



PATENTE DE INVENCION

I.C.I. Case Nº D.18730/18731

331 336

Memoria Descriptiva

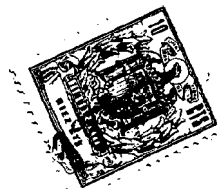
sobre

"PROCEDIMIENTO PARA LA MANUFACTURA DE
UNA COMPOSICION COLORANTE".

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

Este invento se refiere a la manufactura
de composiciones colorantes.

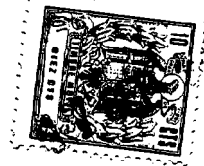
Como ya se sabe la dispersabilidad de los
colorantes en aceites puede mejorarse con frecuencia
5. con la suspensión de los colorantes en una solución



- acuosa o dispersión del agente activo en superficie y añadiendo un precipitante que convierta al agente en una forma insoluble en agua y soluble en aceite. Así, por ejemplo, se pueden obtener colorantes con contenido de resina de trementina por la suspensión del colorante en una solución acuosa de resinato de sodio o potasio y añadiendo un ácido para precipitar la resina libre o una sal soluble de calcio o de bario para precipitar el resinato insoluble de calcio o de bario.
- 5.
- 10.

- De acuerdo con el invento proporcionamos un procedimiento para la manufactura de composiciones colorantes para la coloración de un medio orgánico, cuyo procedimiento comprende el moler con sal un colorante con un 5% en peso, por lo menos, de una sustancia resinosa sólida que sea soluble en dicho medio hasta un grado de un 5% en peso, por lo menos, y después disolver la sal.
- 15.

- Es preferible que la cantidad de sustancia resinosa empleada en el procedimiento de nuestro invento no exceda de 2 partes en peso por cada 3 partes en peso de colorante, en forma que el porcentaje de colorante en la composición definitiva sea por lo menos del 60%. Las composiciones con esas elevadas proporciones de colorante son aceptadas más fácilmente por los usuarios, por ejemplo, los fabricantes de pinturas, por ser más ventajosas que las composiciones que contienen menos cantidad de colorante, resultando de un volumen más reducido, por lo que permiten un transporte y un almacenaje de costo más reducido, y sobre todo porque
- 20.
- 25.
- 30.



se reduce al mínimo cualquier efecto deletéreo que pudiera ejercer el componente de la resina de trementina sobre las propiedades del medio que se ha de teñir o colorear.

5. El término "moler con sal", algunas veces denominado pulverización con sal, se refiere a una técnica por la que el colorante es reducido a un estado fino de subdivisión por reducción a polvo con una sustancia soluble, por ejemplo, sal, generalmente cloruro de sodio, carbonato, sulfato o cloruro de calcio. En el procedimiento de nuestro invento se realiza la molturación con sal hasta obtener una mezcla homogénea e íntima de partículas colorantes, preferiblemente con un término medio de partículas inferior a 2 micrones, y partículas de sustancia resinosa de tamaño similar o más pequeño. La disolución de la sal después de la molturación produce una suspensión acuosa de partículas colorantes y resina íntimamente mezcladas.
10. Después de realizada la operación de molturación con sal de nuestro procedimiento, la sustancia soluble se puede disolver con agua, ácido diluido o cualquier otro disolvente que no disuelva la sustancia resinosa.
15. En una forma preferida de realización del procedimiento de nuestro invento, la sustancia resinosa se reblandece y después se vuelve a endurecer. Creemos que en la mayoría de los casos ocurre al menos parcialmente un reblandecimiento y nuevo endurecimiento durante la operación de molturación con sal. En general, no obstante podemos mejorar los productos reblandeciendo
- 20.
- 25.
- 30.



y volviendo a endurecer deliberadamente a dichos com-
puestos al final de la operación de molturación con
sal, por ejemplo: o bien durante la operación de diso-
lución de la sal o después de dicha operación.

5. Con bastantes sustancias resinosas, el re-
blandecimiento y nuevo endurecimiento se puede realizar
por calentamiento y enfriamiento. Es conveniente para
llevar a cabo la operación simultánea del reblandeci-
miento con la de disolver la sal elevando la tempera-
tura del agua o la del ácido diluido empleado para su
extracción.

