

342590

P.- 35.333

Case G-668



Memoria descriptiva

342590

para solicitar PATENTE DE INVENCION por VEINTIUNOS años

a nombre de GENERAL ANILINE & FILM CORPORATION

entidad / de nacionalidad norteamericana

con domicilio en 140 West 51st Street, Nueva York, N.Y.,
Estados Unidos de América.

por: " UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA COMPO-
SICION ADECUADA PARA SER INCORPORADA EN VEHICU-
LOS CIGARETOS "

(Clase Internacional CC9d)



Esta invención se refiere a una nueva y útil composición (composición de materia) que consta de un pigmento en mezcla con un polímero alcoholado de un monómero N-vinílico heterocíclico, adecuado para su incorporación en vehículos oleorresinosos.

La expresión "vehículos oleorresinosos" se emplea en la Memoria aludiendo a composiciones de recubrimiento, por ejemplo aceites secantes, oleoresinas, resinas alquídicas, pinturas, pinturas al aceite, esmaltes, lacas alcohólicas, barnices, lacas de nitrato de celulosa o acetato de celulosa, barnices litográficos para tintas de impresión, barnices o lacas alcohólicos para tintas de imprimir, emulsiones acuosas de látex natural o artificial, o disoluciones acuosas que contiene aglomerantes solubles en agua (cola, caseína, metil celulosa, poli(alcohol vinílico), carboximetil celulosa, y similares), utilizados en pinturas al agua.

Hasta ahora, al incorporar pigmentos orgánicos o inorgánicos en pinturas, lacas, tintas litográficas y otras composiciones líquidas, se acostumbraba a moler el pigmento con la composición de recubrimiento (o con uno o más componentes líquidos de la misma) en un molino de bolas o en un molino de tres rodillos, para asegurar una completa dispersión del pigmento, evitar los granos o manchas en los recubrimientos producidos con la misma, debidos a partículas o aglomerados de pigmento no dispersado, y para mantener o mejorar la intensidad de color del pigmento. Sin embargo, estas operaciones de molienda no solamente son caras y consumen tiempo, sino que también requieren el uso y mantenimiento de un equipo pesado, o complicado.

342590



Para obviar estas dificultades, ha sido pro-
puesto, en las Patentes U.S. 3.088.837 y 3.166.429, expedi-
das a la General Aniline and Film Corporation, utilizar un
polvo de pigmento o pasta de pigmento que contiene N-vinil
5 pirrolidona y otros compuestos de pirrolidona. Aunque el
empleo de estos compuestos de pirrolidona contribuyó sus-
tancialmente al progreso de la técnica, han quedado sin re-
solver muchos problemas. Es sabido, por ejemplo, que los
homopolímeros de monómeros N-vinílicos heterocíclicos, así
10 como los compuestos de pirrolidona antes mencionados, son
solubles en agua y disolventes orgánicos tales como los al-
coholes, éter-alcoholes, aminas, y otros disolventes orgá-
nicos polares, pero insolubles en hidrocarburos alifáticos
tales como el hexano, heptano, ciclohexano, metilciclohexa-
15 no, esencias minerales, aceite mineral, aceite lubricante,
y otros disolventes orgánicos no polares. Dadas estas ca-
racterísticas de solubilidad, el empleo de estos compues-
tos solubles en agua como dispersantes para pigmentos ade-
cuados para su incorporación en vehículos oleorresinoso, dá
20 lugar al problema de la separación y pérdida por sangrado
de los compuestos solubles en agua. Además, ha sido extre-
madamente difícil obtener vehículos oleorresinosos colorea-
dos en tonos intensos y con fuerte poder cubriente. Por
ello, se han investigado durante mucho tiempo composiciones
25 de pigmentos satisfactorias con bajo grado de higroscopici-
dad y mayor resistencia a la humedad, juntamente con una ca-
pacidad para dar mayor intensidad de color a un vehículo
oleorresinoso.

Se ha descubierto ahora que este problema y
30 las dificultades anteriormente citadas pueden resolverse
utilizando esta nueva composición de pigmento.



La presente invención proporciona una composición que consta de un pigmento en mezcla con un polímero alcoholilado de un monómero N-vinílico heterocíclico, adecuada para ser incorporada en vehículos oleorresinosos.

