

325678



PATENTE DE INVENCION

Le A 9348-Sp.
=====

325678

Memoria Descriptiva

sobre

"Procedimiento para la producción de preparados de pigmentos fácilmente dispersables en Medios Orgánicos".

Solicitante: FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

Como es sabido, los colorantes de pigmentos en medios orgánicos, particularmente en colorantes para imprimir o estampar y en lacas o barnices, deben estar presentes en forma finamente dividida. El desmemuzamiento de los pigmentos puede ser -

5.



- efectuado de tal manera que se los incorpora directamente en las respectivas preparaciones de aglutinantes mediante máquinas trituradoras apropiadas, tales como por ejemplo molinos de tolva, molinos de bolillas
5. o molinos de cilindros. Esta trituración o tintas de imprenta o colorantes para el estampado requiere un elevado gasto de tiempo y energía. Por consiguiente, en la práctica son de gran ventaja los preparados de pigmentos con los cuales pueden obtenerse suspensiones de pigmentos finamente divididos sin trabajos -
10. adicionales de trituración o desmenuzamiento.

- Ya se han propuesto distribuir finamente los pigmentos en un medio orgánico, por ejemplo, en las soluciones viscosas de resinas en agentes
15. ablandadores o aceites en presencia de agentes auxiliares de molimiento que posteriormente deben volver a eliminarse por lavado, mediante la aplicación de -
- energía mecánica. La incorporación de los preparados de pigmentos así obtenidos en pastas o tintas de im-
20. prenta o colorantes para el estampado, lacas y otros medios orgánicos si bien es facilitada, sin embargo, la eliminación de los cuerpos de molimiento después del procedimiento de preparación es difícil y muy -
- costoso.

25. Ahora bien, se ha encontrado que preparados de pigmentos pulverulentos no pegajosos de grano blando y de excelente capacidad de distribución en medios orgánicos, particularmente en lacas y en -
- colorantes para el estampado, también sin trabajos a
30. dicionales de desmenuzamiento o trituración, pueden

325678



- ser obtenidos de tal manera que una mezcla consistente en un colorante de pigmento, una resina sintética o natural y un agente dispersante no ionógeno a base de óxido de etileno se amasa a una temperatura elevada, que esta mezcla amasada se enfría y subsiguientemente se tritura el granulado obtenido. La elaboración mecánica convenientemente es efectuada en una amasadora con calefacción, por ejemplo, una amasadora para dispersiones que a una capacidad útil de 200 litros tiene una potencia de accionamiento de 20 a 90 HP, a una temperatura tan alta que se obtiene una masa viscosa amasable de una viscosidad superior a 100.000cP. Por la adición del medio dispersante, en estos preparados de pigmentos, la capacidad de distribución y la división fina de los pigmentos en medios orgánicos son mejoradas esencialmente y al mismo tiempo el punto de fusión de estos preparados es reducido hasta tal grado que las amasaduras pueden ser efectuadas ya a 70-150°C. A temperaturas de amasadura más elevadas, en el caso de pigmentos inestables a temperaturas, se produciría un cambio de matiz combinado con una disminución del poder colorante. El agente dispersante queda en el preparado de pigmento y actúa como agente ablandador en la película de laca o de colorantes para el estampado, con el resultado de que la adición requerida de los usuales agentes ablandadores (por ejemplo; ésteres de los ácidos fosfórico y ftálico) puede ser reducida correspondientemente.
- Es ventajoso que los preparados -

