas alquídicas, así como de resinas de reacción libres de disolventes, por ejemplo de resinas de poliéster insaturadas, poliuretanos y resinas epoxi.
15. 20. 25.

Estos medios se agregan a los nuevos preparados preferentemente en cantidades hasta unos 20% en peso, referido al medio terminado, y preferentemente de 0,2 hasta 10% en peso.

30. Las partes indicadas en los ejemplos son



23332

partes en peso.

EJEMPLO - 1.

5. 20 partes de rojo Graphtol RL (Color Index nº 4)
10 partes de carbonato cálcico
22,5 partes de 2-metilo-2,4-dihidroxipentano
(-glicol hexilénico) y
7 partes del medio de dispersión nº 1 en la ta-
bla A se distribuyen homogéneamente en un ama-
sados mezclador y se trata a continuación en
10. un tren de 3 cilindros, hasta que el tamaño
de las partículas tenga el valor Hegmann-
Gindometer 8 hasta 9. Entonces se mezcla la
masa con
13 partes del medio de dispersión nº 1 de la
tabla A
15. 26,5 partes de 2-metilo-2-hidroxi-pentanona-4-
(alcohol diacetónico) y
1 partes de Pine Oil
y se homogeniza en un mezclador planetario. Finalmente
se trata la mezcla en un tren de cilindros de 1 a 3 ci-
lindros hasta que se obtenga una pasta igualda que ten-
ga las buenas propiedades indicadas en la descripción.

EJEMPLO - 2.

25. 42,6 partes de monohidrato de óxido de hierro
amarillo(-amarillo de óxido de hierro-amarillo
de ferrita) (Fe₂O₃ · H₂O)
28,2 partes de glicolhexilénico
28,2 partes de una mezcla de una parte en peso
del medio dispersor nº 2 de la tabla A
y una parte en peso del éter poliglicó-
lico nº 1 de la tabla B y
30.



1 parte de Pine Oil

se homogeneizan en un mezclador planetario y a continuación se trata de un tren de 3 cilindros, hasta que el tamaño de partícula tenga el valor Hegmann-Grindometer 8 hasta 9 y se haya formado una pasta igualada. Esta tiene propiedades igual de buenas como la pasta según el ejemplo 1.

5.

A continuación se indican algunas mezclas especialmente buenas que se pueden elaborar según los datos de los ejemplos 1 y 2 a pastas de pigmento.

10.

A. 20 partes de amarillo graphol GL (CI-Pigmento amarillo 1)

10 partes de sulfato de bario

30 partes de eter dietilenoglicolmonometílico

40 partes de medio de dispersión nº 1 de la tabla A.

15.

B. 40 partes de amarillo Nápoles (Antimonato de plomo)

26 partes de glicol dietilénico

34 partes del medio dispersor nº 11 en la tabla A.

20.

C. 20 partes de amarillo graphol GL (CI-Pigmento amarillo 1)

10 partes de amarillo Nápoles

10 partes de gur de sílice

40 partes de glicol hexilénico

20 partes del medio dispersor nº. 14 en la tabla A.

25.

D. 40 partes de amarillo de óxido de hierro

30 partes de glicol hexilénico

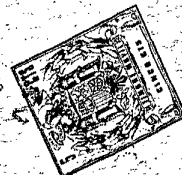
29 partes del medio dispersor nº. 5 en la tabla A.

1 parte de Pine Oil

E. 40 partes de rojo de cadmio (Sulfuro y selenuro de cadmio mezclado)

30.

30 partes de glicol hexilénico



265582

- 29 partes del medio dispersor nº 7 en la tabla A
1 parte de Pine Oil
5. F. 35 partes de rojo de óxido de hierro (Fe_2O_3)
30 partes de Propandiol-1,2
34 partes del medio dispersor nº.20 en la tabla A.
1 parte de Pine Oil
10. G. 40 partes de verde de óxido de cromo (Cr_2O_3)
30 partes de propandiol-1,2
29 partes del medio dispersor nº 18 en la tabla A.
1 parte de Pine Oil
15. H. 35 partes de verde de hidrato de óxido de cromo ($Cr_2O_3 \cdot 2H_2O$)
30 partes de glicol dietilénico
34 partes del medio dispersor nº 28 en la tabla A.
1 parte de Pine Oil
20. J. 40 partes de naranja de cromo ($PbCrO_4 \cdot PbO$)
35 partes de glicol hexilénico
24 partes del medio dispersor nº 23 en la tabla A.
1 parte de Pine Oil
25. K. 50 partes de Umbra verde (Mineral de hierro-manganeso)
14 partes de glicol hexilénico
20 partes de alcohol diacetónico
15 partes del medio dispersor nº 2 en la tabla A.
1 parte de Pine Oil
30. L. 60 partes de natro de óxido de hierro (Fe_2O_3)
15 partes de glicol dietilénico
24 partes de una mezcla de medios dispersores de nº 4 en la tabla A y el éter poliglicólico nº 6 en la tabla B en la proporción de