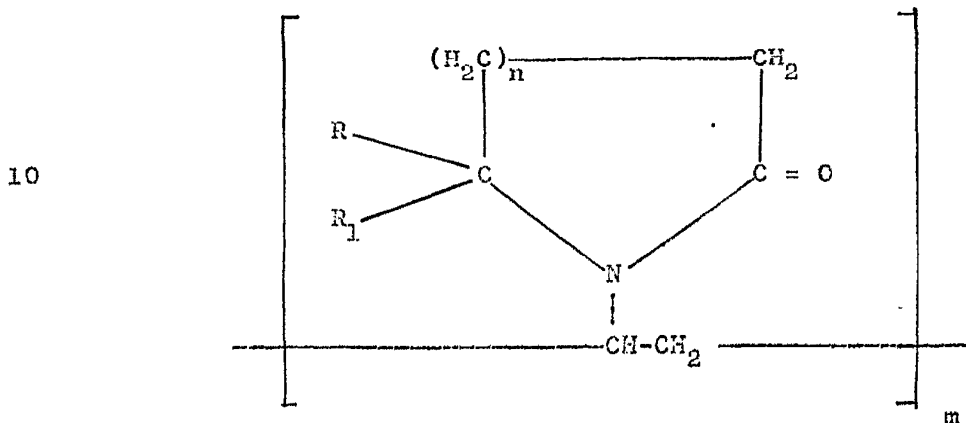
5 La invención proporciona además vehículos oleorresinosos que contienen la nueva composición de pigmento, así como un método para su incorporación.

Los polímeros de monómeros N-vinil heterocíclicos mezclados con el pigmento al poner en práctica la presente invención, son los preparados por alcoholilación de
10 un homopolímero o copolímero de un monómero N-vinílico heterocíclico, preferiblemente un monómero de N-vinil lactama, y lo más preferiblemente un monómero de N-vinil pirrolidona, con una alfa-olefina que contiene desde 2 átomos
15 de carbono hasta 2000 átomos de carbono, preferiblemente en el intervalo de 2 a 200 átomos de carbono, y más preferiblemente en el intervalo de desde 8 a 42 átomos de carbono, o polimerizando y alcoholilando simultáneamente una mezcla que contiene un monómero N-vinílico heterocíclico, un
20 monómero polimerizable monoetilénicamente no saturado, y una alfa-olefina que contiene de 2 a 2000 átomos de carbono, o una mezcla de dos diferentes monómeros N-vinil heterocíclicos y una alfa-olefina que contiene de 2 átomos de carbono a 2000 átomos de carbono.

25 Como ejemplos de monómeros N-vinil heterocíclicos que contienen un grupo funcional carbonilo adyacente al átomo de nitrógeno en la parte heterocíclica, cuyos derivados poliméricos alcoholilados pueden ser utilizados para preparar la composición de la presente invención, pueden
30 citarse la N-vinil succinimida, N-vinil diglicolimida, N-vi



nil glutarimida, N-vinil-3-morfolinona, N-vinil-5-metil-
 3-morfolinona, N-vinil-5-etil-3-morfolinona, N-vinil oxa-
 zolidona y las lactamas N-vinílicas oxigenadas en el anillo,
 y especialmente las N-vinil lactamas de 5, 6 y 7 miembros,
 particularmente la N-vinil pirrolidona, caracterizadas por la siguiente fórmula:



15 en la que R y R₁ estén seleccionados del grupo que consta de hidrógeno metilo, y etilo; n es un número entero de 1 a 3, y m representa el peso molecular medio, determinado por medidas de viscosidad relativa, que se indican en forma de valores K.

20 El coeficiente de viscosidad, K, que es explicado perfectamente en Modern Plastics, Vol. 23, nº 3, págs. 157-61, 212, 214, 216 y 218 (1945), se calcula como sigue:

25

$$\frac{\log \eta_{rel}}{c} = \frac{75 K_0^2}{1 + 1,5 K_0 c} + K_0;$$

y K = 1000 K₀

en la que c es la concentración, en gramos por 100 ml., de polímero en disolución, y la η_{rel} es la viscosidad de la disolución comparada con la del disolvente.