- Si se desea, no obstante, pueden emplearse
otros métodos para el reblandecimiento de las sustan-
cias resinosas. Por tanto, se puede añadir a una sus-
pensión acuosa de colorante molido con sal y sustancia
resinosa, un líquido que sea disolvente de la sustancia
resinosa y tenga una solubilidad en el agua de por lo
menos, un 0,1% en peso.

- Esta operación será conveniente, llevarla a
cabo después de haber procedido a la extracción de la
sal. Se pueden emplear líquidos miscibles en agua, ta-
les como acetona o alcohol, o líquidos tales como to-
lueno, el cual es ligeramente soluble en agua. Si se
desea puede elevarse la temperatura de la mezcla. El
reendurecimiento puede ejecutarse mientras se lava la
solución con agua. También es posible para ablandar
las sustancias resinosas agregar a la suspensión acuosa
de colorante molturado con sal y sustancia resinosa un
líquido de tal naturaleza y en tal cantidad que produzca
una mezcla acuosa que reblandezca la resina solamente



- cuando se eleve la temperatura. El reendurecimiento de la sustancia resinosa puede obtenerse de una o varias formas. Se puede añadir agua para producir una mezcla de la cual la resina no pueda extraer suficiente disolvente para ablandarla, o simplemente se puede bajar la temperatura. Alternativamente, el disolvente, si es suficientemente volátil, se eliminará por destilación o la sustancia resinosa ablandada se endurecerá de nuevo por un tratamiento químico, por ejemplo, añadiendo cloruro de calcio o de bario para formar una sal de calcio o de bario de la sustancia resinosa. Antes de reendurecer la resina por cualquier método apropiado, se separan del líquido y se secan los compuestos colorantes.
5. El secado de los compuestos colorantes obtenidos en el procedimiento del invento, debe efectuarse en condiciones en que la sustancia resinosa no se reblandezca.
10. Los colorantes empleados en el procedimiento de nuestro invento, pueden ser orgánicos, inorgánicos, negro de humo o mezclas de cualquiera de estos colorantes.
15. Como ejemplos de colorantes orgánicos citaremos los pigmentos azoicos, colorante o tinte de tina, trifendioxazina, pigmentos de ftalocianina, por ejemplo, cobre ftalocianina, los derivados nucleares del cloro y los tetrafeniles de cobre u octafenil ftalocianina, tinte de tina y otros pigmentos heterocíclicos, por ejemplo, quinacridona lineal, laca de ácido, materias colorantes básicas y corrosivas, y otros muchos pigmentos de tipo orgánico que se hallan comprendidos en el volumen 2 del
- 20.
- 25.
- 30.



- "Índice de Colores, 2ª Edición", publicado conjuntamente en 1956 por la Sociedad de Tintoreros y Coloristas y la Asociación Americana de Químicos y Coloristas Textiles, bajo el encabezamiento "Pigmentos" y en las enmiendas al mismo aprobadas de posterior publicación. Nuestro procedimiento es particularmente valioso, no obstante, con un colorante de la clase que normalmente se somete a molturación, es decir, un pigmento de ftalocianina o quinacridona.
- 5.
10. Como ejemplos de pigmentos inorgánicos mencionaremos los pigmentos de cromo incluyendo los cromatos de plomo, cinc, bario y calcio y varias mezclas y modificaciones tales como los colorantes que se obtienen en el comercio desde el tono amarillo verdoso al tono rojo con los nombres de cromo amarillo claro, limón, intermedio, naranja, escarlata y rojo. Los pigmentos de cromo modificado pueden contener, por ejemplo, radicales de sulfato y/o metales de adición como son el aluminio, molibdeno y estaño. Como ejemplos adicionales de pigmentos inorgánicos se pueden citar el dióxido de titanio, óxido de cinc, Azul de Prusia, y sus mezclas, amarillos al cromo conocidos por Verdes de Brunswick o verdes al cromo, sulfato de cadmio y sulfoseleniuro, óxidos de hierro, vermellón y azul ultramar. Aplicado el invento a los colorantes inorgánicos, posee un valor especial con los colorantes de cromo, Azul de Prusia y Verdes de Brunswick, aunque estos colores son intrínsecamente difíciles de dispersar en cualquier medio orgánico. También es de un gran valor con el dióxido de titanio, que se suele someter
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

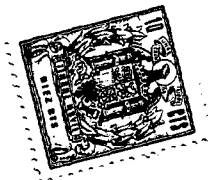


a tratamientos muy caros hasta obtener su dispersabilidad.