325678



- de pigmentos contengan un agente antioxidante, tal como por ejemplo 2,2'-metileno-bis (4-metil-6-terc.butil-fenol). De esta manera se impide una disminución de solubilidad susceptible de producirse por la oxidación de la resina en estos preparados.
- 5.
- Como agentes dispersantes se aplican aductos de óxido de etileno con 3 hasta 50 moles de óxido de etileno, por ejemplo, productos de adición del óxido de etileno a alcoholes alquílicos, fenoles alquílicos, ácidos carboxílicos (Véase: Schönfeldt, Oberflächenaktive Anlagerungsprodukte des Äthylenoxydes, páginas 18 a 57 (1959). Como resinas entran en consideración resinas de condensación naturales y sintéticas con un punto de ablandamiento superior a 120°C, resinas con una proporción decisiva de colofonio, resinas de colofonio hidrogenadas, resinas alquídicas libres de aceite, resinas de maleinato, resinas de cetona, resinas fenólicas, resinas de caucho clorado, ésteres y éteres de celulosa y otras resinas naturales o sintéticas usuales en la industria de las lacas y colorantes para el estampado (Véase: Karsten, Lackrohstofftabellen, Verlag R. Vincents, Hannover - (1963)), así como productos de condensación que son obtenidos por reacción de oxisulfonas aromáticas con formaldehído y ácidos oxicarboxílicos aromáticos o ácidos ariloxigrasos, respectivamente sus ésteres bajo adición de fenol (Patente alemana publicada Nº - 1.124.959) y mezclas de estos productos de condensación en resinas.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
30. Las propiedades y cantidades de -

325678

- 5 -



5. resina y agente dispersante han de adaptarse unas a otras de tal modo que durante la amasadura a 70-150°C resultan elevadas fuerzas de cortadura que garantizan una finura máxima de las partículas de los pigmentos en el preparado de pigmento y que, además, una vez terminada la operación de amasar forma un producto no pegajoso susceptible de ser molido.

Los siguientes componentes de colorantes pueden ser aplicados: Pigmentos orgánicos, por ejemplo; colorantes de pigmentos de la serie azóica, colorantes para lacas (Véase: Ullmanns Encyklopädie der technischen Chemie, Tomo 13, páginas 806 y - 808 (1962)), pigmentos de colorantes complejos (Véase Ullmanns Encyklopädie der technischen Chemie, Tomo 13, página 809), colorantes de antraquinona (Véase: Ullmanns Encyklopädie der technischen Chemie, Tomo 3, página 696 (1953)) y pigmentos de quinacridona, pigmentos inorgánicos, por ejemplo; dióxido de titanio, pigmentos de hierro, cadmio, cromo y cinc y hollín.

10.

15.

20.

Los preparados de pigmentos contienen un 30% hasta un 80%, preferiblemente un 50% hasta un 60% de un colorante de pigmento, un 70% hasta un 30%, preferiblemente un 40% hasta un 30% de una resina, un 3% hasta un 20%, preferiblemente un 10% hasta un 15% de un aducto de óxido de etileno y eventualmente un 0,1% hasta un 2% de un agente antioxidante.

25.

Según el nuevo procedimiento, se obtienen preparados de pigmentos que pueden ser dis-

30.



- tribuidos muy rápidamente por simple agitación efectuada con dispositivos agitadores o con la mano en medios orgánicos, tales como los empleados en la preparación de colorantes para el estampado o de colorantes para lacas, por ejemplo; tales en base a alcoholes mono o polivalentes de bajo o elevado peso molecular, ésteres, cetonas o hidrocarburos benzólicos o que dan una suspensión de pigmento dividida en forma sumamente fina. Además de la dispersabilidad más fina y más fácil en comparación con los pigmentos normales, estos preparados de pigmentos tienen la ventaja de que en el estampado y en la laca son manifiestamente más transparentes y más claros y de que, además, en cuanto a sus propiedades de flujo tienen un comportamiento substancialmente más ventajoso que los pigmentos pulverulentos normales.
- 5.
- 10.
- 15.

Los siguientes ejemplos explican ulteriormente el procedimiento de acuerdo con la invención. Las partes y los porcentos, indicados en los ejemplos son partes y porcentos por peso.

20.

Ejemplo 1

- 39,8 partes de una resina de maleinato del punto de fusión de 150°C, índice de ácidos 310 y 320 son desmenuzadas a una temperatura de 80-100°C en una amasadora de dispersión con calefacción del sistema de Werner y Pfleiderer. Bajo amasadura continuada se agregan 45 partes del pigmento amarillo (amarillo 83, Colour Index Supplement 1963, página 530), 8 partes de un aducto de óxido de etileno preparado de 6 moles de óxido de etileno y de 1 -
- 25.
- 30.