30 Pueden utilizarse también los polímeros al-

342590



cohilados de monómeros comparables de las tiolactamas N-vinílicas de 5, 6 y 7 miembros, N-acriloilpirrolidona, -piperidona y -caprolactama; N-acriloil-5-metil-pirrolidona, N-acriloil-6-metil-piperidona y N-acriloil-7-metil caprolactama, y sus correspondientes derivados de 5-, 6- y 7-etilo; N-acriloxi-metil-pirrolidona, -piperidona y -caprolactama; N-metacriloxi-etil-pirrolidona, -piperidona y -caprolactama; N-metacriloxi-metil-5-metil-pirrolidona, -6-metil-piperidona y -7-metil-caprolactama; N-metacrilamido-metil-, N-metacrilamidoetil-, N-metacrilamidopropil- y N-(N-fenilacrilamidopropil)-pirrolidonas, -piperidonas y -caprolactamas.

Los homopolímeros de las N-vinil lactamas caracterizadas por la fórmula anterior (cuyos derivados alcoholados son adecuados para su utilización en la práctica de la presente invención) son obtenidas fácilmente homopolimerizando N-vinil pirrolidona; N-vinil-5-metil-pirrolidona; N-vinil-5-etil-pirrolidona; N-vinil-5,5-dimetil-pirrolidona; N-vinil-5,5-diethyl-pirrolidona y N-vinil-5-metil-5-etil pirrolidona; N-vinil piperidona; N-vinil-6-metil piperidona; N-vinil-6-etil piperidona; N-vinil-6,6-dimetil piperidona; N-vinil-6,6-diethyl piperidona y N-vinil-6-metil-6-etil piperidona; N-vinil caprolactama; N-vinil-7-metil caprolactama; N-vinil-7,7-dimetil caprolactama; N-vinil-7-etil caprolactama; N-vinil-7,7-diethyl caprolactama, y N-vinil-7-metil-7-etil-caprolactama.

Para los fines de la presente invención se utilizan derivados alcoholados de homopolímeros de monómeros N-vinílicos heterocíclicos que tienen un valor de K que varía entre aproximadamente 10 y 140, y preferiblemente en-

342590



tre aproximadamente 50 y 100. Estos homopolímeros se obtienen fácilmente por procedimientos convencionales de homopolimerización de los monómeros N-vinílicos heterocíclicos anteriores.

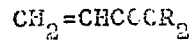
5 Todos los homopolímeros de N-vinil lactamas caracterizadas por la fórmula general anterior son solubles en agua, alcoholes y ciertas clases de disolventes orgánicos, pero insolubles en los hidrocarburos alifáticos y aromáticos del tipo anteriormente mencionado en la Memoria.

10 Los copolímeros obtenidos copolimerizando de 5 a 99 moles por ciento de los monómeros N-vinil heterocíclicos anteriores con de 1 a 95 moles por ciento de un monómero monoetilénicamente no saturado polimerizable, y que tienen un valor K de desde aproximadamente 10 hasta 140,
15 son alcoholados fácilmente según la presente invención, para dar productos que tienen características de solubilidad dictadas por el uso final.

 Los diferentes monómeros polimerizables monoetilénicamente no saturados que son copolimerizados con
20 cualquiera de los monómeros N-vinílicos heterocíclicos antes mencionados de la forma convencional, y que producen polímeros que son alcoholados fácilmente para producir copolímeros alcoholados adecuados para ser empleados en la práctica de la presente invención, incluyen los ésteres vi-
25 nílicos tales como el acetato de vinilo, propionato de vinilo, butirato de vinilo, isobutirato de vinilo, lactato de vinilo, caproato de vinilo, caprilato de vinilo, oleato de vinilo y estearato de vinilo; el acrilonitrilo; vinil cetona, vinil ciclohexano; estireno; 2-vinil piridina, 4-vinil
30 piridina; ácido acrílico; monómeros de ésteres de acrilato



de la fórmula



en la que R_2 representa, o bien un alcohol de cadena rec-
ta o ramificada de desde 1 a 18 átomos de carbono, o un al-
5 coxialcohol en el que el número total de átomos de carbo-
no en los grupos alcohol varía entre 3 y 6.