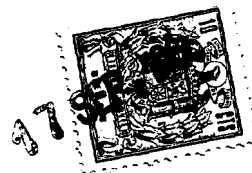
5. Las sustancias resinosas o vítreas usadas en nuestro invento, pueden ser de origen natural o sintético y la elección de la sustancia dependerá de la materia orgánica particular que haya de teñirse con la composición colorante. Nuestras composiciones colorantes pueden contener cualquier sustancia resinosa que sea soluble hasta el punto de por lo menos un 5% en el material orgánico que se ha de teñir.

10. Las sustancias resinosas que son de un gran valor en nuestro invento, comprenden la resina de trementina y resinas de trementina modificadas químicamente, tales como la resina de trementina hidrogenada, resina de trementina polimerizada, resina de trementina desproporcionada y resina de trementina esterificada y resina de trementina que se haya sometido a más de un proceso de modificación.

15. Si se desea, se pueden usar sales, tales como las de calcio, bario o resina de trementina o resina de trementina químicamente modificada. Otras sustancias resinosas que son de valor en las composiciones colorantes del invento, comprenden los polímeros de vinil alquil benzeno y copolímeros de vinil alquil benzeno con alquil metacrilatos o dialquil fumaratos. Tales polímeros y copolímeros se describen y reivindican en las Patentes Británicas Nos. 491.386, 957.440 y 957.984. En las composiciones del invento pueden haber presentes mezclas de sustancias resinosas, lo cual resulta ventajoso en algunos casos.
- 20.
- 25.
- 30.



- Nuestro invento resulta valioso porque permite que los tratamientos colorantes realizados hasta el presente en procesos de elaboración separados, sean combinados en una sola etapa. Así, un método para perfeccionar la dispersabilidad de un colorante (por ejemplo, quinacridona) en un medio orgánico comprende la molturación del pigmento con sal, la disolución de la sal, el añadir el resultado de la suspensión acuosa resultante a una solución de resina de trementina y metal alcalino y entonces acidular la mezcla para precipitar la resina de trementina precipitándose una sal alcalinotérrica o de metal pesado de la resina. Nuestro invento permite sorprendentemente obtener este perfeccionamiento en la dispersabilidad en una sola etapa.
5. Además nuestro procedimiento es notable por el hecho de que produce composiciones colorantes con una dispersabilidad superior a la de las obtenidas por el procedimiento conocido de dos etapas.
10. Nuestro invento es también valioso puesto que permite que las resinas insolubles en soluciones alcalinas sean incorporadas en las composiciones colorantes.
15. Algunas de las composiciones colorantes obtenidas por el procedimiento de nuestro invento (particularmente cuando la sustancia resinosa es deliberadamente reblandecida y endurecida de nuevo después de finalizada la etapa de molturación por sal) son del tipo descrito y reivindicado en la Patente Británica número 978.242. Dicha patente reivindica una composición colorante sólida para la coloración de un material orgánico, comprendiendo dichas composiciones un pigmento orgánico
- 20.
- 25.
- 30.



- o de negro de humo finamente dividido y una sustancia resinosa que sea soluble hasta el punto de por lo menos un 5% en peso, en el material orgánico, caracterizándose las composiciones por contener un 60%, por lo menos, en peso de colorantes y porque el volumen de concentración (según se define en dicha patente) de pigmento en la composición cuando está bajo una presión uniforme de 1,40 kgs/cm² es de menos del 18% en el caso de que se trate de un colorante orgánico y de menos del 13% en el caso de que se trate de negro de humo.
- 5.
- 10.

Dichos compuestos colorantes son valiosos porque se dispersan rápidamente en materiales orgánicos, es decir, pintura o tinta de imprenta o en materiales de fundición, moldeo o extrusión.

15.

