

312940

PATENTE DE INVENCION

Ref: I.C.I. Case No.D.17543.

Memoria Descriptiva

sobre

"Procedimiento para mejorar la forma física
de una ftalocianina bruta".

Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa,
residente en Imperial Chemical House, Millbank, Lon-
dres, S.W.1., Inglaterra.

Este invento se refiere a pigmentos de ftalo-
cianina y, mas especialmente, a un procedimiento para
convertir las ftalocianinas brutas en productos ade-
cuados para usarse como pigmentos.

5. Las ftalocianinas, esencialmente las ftalocia-



312940

- ninas de cobre, cuando se obtienen por síntesis de anhídrido ftálico, ftalonitrilo o derivados de los mismos, se aíslan primero en formas físicas adecuadas para utilizarse como pigmentos y corrientemente se me
5. joran sometién^{do}las a procedimientos tales como amasa^{do} con ácido o molido con sales con objeto de mejorar la forma física. La molturación de una ftalocianina bruta con elementos de molienda tales como gravilla, bolas o arena y agua, no basta para producir la forma
10. física adecuada para usarse como pigmento.

- De acuerdo con este invento, mejora la forma física de una ftalocianina bruta, por agitación vigorosa con elementos de molturación en forma de partículas y una solución acuosa que contenga por lo menos
15. el 10% en peso de un ácido orgánico.

- La ftalocianina cruda usada en este invento es, con preferencia, la ftalocianina de cobre en la forma β en la que se obtiene normalmente o una mezcla de ftalocianina de cobre y monocloroftalocianina de cobre,
20. obtenida por síntesis de una mezcla de anhídrido oftálico y anhídrido cloroftálico. Sin embargo si se desea, pueden usarse otras ftalocianinas brutas.

- Los elementos especiales de molienda utilizados en este invento son con preferencia partículas de arena o cuentas de vidrio, sílice, porcelana y otro metal
25. no friable. Convenientemente se utilizan cuentas de vidrio de un diámetro medio de 0,45 mm a 0,5 mm. El procedimiento se aplica, con preferencia en un recipiente cilíndrico dotado de agitador rotativo, con un árbol
30. central que lleva una serie de discos que actúan como

- 3 -
312940



impulsores . En un recipiente de esta naturaleza la agitación con preferencia se realiza haciendo girar el agitador a una velocidad tal que los discos tengan una velocidad periférica de unos 700 metros/minuto.

5. El procedimiento puede aplicarse de modo continuo, introduciendo una pasta de ftalocianina y solución acuosa en el recipiente, a través de una entrada de la base de este y permitiendo que la suspensión fina se descarge por la parte superior del recipiente a través de un tamiz de gasa que retiene los elementos de molienda. Como variante, el procedimiento puede aplicarse de modo discontinuo, en cuyo caso todo el contenido del recipiente puede descargarse después de la agitación y los elementos de molturación separarse por tamizado.
- 10.
- 15.

El ácido orgánico utilizado en el procedimiento, es necesariamente soluble en agua hasta la proporción de por lo menos 10% en peso y puede ser, por ejemplo, ácido fórmico o, con preferencia un ácido más elevado tal como el acético y mejor aún el propiónico, butírico o tolueno p-sulfónico o una mezcla de cualesquiera de estos ácidos.

20. Se prefiere emplear soluciones acuosas que no contengan más del 50% en peso de ácido. El empleo de soluciones más concentradas, dá lugar a ventajas técnicas muy poco pronunciadas y económicamente es desventajoso.
- 25.

30. Después de aplicar el procedimiento de este invento, el pigmento de ftalocianina finamente dividido, puede separarse de la solución acuosa en la que está

312940



suspendido, por filtración o centrifugado, lavarse hasta que se halle exento de ácido y, si se desea, secarse. Se obtienen productos de gran extensión superficial, adecuados para usarse como pinturas, tintas de imprenta, plásticos, etc. En estado no-seco, las pastas son valiosas para la producción de productos pastosos tal como se emplean en la coloración viscosa.

5.

10.

15.

Este invento es de valor especial cuando se emplea como parte de un procedimiento para la fabricación de composiciones de pigmentos de ftalocianina no-flucolantes que contienen una ftalocianina y un derivado básico de la misma. Estas composiciones se describen y reivindican en las Solicitudes de Patentes Británicas nº 9.804/62, 31.740/63, 41.653/63 y 42.393/63.

20.

25.

De acuerdo con otra característica de este invento, se fabrican composiciones de pigmento de ftalocianina no-floculantes, por agitación vigorosa de una ftalocianina bruta con elementos de molturación en forma de partículas y una solución acuosa que contenga por lo menos 10% en peso de un ácido orgánico e incorporando a la suspensión resultante de pigmento de ftalocianina un derivado básico de ftalocianina.

30.

El derivado básico de ftalocianina puede añadirse a la suspensión de pigmentos de ftalocianina bien antes o bien después de la separación de los elementos de molturación en forma de partículas. En cualquiera de los casos, es conveniente agitar la

312940



- mezcla hasta conseguir la homogeneidad. Si se desea, la mezcla puede ser alcalina. Los productos obtenidos son del tipo no-floculante y de ningún modo son inferiores a productos de idéntica composición obtenidos por los métodos descritos en las Memorias antes citadas.
- 5.

Este invento se aclara, sin limitarse, por los Ejemplos siguientes en los que las partes son ponderales.