Como ejemplos de estos ésteres de acrilato,
son ilustrativos los siguientes: acrilatos de metilo, eti-
lo, propilo, isopropilo, butilo, isobutilo, butilo secunda-
10 rio, 2-metil-1-butilo, 3-metil-1-butilo, 2-etil-1-butilo,
amilo, 3-pentilo, 2-metil-1-pentilo, 4-metil-2-pentilo, he-
xilo, 2-etil hexilo, heptilo, 2-heptilo, octilo, 2-octilo,
nonilo, 5-etil-2-nonilo, decilo, 2-metil-7-etil-4-undecilo,
dodecilo, tetradecilo, hexadecilo, octadecilo, 2-metoxieti-
15 lo, 2-etoxietilo y 2-butoxietilo; monómeros metacrílicos,
tales como el ácido metacrílico, metacrilato de metilo, me-
tacrilato de ciclohexilo, metacrilato de isobutilo, meta-
crilato de isoamilo, metacrilato de beta-metoxi etilo, y
metacrilato de alfa-(o-clorofenil) etilo, metacrilato de
20 beta-fenoxi etilo, metacrilato de alfa-fenil-etilo, meta-
crilato de fenilo, metacrilato de o-cresilo, metacrilato
de p-ciclohexilfenilo, metacrilato de 2-nitro-2-metil pro-
pilo, metacrilato de dietilaminoetilo, metacrilato de ace-
tato de etilideno y metacrilato de glicídilo, incluyendo
25 los ésteres de los ácidos halógeno-acrílicos ó ácidos acrí-
licos halogenados, tales como el 2-cloroacrilato de metilo,
alfa-cloroacrilato de etilo, alfa-cloroacrilato de fenilo,
ácido alfa-etilacrílico; metacrilonitrilo; acrilamidas N-al-
cohol y N-aril sustituidas, tales como la N-metil acrilami-
30 da, N-etil acrilamida, N-propil acrilamida, N-n-butyl acri-

342590



lamida, N-n-dodecil acrilamida, N-n-octadecil acrilamida, N,N-dimetil acrilamida, N,N-dietil acrilamida, N,N-di-n-butil acrilamida, N,N-di-isobutil acrilamida, N-ciclohexil acrilamida, N,N-diciclohexil acrilamida, N-fenil acrilamida, N-p-nitrofenil acrilamida, N-alfa-naftil acrilamida, N-beta-naftil acrilamida, N-metil-N-fenil acrilamida, N,N-difenil acrilamida, N-benzil acrilamida, N,N-di-benzil acrilamida, y los monómeros injertados.

También puede ser copolimerizada una mezcla que consta de desde 5 a 99 moles por ciento de cualquiera de los monómeros N-vinílicos heterocíclicos anteriores, y de 1 a 95 moles por ciento de un monómero N-vinílico heterocíclico diferente, tal como por ejemplo N-vinil lactama y N-vinil succinimida, ó N-vinil-5-morfolinona, y el copolímero resultante puede ser alcoholado para su empleo en la presente invención.

Ha de indicarse que cualquier copolímero que contiene no menos de 5 moles por ciento del monómero N-vinílico heterocíclico, y que es soluble en el disolvente orgánico, es alcoholado fácilmente según la presente invención. Por medio de numerosos experimentos relacionados con la presente invención, se ha comprobado que la configuración de los monómeros monoetilénicamente no saturados anteriores, y otros muchos, es indiferente, ya que todos ellos se copolimerizan en las proporciones antes citadas con los monómeros N-vinílicos heterocíclicos, y producen copolímeros que son solubles en el disolvente orgánico o sus mezclas, y que son alcoholados fácilmente.

Con respecto a las alfa-olefinas empleadas para producir los polímeros alcoholados utilizados en la



práctica de esta invención, puede ser empleada como agente alcoholante para los polímeros alcoholados de los varios monómeros N-vinílicos heterocíclicos, cualquier alfa-olefina con un peso molecular de desde aproximadamente 28 hasta un valor tan alto como aproximadamente 28.000. Como ejemplos de estas alfa-olefinas son ilustrativas las siguientes: etileno, propileno, 1-buteno, 1-penteno, 2-etil-1-buteno, 2-metil-1-penteno, 1-hexeno, 5-metil-1-hexeno, 2-metil-1-penteno, 3-etil-1-penteno, 1-hepteno, 1-octeno, 1-noneno, 2-etil-1-hexeno, 1-deceno, 1-dodeceno, 1-tetradeceno, 1-hexadeceno, 1-heptadeceno, 1-octadeceno, 1-nonadeceno, 1-eicoseno, 1-docoseno, 1-tetracoseno, 1-pentacoseno, y pueden emplearse polibutenos de peso molecular de 400 a 2500.

Aunque se prefieren alfa-olefinas lineales a causa de su disponibilidad en el comercio, también pueden emplearse en la reacción de alcoholación numerosos isómeros de alfa-olefinas, que varían desde 1-penteno hasta 1-pentacoseno, así como polibutenos, si el isómero contiene una insaturación etilénica en su posición alfa.