El procedimiento de fabricación descrito en la Patente Británica Nº 978.242, comprende la producción de una mezcla íntima de (a) un colorante orgánico o de negro de humo en pasta obtenidos por floculación de electrolito de una dispersión acuosa y (b) una sustancia resinosa que tiene las propiedades descritas anteriormente en una pasta obtenida o bien por floculación de electrolito de una dispersión acuosa o por precipitación de una solución acuosa de una sal, estando ambos (a) y (b) sustancialmente libres de cualquier agente de dispersión en la forma química originalmente presente en la dispersión acuosa y el tratamiento de esta mezcla íntima de forma que se reblandezca la sustancia resinosa y después se endurezca de nuevo.

20.

25.

30.

Este invento proporciona un procedimiento



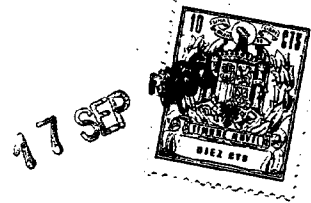
alternativo y de más fácil realización para la manufactura de compuestos colorantes que posean una dispersabilidad rápida en un medio orgánico y pueden ser del tipo descrito en la Patente Británica Nº 978.242.

5. Si se desea, se puede llevar a cabo la etapa de molturación con sal de nuestro invento, en presencia de una cantidad pequeña de líquido orgánico para controlar la forma del cristal del colorante. Como ejemplos de líquidos orgánicos que se pueden emplear, mencionaremos los alcoholes, ésteres, cetonas, aldehidos, hidrocarburos alifáticos y aromáticos, clorobenzenos, aminas, formamidas, dimetil formamidas, tetracloruro de carbono, cloroformo, percloroetileno y tricloroetileno. Es conveniente que la proporción de líquido sea del 5 al 100% en peso del colorante presente, estableciéndose el límite más elevado por las necesidades que la mezcla pueda tener para comportarse en la molturación sustancialmente como un polvo seco.
- 10.
- 15.

20. La producción de formas particulares de cristales de ciertos pigmentos en presencia de los citados líquidos ya es conocida, véase, por ejemplo, las Patentes Británicas Nos. 685.582 y 828.052.

25. En una modalidad particular de nuestro invento proporcionamos un procedimiento para la manufactura de una composición colorante para el teñido de un medio orgánico, conteniendo esta composición cobre ftalocianina en formas de cristal beta cuyo procedimiento comprende la molturación con sal de cobreftalocianina cruda con una mezcla de:

30. a) de un 5 a un 67% de su peso de una sustancia



- sólida resinosa que sea soluble en dicho medio hasta un punto de un 5% en peso, por lo menos.
- b) una arilamina N-alquil-monocíclica en cantidad insuficiente para evitar que la mezcla se comporte en la molturación esencialmente como un polvo seco,
5. disolviendo la sal y la arilamina N-alquil-monocíclica de la mezcla y reblandeciendo y endureciendo de nuevo la sustancia resinosa.
10. Por la expresión "cobre ftalocianina cruda" se debe entender cobre ftalocianina del resultado de la síntesis, por ejemplo, de partir de ácido o anhídrido ftálico, urea y una sal de cobre calentando la mezcla en un líquido orgánico. Las acrilaminas N-alquil-
15. monocíclicas que son especialmente útiles en esta modalidad son las alquilanilinas, particularmente dimetil-dietil- y monometil-anilina.
- El invento se ilustra mediante los ejemplos siguientes, que no suponen limitación alguna al mismo, y en los que todas las partes se dan en peso.
20. EJEMPLO 1 :
- Se molieron por rodillos 25 partes de lin-
25. quinacridona cruda, 10 partes de éster cribado y molido de resina de trementina de madera (Foral 105 - ver nota 1, después de la tabla), 2 partes de dimetil-formamida, 140 partes de carbonato sódico anhidroso en un recipiente cilíndrico con 1.750 partes de clavos de cabeza redonda y bolas de acero inoxidable de varios tamaños durante tres días. Se separó entonces el polvo de las bo-
30. las y clavos y se añadió a 2.000 partes de agua con



agitamiento. Se filtró la suspensión, se lavó para librarla de sales solubles y se secó a 70°C.