325678

- 7 -



mol de fenol noílico, 7 partes de un aducto de óxi-
do de etileno preparado de 4 moles de óxido de etile-
no y de 1 mol de fenol noílico y 0,2 partes de 2,2'-
metileno-bis (4-metil-6-terc.butil-fenol).

5. Se obtiene una masa viscosa amasa-
ble que se amasa durante 2 a 3 horas a una temperatu-
ra de 80-100°C (Para mantener esta temperatura, a cau-
sa del calor de amasadura producido, eventualmente de-
be enfriarse algo). El preparado de pigmento así ob-
tenido se deja enfriar hasta la temperatura ambiente
10. y se lo muele. Se obtiene un producto pulverulento
no pegajoso que predominantemente en todos los prepa-
rados de colorantes para el estampado tipo flexo o -
de rotograbado así como en lacas, cuyos aglutinantes
15. son compatibles con las resinas aplicadas en las for-
mulaciones de los pigmentos y que como disolventes -
contienen alcoholes, ésteres, cetonas o hidrocarburos
benzólicos. En tales soluciones la formulación de -
pigmento obtenida puede ser incorporada sin dificul-
20. tades por agitación durante aproximadamente media ho-
ra mediante un dispositivo agitador rápido. La pre-
paración de un colorante para el estampado, altamen-
te pigmentado, puede efectuarse, por ejemplo según -
la siguiente receta:
25. 35 a 60 partes del preparado de -
pigmento son agitadas en 70 partes de alcohol y 7 -
partes de etilenglicol. Esta mezcla es agitada duran-
te aproximadamente 15 minutos y mezclada con una so-
lución preparada de 14 partes de nitrocelulosa (solu-
30. ble en alcohol, humectada con butanol al 35%), 5 par-



tes de una resina de cetona, 66 partes de alcohol y 3 partes de etilenglicol.

Ejemplo 2

- Un preparado de pigmento consisten
5. te en: un 55% del colorante de pigmento amarillo N^o 21100 del Colour Index (segunda edición), un 26,9% - de una resina de condensación preparada de Formaldehido, 4,4'-dioxi-difenilsulfona, ácido salicílico y o-oxidifenilo según la patente alemana N^o 1.124.959,
10. ejemplo 1,
un 10% de un aducto de óxido de etileno, preparado - de 6 moles de óxido de etileno y 1 mol de fenol noní lico,
un 8% de un aducto de óxido de etileno, preparado de
15. 4 moles de óxido de etileno y 1 mol de nonil-fenol y un 0,1% de 2,2'-metileno-bis(4-metil-6-terc.butil-fe nol), es producido según se ha descrito en el Ejem- plo 1. Se obtiene un producto que puede ser emplea- do según las posibilidades de aplicación indicadas en
20. el Ejemplo 1.

Ejemplo 3

- Un preparado de pigmento consisten
25. te en: un 45% de ftalocianina de cobre de la modifi- cación beta, un 41,8% de una resina de maleinato del punto de fusión de 150°C,
un 7% de un aducto de óxido de etileno, preparado de 7 moles de óxido de etileno y 1 mol de nonil-fenol,
un 6% de un aducto de óxido de etileno, preparado de 10 moles de óxido de etileno y 1 mol de nonil-fenol
30. y



un 0,2% de un agente antioxidante, es producido según se ha descrito en el Ejemplo 1, y es empleado según las posibilidades de aplicación indicadas en el mismo.

5. Ejemplo 4

Un preparado de pigmento consisten

te en:

un 30% de colorante de hollín,

10. un 54,8% de una resina de maleinato del punto de fusión de 150°C según el Ejemplo 1,

un 8% de un aducto de óxido de etileno, preparado de 7 moles de óxido de etileno y 1 mol de nonil-fenol,

15. un 7% de un aducto de óxido de etileno, preparado de 10 moles de óxido de etileno y 1 mol de nonil-fenol y

un 0,2% de un agente antioxidante, es producido como en el Ejemplo 1 y empleado según las indicaciones de aplicación indicadas en el mismo.