En lugar de emplear cualquiera de las alfa-olefinas individuales anteriores, puede utilizarse también, como agente alcoholante, una mezcla de alfa-olefinas comerciales lineales producidas craqueando parafina de petróleo o polimerizando olefinas inferiores. Las alfa-olefinas en el intervalo de átomos de carbono de $C_6 - C_7$; $C_7 - C_9$; $C_9 - C_{11}$; $C_{11} - C_{15}$, y $C_{15} - C_{20}$ están disponibles en el comercio, y pueden ser utilizadas. También está disponible en el comercio una mezcla de alfa-olefinas que contienen desde 65 a 75 por ciento de alfa-olefinas de desde 20 a 42

342590



átomos de carbono, con un peso molecular promedio de 366, y esta mezcla es utilizada en la reacción de alcoholación.

Los pigmentos adecuados para ser empleados en las presentes composiciones de esta invención incluyen pigmentos inorgánicos, tales como el óxido de titanio, negro de humo, amarillo de cromo, azul ultramarino, litopón, amarillo de óxido y similares, así como pigmentos orgánicos, tales como los verdes de ftalocianina, azules de ftalocianina, rojo carmín, y similares, como también sus mezclas, incorporados hasta ahora en los vehículos oleorresinosos antes mencionados y en otras composiciones de recubrimiento similares. Estos pigmentos se encuentran normalmente en forma finamente dividida, obtenida, por ejemplo, por precipitación a partir de una disolución, formación de pasta, empastación con ácidos, y finalmente molienda en estado seco. Los pigmentos secos en polvo así obtenidos están en un estado de subdivisión fino sustancialmente uniforme.

La cantidad de estos polímeros alcoholados de monómeros N-visílicos heterocíclicos que se emplea para una cantidad dada de pigmento, ha de ser suficiente al menos para desflocular los aglomerados de pigmento al ser mezclados con el colorante en el medio en que es puesta en suspensión el color.

No son críticas las cantidades de dichos polímeros alcoholados utilizadas en exceso sobre el mínimo antes dicho, pero, por conveniencia y economía, las cantidades que generalmente se emplean ventajosamente varían entre 0,01 y 2-3 veces el peso del pigmento, y están preferiblemente entre 1 y 100 partes por 100 partes en peso del



pigmento.

La composición de pigmento resultante de esta invención puede ser incorporada directamente con facilidad en los vehículos oleorresinosos antes citados, de cualquier manera deseada, como por ejemplo por simple mo-

5 lienda o mezclado en seco. Alternativamente, la composición de pigmento y polímero alcoholado puede ser diluída primeramente con un disolvente compatible con la composición resinosa de recubrimiento, y ser agitada la suspensión

10 resultante en la composición resinosa de recubrimiento, o, si se desea, el polímero alcoholado puede ser incorporado primero per se en el vehículo oleoresinoso, y ser añadido después el pigmento separadamente. La cantidad de composición de pigmento en el vehículo oleorresinoso pigmentado

15 final depende, naturalmente, del uso que se piense dar al vehículo pigmentado, y de la conveniencia en el manejo de la composición pigmentada que se incorpora. Independiente

20 mente de la forma en la que los polímeros alcoholados de los monómeros N-vinílicos heterocíclicos son incorporados en los vehículos oleorresinosos, las composiciones pigmentadas se distribuyen rápida y uniformemente en toda la masa de los vehículos oleorresinosos, dando un producto uniformemente pigmentado, desprovisto de manchas, gránulos, vetas y motas. Además, la intensidad del color del vehículo oleo

25 rresinoso pigmentado, es decir su poder cubriente y la intensidad de color, es sustancialmente superior a la de un vehículo coloreado con el mismo pigmento que no ha sido tratado con los polímeros alcoholados de la presente invención. Este ilógico y sorprendente aumento en poder tintóreo se pone

30 en evidencia por el hecho de que incluso los pigmentos

342590



tratados con polivinil pirrolidona no alcohilada, o copolímeros no alcohilados de polivinil pirrolidona, no producen este efecto al ser incorporados en vehículos oleorresinosos. Además, no hay separación o "sangrado" de los polímeros alcohilados de los vehículos oleorresinosos pigmentados, ya que estos polímeros alcohilados, a diferencia de los compuestos y monómeros de pirrolidona anteriormente utilizados, son insolubles en agua, pero solubles en disolventes orgánicos no polares, tales como los hidrocarburos alifáticos, aceites minerales y lubricantes, etc. Así pues, no se encuentran dificultades para colorear vehículos oleorresinosos empleando las nuevas composiciones de pigmentos de esta invención.