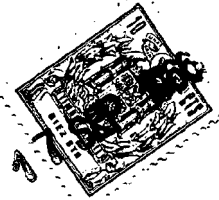
5. El producto tiene buena dispersabilidad de un medio de pintura de resina alquídica. Foral 105 tiene un punto de reblandecimiento de aproximadamente 105°C y es soluble en un medio de pintura alquídica hasta un punto de un 5%, por lo menos.

EJEMPLO 2 :

10. Se molieron por rodillos 70 partes de cobre-ftalocianina cruda, 30 partes de éster cribado y molido de resina de trementina de madera (punto de reblandecimiento 70°C) y 600 partes de carbonato sódico anhidroso en un recipiente cilíndrico con 7000 partes de clavos de cabeza redonda y bolas de acero inoxidable de varios tamaños por espacio de tres días. Entonces se separó el polvo de las bolas y clavos y se añadió con cuidado a una solución agitada de 600 partes de ácido sulfúrico concentrado en 8000 partes de agua a 70°C. Se dejó enfriar la suspensión hasta la temperatura ambiente y después se filtró y lavó con agua para dejarla libre de ácido. Después se secó la pasta para imprenta en una corriente de aire a 40°C.
- 15.
- 20.

25. El producto tiene un volumen de concentración de pigmento del 11,2% a una presión de 1,40 kgs/cm² (medido por el método descrito en la Patente Británica Nº 978.242).

30. Mezclando 65 partes de este producto con 85 partes de barniz para imprimir en una mezcladora horizontal de masa durante 30 minutos, se obtiene una tinta azul satisfactoria. La resina de trementina de madera



es soluble en barniz de imprimir hasta un punto de, por lo menos, un 5%.

5. Cuando se repitió este ejemplo usando ácido sulfúrico diluído a 25°C en lugar de a 70°C para disolver la sal, para que no se reblandeciera la resina de trementina de madera, el producto resultó similar, pero algo inferior al ya descrito y se dispersó moderadamente bien en barniz litográfico en las condiciones indicadas.

10. Cuando se repitió este ejemplo, reemplazando las 30 partes de resina de trementina de madera por 30 partes de carbonato sódico se obtuvo un producto que tenía una concentración de volumen de pigmento del 21,3% y no se dispersó satisfactoriamente en el barniz litográfico en las condiciones indicadas.

15. Alternativamente en este ejemplo, el carbonato sódico se puede reemplazar por sulfato sódico anhidroso y realizarse la extracción con agua en lugar de hacerlo con ácido sulfúrico. Los productos son aproximadamente similares a los ya descritos.

EJEMPLO 3 :

20. Se repitió el Ejemplo 2 empleando 60 partes de cobre ftalocianina cruda y 40 partes de resina de trementina de madera. El producto se dispersó satisfactoriamente en barniz de imprenta en las condiciones indicadas.

EJEMPLO 4 :

25. Se repitió el Ejemplo 2 usando 80 partes de cobre ftalocianina cruda y 20 partes de resina de trementina de madera. El producto se dispersó satisfacto-



riamente en barniz tipográfico en las condiciones indicadas.

EJEMPLO 5 :

5. Se repitió el Ejemplo 2 usando 90 partes de cobre ftalocianina cruda y 10 partes de resina de trementina de madera. El producto se dispersó satisfactoriamente en barniz tipográfico en las condiciones indicadas.

EJEMPLO 6 :

10. Se repitió el Ejemplo 2 usando 30 partes de resina "Polipale" molida y cernida (Marca registrada - Hercules Powder Co,) en lugar de la resina de trementina de madera y una temperatura de extracción de 90°C. La resina se reblandeció en esas condiciones y el producto se dispersó satisfactoriamente en barniz tipográfico en las condiciones indicadas en el Ejemplo 2. Este producto se dispersó también satisfactoriamente en un medio de pintura alquídica agitando la mezcla a 7000 revoluciones por minuto durante 30 minutos.

15. 20. La resina "Polipale" es soluble en barniz litográfico hasta un punto de por lo menos, el 5%.