20. Ejemplo 5

Un preparado de pigmento consisten

te en:

un 65% de dióxido de titanio (rutilo o anatasa),

25. un 25,9% de una resina de maleinato del punto de fusión de 150°C según el Ejemplo 1,

un 5% de un aducto de óxido de etileno, preparado de 6 moles de óxido de etileno y 1 mol de nonil-fenol,

un 4% de un aducto de óxido de etileno, preparado de 4 moles de óxido de etileno y 1 mol de nonil-fenol -

30. y



un 0,1% de un agente antioxidante,
es producido según se ha descrito en el Ejemplo 1, y
empleado según las posibilidades de aplicación indi-
cadas en el mismo.

5. Ejemplo 6
Un preparado de pigmento consistente
te en:
un 45% del colorante de pigmento rojo Nº 12.370 del
Colour Index (segunda edición)
10. un 39,8% de una resina de maleinato del punto de fu-
sión de 150°C,
un 15% de un aducto de óxido de etileno, preparado -
de 30 moles de óxido de etileno y 1 mol de noníl-fe-
nol y
15. un 0,2% de un agente antioxidante,
Es producido según se ha descrito en el Ejemplo 1, y
empleado según las posibilidades de aplicación indi-
cadas en el mismo.

- Ejemplo 7
20. Un preparado de pigmento consistente
te en;
un 45% del colorante de pigmento rojo Nº 12.370 del
Colour Index (segunda edición),
un 39,8% de caucho clorado,
25. un 8% de un aducto de óxido de etileno, preparado de
6 moles de óxido de etileno y 1 mol de noníl-fenol,
un 7% de un aducto de óxido de etileno, preparado de
4 moles de óxido de etileno y 1 mol de noníl-fenol -
y
30. un 0,2% de un agente antioxidante,

325678

- 11 -



es producido según se ha descrito en el Ejemplo 1, y puede ser empleada en el estampado de rotograbado con toluol y en lacas.

Ejemplo 8

5. Un preparado de pigmento consistente en:
- un 45% del colorante de pigmento rojo N^o 12.370 del Colour Index (segunda edición),
 - un 39,8% de butirato acético de celulosa,
 - 10. un 8% de un aducto de óxido de etileno, preparado de 6 moles de óxido de etileno y 1 mol de nonil-fenol,
 - un 7% de un aducto de óxido de etileno, preparado de 4 moles de óxido de etileno y 1 mol de nonil-fenol - y
 - 15. un 0,2% de un agente antioxidante, es preparado según se ha descrito en el Ejemplo 1 y puede ser elaborado para la preparación de un colorante para el estampado según la siguiente prescripción:
 - 20. 35 partes del preparado de pigmento son agitadas durante 15 a 20 minutos con una mezcla de 60 partes de acetato etílico y de 10 partes de acetato de metilglicol. Se obtiene una suspensión de pigmento finamente distribuída que se mezcla con
 - 25. una solución de 6 partes de acetobutirato de celulosa en 15 partes de acetato de metilglicól y 74 partes de acetato etílico.

Ejemplo 9

- Una mezcla consistente en:
- 30. un 45% del colorante de pigmento rojo N^o 12.370 del

19



Colour Index (segunda edición),

- un 4,9% de una mezcla de resina consistente en:
31,9 partes de una resina de maleinato del punto de fusión de 150°C según el Ejemplo 1 y
5. 10 partes de etilcelulosa,
un 7% de un producto de adición preparado de 7 moles de óxido de etileno y 1 mol de nonil-fenol,
un 6% de un producto de adición preparado de 10 moles de óxido de etileno y 1 mol de nonil-fenol y
10. un 0,1% de 2,2'-metileno-bis(4-metil-6-terc.butil-fenol),
es amasada según el Ejemplo 1 durante 2-3 horas a 100-140°C.