peso 1:1

205332

- 1 parte de Pine Oil.
- M. 20 partes de rojo graphtol RL (CI-Pigmento rojo 4)
- 10 partes de carbonato de calcio
- 5. 40 partes de propilenoglicol-1,2
- 29 partes del medio dispersor nº 9 en la tabla A
- 1 parte de Pine Oil
- N. 20 partes de CI-pigmento rojo 97
- 10. 10 partes de sulfato de calcio
- 30 partes de glicol hexilénico
- 19 partes de alcohol diacetónico
- 20 partes de una mezcla del medio dispersor nº 21 en la tabla A y el éter poliglicólico nº 7 en la tabla B en la proporción de peso 1:1.
- 15. 1 parte de Pine Oil
- O. 20 partes de verde graphtol 2 GL (CI-Pigmento verde 11)
- 10 partes de dióxido de silicio
- 35 partes de glicol hexilénico
- 20. 34 partes del medio dispersor nº 25 en la tabla A
- 1 parte de Pine Oil
- P. 20 partes de azul graphtol BL (CI-pigmento azul 15)
- 9 partes de caolintona
- 25. 35 partes de glicol dietilénico
- 35 partes del medio dispersor nº 16 en la tabla A
- 1 parte de Pine Oil
- Q. 25 partes de verde graphtol 2 GL (CI-Pigmento verde 11)
- 10 partes de carbonato de calcio
- 30. 30 partes de glicol hexilénico

205332



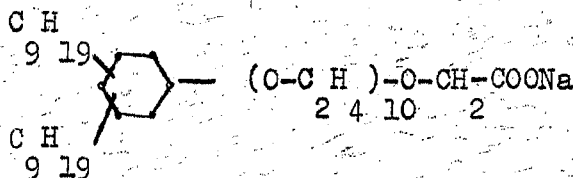
20 partes de una mezcla del medio dispersor nº 4 en la tabla A y el éter poliglicólico nº 6 en la tabla B (1:1)

15 partes del medio dispersor nº 20 en la tabla A

EJEMPLO - 3.

5. En un amasador se elaboran 100 partes de amarillo de óxido de hierro,

50 partes del medio dispersor



y 150 partes de éter etilenoglicolmonobutílico a una masa homogénea.

10. Con esta pasta se pueden teñir dispersiones acuosas de acetato polivinílico, pinturas al aceite a base de aceites de secado oxidante o lacas a base de polimerizados mixtos de estireno-butadieno o ésteres acrílicos del ácido poliacrílico.

15. Una pasta de colorante con propiedades igual de buenas se obtiene si, en lugar de la sal sódica del medio dispersor, se emplea su sal amónica o sal potásica o las sales del

- morfolino
- etanolamina
- dietanolamina
- trietanolamina
- isopropilamina
- ciclohexilamina ó
- oxietilo-etilenodiamina

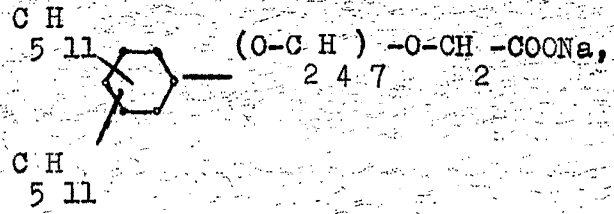
20.

EJEMPLO - 4.

255332



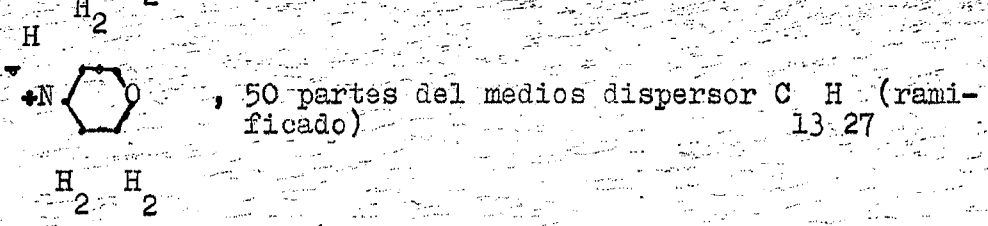
En un amasador se elaboran 120 partes de hollín, 30 partes del medio dispersor C H (ramificado)-
 (O-C H) -O-CH -COOHa, 30 partes del medio dispersor
_{2 4 7 2} _{13 27}
 C H (ramificado)-(O-C H) -O-CH -CH OH, 30 partes del
_{13 27} _{2 4 6} _{2 2}
 5. medios dispersor.



300 partes de glicol etilénico y 20 partes de agua, tal y como se indicó en el ejemplo 3. Se obtienen los buenos resultados allí descritos.

EJEMPLO - 5.

10. En un amasador se elaboran a una masa homogénea 100 partes de falocianina de cobre, 50 partes del medio dispersor C H (ramificado)-(C-C H) -O-CH -COO-
_{13 27} _{2 4 7 2}



(O-C H) -O-CH -CH OH y 200 partes de éter etilenoglicol-monobutílico.
_{2 4 6} _{2 2}

15. Se obtienen resultados igual de buenos como en el ejemplo 3, también si como disolvente se emplea glicol etilénico, glicol hexilénico, alcohol tetrahidrofurfúrico, éster etílico del ácido láctico, butirolactona, sulfóxido dimetílico o éster del éter etilenoglicol monometílico del ácido acético:

30.