25. La tabla siguiente resume preparaciones adicionales de composiciones colorantes por el procedimiento de moler con sal pigmentos con diversas resinas, según la técnica descrita en el Ejemplo 2 anterior. Las dispersabilidades indicadas en la última columna están de acuerdo con los ensayos indicados en el Ejemplo 2 en el caso del barniz litográfico y en el Ejemplo 6 en el caso del medio de pintura alquídica.



Ejemplo	Colorante	Resina	Sal extraída con:	Concentracion de volumen de pigmento	Dispersabilidad
7	Cobre ftalocianina (70%)	Foral 105 (Nota 1) (30%)	Agua a 95°C		Satisfactoria en barniz litografico
8	Cobre ftalocianina (90%)	Foral 105 (Nota 1) (10%)	Agua a 95°C	13,8%	Satisfactoria en barniz litografico
9	Cobre ftalocianina (70%)	Resina descrita en Nota 2 más adelante (30%)	Agua a 98°C		Satisfactoria en barniz litografico
10	Cobre ftalocianina (70%)	Copolimero descrito en la Nota 3.	H ₂ SO ₄ diluido a 90°C	10,0%	Satisfactoria en barniz litografico
11	Imanthrone (70%)	Resina "Polipale" (30%)	H ₂ SO ₄ diluido a 90°C	11,2%	Satisfactoria en medio alquídico.
12	Imanthrone (100%)	Ninguna	H ₂ SO ₄ diluido a 90°C	54 %	No satisfactoria en medio alquídico
13	Amarillo Monolite GIS (Nota 4) (70%)	Resina de trementina de madera	H ₂ SO ₄ diluido a 90°C	11,8%	Satisfactoria en barniz litografico
14	Amarillo Monolite GIS (Nota 4) (100%)	Ninguna	H ₂ SO ₄ diluido a 90°C	18,7%	No satisfactoria en barniz litografico



NOTAS DE LA TABLA :

1. Foral 105 es una resina puesta a la venta por la Hercules Powder Co. Normalmente tiene un punto de reblandecimiento de 105°C, pero se reblandece a 95°C en forma de partícula fina. En barniz litográfico su solubilidad es superior al 5% en peso.
2. La resina del ejemplo 9 se consigue de la forma siguiente:
Se funden 2.400 partes de resina de tremen- tina de madera y se añaden 278 partes de cresol de buena calidad comercial, seguido de 205 partes de paraformaldehído y 1½ partes de óxido de magnesio. La temperatura se elevó a 200°C durante 2 3/4 horas y se mantuvo a 200°C durante 6 horas mientras se inyecta vapor a su través para eliminar los rastros de cresol sin reaccionar. Al enfriarse la masa fundida forma una resina sólida.
Este producto es soluble en barniz litográfico en un grado del 5% por lo menos.
3. El copolímero usado en el Ejemplo 10 se obtiene de la forma siguiente:
Se agitan 27 cc. de ácido esteárico, 426 cc. de viniltolueno, 183 cc. de butilmetacrilato y 27 cc. de t-dodecilmercaptan, en 1713 cc. de agua a 50°C. Se añaden 318 cc. de amoníaco 1,51 N seguido de 5,4 cc. de peróxido de hidrógeno de 100 volúmenes en 60 cc. de agua.
Se eleva cuidadosamente la temperatura a 90°C durante 90 minutos y se agita la suspensión a 90 - 95°C durante 1 hora, después se enfría y se criba en una criba de 60 mallas normas británicas. Se acidula el



látex, se filtra y se lava de ácido. La resina precipitada se seca a 30°C y se criba en un tamiz de 30 mallas normas británicas.

5. Este copolímero es soluble en barniz litográfico en un grado del 5% por lo menos.

4. El amarillo Monolite GLS es un colorante amarillo 13 del "Índice de Color", Segunda Edición.

EJEMPLO 15 :

10. Se muelen con sal durante 3 días, como en el Ejemplo 1, 70 partes de Supra Lemon Chrome 4GS (Imperial Chemical Industries Ltd.) 30 partes de Pioneer R31 (un resinato de cinc/calcio vendido por la Frederick Boehm Ltd.) y 600 partes de sulfato sódico anhidroso. La carga molida se aísla en 8000 partes de agua a 95°C. Después de enfriada, se filtra la lechada, se lava y se seca en un horno a 70°C.