- Se obtiene un preparado de pigmento que puede ser empleado según las posibilidades de aplicación indicada en el Ejemplo 1. Las formulaciones de colorantes para el estampado tipo Flexo y de rotograbado, así como de lacas se distinguen por un lustre excelente y una elevada brillantez que se aproximan a aquellos de los colorantes solubles. A diferencia de los colorantes usuales para el estampado y de las usuales lacas, las dispersiones de estos preparados de pigmentos con los respectivos disolventes aplicados todavía pueden ser diluidas fuertemente, sin que el pigmento se separe en forma de copos, de modo que también bajo estas condiciones se obtienen teñiduras, respectivamente películas todavía homogéneas.

Ejemplo 10

30. 45 partes de un pigmento amarillo N° 21.105 del Co-

325678



- lour Index (suplemento 1963),
10 partes de etilcelulosa,
13 partes de un aducto de óxido de etileno que se preparó por condensación de p-oxidifenilo con cloro bencílico y subsiguiente adición de 10 moles de óxido de etileno, bajo adición de
5. 100 partes de agua
son mezcladas en una amasadora de dispersión con calefacción primeramente como para formar una pasta dura. Al cabo de 15 a 30 minutos se aumenta la temperatura lentamente a 100-120°C, mientras se sigue amasando, volviendo a evaporarse ampliamente el agua. Subsiguientemente se agregan
10. 31,8 partes de una resina de maleinato del punto de fusión de 150°C y
15. 0,2 partes de 2,2'-metileno-bis (4-metil-6-terc-butil-fenol).

Se obtiene una masa viscosa amasable que se amasa durante 3 horas a una temperatura de 120 a 140°C. El preparado de pigmento así obtenido es enfriado hasta la temperatura ambiente y molido. El mismo puede ser empleado según las posibilidades de aplicación indicadas en el Ejemplo 1.

20.

N O T A

25. 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
- 30.

325678

19 ABR 1966



el invento corresponde a una solicitud de patente -
presentada en Alemania con fecha 21 de abril de 1965,

bajo el número F 45 865 IVc/8m, acogiéndose por tan-
to a los beneficios que conceden los Convenios Inter

5. nacionales en vigor, siendo lo que constituye la esen-
cia del referido invento y por lo que se solicita Pa-
tente de Invención por 20 años en España sobre: "PRO-
CEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE PREPARADOS DE FIG-
MENTOS FACILMENTE DISPERSABLES EN MEDIOS ORGANICOS";

10. caracterizándose por lo siguiente:

1ª.- Procedimiento para la produc-
ción de preparados de pigmentos facilmente dispersa-
bles en medios orgánicos, caracterizados porque se -
amas a temperaturas entre 70 y 150°C una mezcla con

15. sistente en un colorante de pigmento, una resina sin-
tética o natural de un punto de ablandamiento supe-
rior a 120°C y un agente dispersante no ionógeno, en
el caso dado, conjuntamente con un agente antioxidan-
te, se enfría la mezcla y se muele el granulado obte-
nido.

20. 2ª.- Procedimiento, según la rei-
vindicación 1, caracterizado porque, como agente dis-
persante no ionógeno, se emplean aductos de óxido de
etileno con 3 hasta 50 moles de óxido de etileno.

25. 3ª.- Procedimiento de acuerdo con
la reivindicación 1, caracterizado porque, como resi-
na sintética, se emplea una resina de maleinato.

30. 4ª.- Procedimiento de acuerdo con
la reivindicación 1, caracterizado porque, como resi-
na sintética, se emplea una resina de condensación -

325678



de formaldehido, 4,4-dioxidifenil-sulfona, acido salicico y o-oxidifenilo.

5. 5ª.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque, como resina sintética, se emplea caucho clorado.

6ª.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque, como resina sintética, se emplea aceto butirato de celulosa.

10. 7ª.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque, como agente antioxidante, se emplea 2,2'-metileno-bis (4-metil-6-terc-butyl-fenol).

15. 8ª.- Procedimiento para la producción de preparados de pigmentos facilmente dispersables en Medios Orgánicos; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

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

20.

Madrid,

19 ABR. 1966

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT,

J. GOMEZ ACEBO Y MODESTO

Firmado: F. Hernández Ruiz