10. EJEMPLO 1 - En un vaso ancho de acero inoxidable se cargan 32 partes de monocloro-ftalocianina de cobre bruta, 96 partes de una pasta prensada a 50 % de ftalocianina de cobre (forma β) 96 partes de ácido acético glacial y 176 partes de agua; todo ello
15. se agita enérgicamente durante 1 hora con 1,200 partes de cuentas de vidrio de un diámetro 0,5 mm aproximadamente, mediante un agitador dotado de tres discos centralmente montados y accionados a una velocidad periférica de 690 metros/minuto.
20. La mezcla se diluye con 1.000 partes de agua, se separa de las cuentas de vidrio, se filtra se lava hasta eliminar el ácido y se seca a 100°C. El pigmento resultante, tiene excelente resistencia tintorial al molerse con una resina alquídica secada al
25. aire para producir una pintura. Tiene una extensión superficial (absorción de nitrógeno) de 60 m²/g mientras que los materiales crudos de partida tienen extensiones superficiales de 2,5 y 46 m²/g respectivamente.
30. Los pigmentos preparados análogamente utilizando ácido fórmico o láctico en lugar del ácido acético,



5. tienen propiedades análogas. La substitución del ácido acético por ácido propiónico, butírico o p-tolueno-sulfónico proporciona pigmentos con resistencia tintorial incluso superior. El empleo del 20% de ácido acético, propiónico o butírico proporciona resultados análogos. Aumentando la concentración de ácido acético hasta el 50%, no dá lugar a ulterior mejora. Disminuyendo la concentración del ácido acético a 6%, se proporciona un producto muy inferior de una extensión superficial de, solamente, 37 m²/g.
- 10.

- EJEMPLO 2 - Una pasta preparada por el procedimiento del Ejemplo 1, utilizando 30% de ácido acético, se agita mientras se añaden lentamente 80 partes de una solución al 2% de tri(isopropilaminoetil)ftalocianina de cobre en ácido acético al 6%. La mezcla se alcaliniza por adición lenta de solución de hidróxido sódico 2N. El producto se separa por filtración, se lava hasta eliminar todo el álcali y se seca a 100°C. La composición pigmentaria resultante tiene una excelente resistencia tintorial y comparada con el producto del Ejemplo 1, tiene una mejor resistencia a la floculación en un medio aéreo de secado de pintura alquídica.
- 15.
- 20.

- EJEMPLO 3 - Durante 3 horas se agitan enérgicamente con 1.200 partes de cuentas de vidrio, por la técnica usada en el Ejemplo 1, 40 partes de ftalocianina de cobre forma β , 108 partes de ácido acético glacial y 252 partes de agua. La pasta se tamiza, se filtra, se lava hasta eliminar el ácido por completo y se seca a 100°C. El pigmento resultante
- 25.
- 30.

- 7 -
312940



5. tiene excelente resistencia tintorial en un medio aéreo de secado de pintura alquímica y tiene una extensión superficial de 60 m²/g mientras que el material bruto de partida tiene una extensión superficial de solamente 5 m²/g.

N O T A

10. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente presentada en Inglaterra con fecha 15 de mayo de 1964, nº 20413/64,
15. acogándose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento, y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: "PROCEDIMIENTO PARA MEJORAR LA FORMA FISICA DE UNA FTALOCIANINA BRUTA"; caracterizándose
20. por lo siguiente:

25. 1ª.- "Procedimiento para mejorar la forma física de una ftalocianina bruta" que comprende el agitar enérgicamente la ftalocianina bruta con elementos de molturación en partículas, en una solución acuosa que contenga por lo menos el 10% en peso de un ácido orgánico.

30. 2ª.- Procedimiento según reivindicación 1, en el que la ftalocianina bruta es ftalocianina de cobre.



312940

- 3^a.- Procedimiento según reivindicación 1, en el que la ftalocianina bruta es una mezcla de ftalocianina de cobre y de monocloroftalocianina de cobre,
5. 4^a.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la agitación se realiza por medio de un árbol que lleva una serie de discos que giran a una velocidad tal que su velocidad periférica sea de unos 700 metros por minuto.
10. 5^a.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la solución acuosa no contiene más del 50% de ácido orgánico.
- 6^a.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el ácido orgánico es ácido acético.
15. 7^a.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el ácido orgánico es el ácido propiónico, butírico o tolueno-p-sulfónico.
20. 8^a.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que los elementos de molturación en formas de partículas, se separan de la suspensión de ftalocianina después de terminar la agitación.
25. 9^a.- Procedimiento según reivindicación 8, en el que la ftalocianina se separa de la solución acuosa y opcionalmente se seca.
30. 10^a.- Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado porque se obtienen composiciones pigmentarias de ftalocianina, no floculantes, por incorporación de un derivado básico de ftalocianina como antes

312940



se definió en una suspensión, a una solución acuosa de ftalocianina de forma física mejorada, preparada por un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9.

5. 11ª.- Procedimiento según reivindicación 10, en el que el derivado básico de ftalocianina se añade a la suspensión y luego se agita.

10. 12ª.- Procedimiento según reivindicación 11, en el que el derivado básico de ftalocianina se añade en forma de solución en un ácido acuoso.

13ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 12, en el que la suspensión se alcaliniza antes de aislar la composición de pigmento de ftalocianina.

15. 14ª.- "Procedimiento para mejorar la forma física de una ftalocianina bruta", tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

Esta Memoria consta de 9 hojas escritas a máquina por una sola cara.

20.

Madrid 14 MAY. 1965

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

J. GOMEZ ACEBO Y MODET
p. p. Firmado: A. GARCIA BRAVO