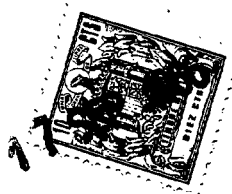
15. El producto tiene una concentración de volumen de pigmento de 5,1%. Se dispersa satisfactoriamente en un medio de tinta para fotograbado agitando la mezcla a 7000 rpm. durante 30 minutos.

20. Se repitió este ejemplo a excepción de que se omite la resina y se reemplazó por un peso igual de sulfato sódico anhidroso. El producto tenía una concentración de volumen de pigmento del 20,5%. No se dispersa satisfactoriamente en un medio de tinta para fotograbado agitándolo según se ha indicado.

25. El Pioneer R31 es soluble en medio de tinta para fotograbado hasta un punto de un 5% por lo menos.

EJEMPLO 16 :

30. Se muelen durante dos días como en el Ejemplo



2, 70 partes de cobre ftalocianina cruda, 30 partes de resina de trementina de madera molida y cribada, 14 partes de dietilanilina y 600 partes de carbonato sódico anhidroso. El polvo molido con sal se elabora como en el Ejemplo 2.

5. El producto que contiene cobre ftalocianina en forma beta cristalográfica, tienen una concentración de volumen de pigmento del 13,1% y se dispersa en barniz litográfico, según se describe en el Ejemplo 2 para dar una tinta azul satisfactoria.

10. Cuando se repite este ejemplo a excepción de que se omiten 30 partes de resina de trementina de madera y se reemplazan por carbonato sódico anhidroso, el producto tiene una concentración de volumen de pigmento del 24,5%. No se dispersa satisfactoriamente según se describe en el Ejemplo 2.

EJEMPLO 17 :

20. Se muelen por sal durante 3 días, según se describe en el Ejemplo 6, 70 partes de lin- quinacridona cruda, 30 partes de resina "Polipale" molida y cribada, 7 partes de dimetilformamida y 600 partes de carbonato sódico anhidroso. El polvo molido con sal se elabora según se describe en el Ejemplo 6.

25. El producto que contiene lin- quinacridona en forma γ cristalográfica se dispersa satisfactoriamente en un medio de pintura alquídica agitándolo como se describe en el Ejemplo 6.

30. Cuando se repite este Ejemplo, a excepción de que se omiten 30 partes de resina "Polipale" y se reemplazan por 30 partes de carbonato sódico anhidroso,



el producto tiene una concentración de volumen de pigmento del 25,0%. No se dispersa satisfactoriamente en un medio de pintura alquídica agitándolo como en el Ejemplo 6.

5. EJEMPLO 18 :

Se muelen durante dos días, como en el Ejemplo 2, 70 partes de cobre ftalocianina cruda, 30 partes de resina "Polipale" H.M. tratada con cal (una resina modificada con sal cálcica), 14 partes de dimetilamina y 600 partes de carbonato sódico anhidroso.

10. El producto se aísla disolviendo la sal en agua, volviendo a preparar una lechada en agua, añadiendo suficiente ácido sulfúrico al 50% para dar una solución al 5%, calentando a 90°C, enfriando a temperatura ambiente, filtrando, lavando y secando a 40°C. Contiene cobre ftalocianina en forma beta cristalográfica y se dispersa satisfactoriamente en barniz litográfico por la técnica descrita en el Ejemplo 2.

- N O T A -

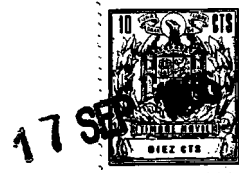
20. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a dos solicitudes de patentes presentadas en Inglaterra, con fechas las dos de 17 de Septiembre de 1965 y la segunda que fué completada el 18 de Agosto de 1966, bajo los números 39721/65 y 39722/65, respectivamente, acogiéndose por tanto, a los beneficios que

25.

30.



- 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: "PROCEDIMIENTO PARA LA MANUFACTURA DE UNA COMPOSICION COLORANTE"; caracterizándose por lo siguiente:
5. 1ª.- Procedimiento para la manufactura de una composición colorante, para la coloración de un medio orgánico, cuya composición contiene ftalocianina de cobre en forma de β -cristal, caracterizado porque comprende la molturación por sal de ftalocianina de cobre cruda con una mezcla compuesta por un 5 a un 67% de su peso de una sustancia resinosa sólida que sea soluble en el citado medio hasta el grado de por lo menos un 5% en peso y por una arilamina N-alquil-monocíclica en cantidad insuficiente para evitar que la mezcla en el molino se comporte esencialmente como un polvo seco, disolver la sal y la arilamina N-alquil-monocíclica de la mezcla y ablandar y volver a endurecer la sustancia resinosa.
10. 2ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la arilamina N-alquil-monocíclica es dimetil-, dietil-, o mono- metilanilina.
15. 3ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la cantidad de sustancia resinosa no excede de 2 partes en peso por cada 3 partes en peso de pigmento.
20. 4ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la molturación por sal se prosigue hasta que las partículas de pigmento en la
- 25.
- 30.

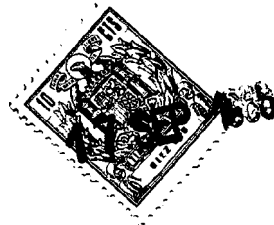


mezcla tienen un tamaño medio inferior a 2 micras.

5. 5ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se reblandece la sustancia y después se vuelve a endurecer.
10. 6ª.- Procedimiento, según la reivindicación 5ª, caracterizado porque el reblandecimiento y nuevo endurecimiento tienen lugar durante la operación de disolución de la sal o después de dicha operación.
15. 7ª.- Procedimiento, según la reivindicación 6ª, caracterizado porque el reblandecimiento y nuevo endurecimiento se realizan por calentamiento y posterior enfriamiento.
20. 8ª.- Procedimiento, según la reivindicación 6ª, caracterizado porque el reblandecimiento se consigue añadiendo a una suspensión acuosa de pigmento molido por sal y sustancia resinosa un líquido que sea disolvente de la sustancia resinosa y tenga una solubilidad en agua de por lo menos, un 0,1% en peso y el nuevo endurecimiento se realiza haciendo desaparecer con agua el disolvente.
25. 9ª.- Procedimiento, según la reivindicación 6ª, caracterizado porque el reblandecimiento se realiza añadiendo a una suspensión acuosa de pigmento molido por sal y sustancia resinosa un líquido de naturaleza tal y en tal cantidad que produzca una mezcla acuosa que ablande la resina cuando se calienta, y se calienta la mezcla para producir el reblandecimiento citado.
30. 10ª.- Procedimiento, según la reivindicación



- 9^a, caracterizado porque el nuevo endurecimiento se consigue añadiendo agua a la mezcla.
5. 11^a.- Procedimiento, según la reivindicación 9^a, caracterizado porque el nuevo endurecimiento se realiza por enfriamiento.
- 12^a.- Procedimiento, según la reivindicación 9^a, caracterizado porque el nuevo endurecimiento se realiza por destilación del disolvente.
10. 13^a.- Procedimiento, según la reivindicación 9^a, caracterizado porque el nuevo endurecimiento se realiza añadiendo cloruro de calcio o bario a la mezcla.
15. 14^a.- Procedimiento, según la reivindicación 1^a, caracterizado porque el pigmento es un pigmento de quinacridona.
- 15^a.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la sustancia resinosa es colofonia o una colofonia químicamente modificada.
20. 16^a.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizado porque la etapa de molturación por sal se realiza en presencia de un líquido orgánico para regular la forma del cristal del colorante, siendo insuficiente la cantidad de líquido orgánico para evitar que la mezcla en el molino se comporte esencialmente como un polvo seco.
25. 17^a.- "Procedimiento para la manufactura de una composición colorante"; tal y como queda



substancialmente descrito en la presente Memoria.

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

Madrid,

17 SEP 1938

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED,

GÓMEZ ACEDO Y MOJER
D.º. Firmado: F. Hernández Ruiz

A large, stylized signature or scribble in black ink is written over the text. It consists of several overlapping loops and lines, partially obscuring the words 'Madrid,' and 'IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED,'.