Los ejemplos siguientes ilustran la presente invención. Ha de entenderse que todas las partes, tanto por ciento y proporciones a los que se hace referencia en esta Memoria y en las reivindicaciones anexas son en peso, a no ser que se indique otra cosa.

EJEMPLO I

Fue preparada una serie de composiciones de pigmentos mezclando 100 partes en peso de pigmento con 1 a 100 partes en peso de varios polímeros alcohilados de un monómero N-vinílico heterocíclico, según la invención, para formar una pasta adecuada para ser incorporada en vehículos oleorresinosos. Las composiciones pigmentadas se muestran en la Tabla siguiente:

342590



T A B L A I

Pigmento	Número N-vinílico heterocíclico		alfa-olefina
A. Azul de ftalocianina	1 mol de N-vinil pirrolidona. K-90		1 mol de alfa-eicoseno
B. id.	0,5 moles	id.	0,35 moles id.
C. id.	0,5 moles	id.	0,375 moles id.
D. Verde de ftalocianina	1,0 mol	id.	0,50 moles de Chevron (una mezcla de alfa-olefinas de C ₁₂ -C ₂₀)
E. id.	0,7 moles de N-vinil pirrolidona K-30		0,56 moles de alfa-deceno
F. id.	0,5 moles	id.	0,377 moles de (66% de alfa-hexadeceno y 34% de alfa-octadeceno)
G. id	0,25 moles	id.	1 mol de alfa-dodeceno
H. id	1 mol	id	1 mol de alfa-tetradeceno
I. id.	1 mol de N-vinil-5-metil pirrolidona K-35		1 mol de alfa-eicoseno
J. id.	100 g. de copolímero de 70% de N-vinil caprolactama/30% de N-vinil-5-metil pirrolidona		1 mol de alfa-octadeceno
K. id.	1 mol de N-vinil-2-pirrolidona y 0,45 moles de acetato de vinilo		1,5 moles de alfa-hexadeceno

Las anteriores composiciones de pigmentos se caracterizan por su insolubilidad en agua, y son todas adecuadas para ser incorporadas en vehículos oleorresinosos, para formar composiciones de recubrimiento pigmentadas uniformes. Pueden prepararse composiciones de pigmentos similares intercambiando los pigmentos y los polímeros



alcoholados, o utilizando mezclas de más de un pigmento
y/o más de un polímero alcoholado, así como sustituyendo
los otros diversos polímeros alcoholados mencionados en
la presente Memoria descriptiva y que entran en el objeto
de esta invención.

Ejemplos de pigmentos preferidos por los
que pueden ser sustituidos los pigmentos de ftalocianina
de las composiciones anteriores son el azul Nilori, verde
de Oxido de cromo, rojo de toluidina, violeta de dioxazi-
na, isoviolantrona clorada, Lithol Red 2G, Verde de Cromo,
pigmentos azoicos carmines procedentes de la copulación
de o-anisidina-5-sulfondietilamida con 2-hidroxi-3-ácido
naftoico-5'-cloro-2', 4'-dimetoxianilida, productos amari-
llos de condensación de 2-hidroxi-naftaldehido con hidrazi-
na, Cere lición (óxido férrico), derivados clorados y broma-
dos de ftalocianina de cobre, azul de ftalocianina de co-
bre, pigmento azoico rojo procedente de la copulación de
di-anisidina tetraazotada con 1-fenil-3-metil-pirazolona-
5, pigmento monoazoico amarillo de la copulación de p-clo-
ro-o-nitroanilina diazotada con acetoacet-o-cloroanilida,
pigmento diazoico naranja de la copulación de 2,2'-diclo-
robencidina tetra-azotada con 1-fenil-3-metil-pirazolona-5,
laca roja de bario de cloroante azoico procedente de la co-
pulación de m-toluidina-sulfoácido diazotado con beta-naf-
tol, Pigment Orange (cromato molibdato de plomo), Sudan
Orange RA, Rojo de antraquinona MR, Sudan Blue GA, negros
de humo y dióxidos de titanio.

Otros polímeros alcoholados preferidos que
pueden ser utilizados en lugar de los polímeros alcohola-
dos presentes en las composiciones anteriores, son los po-

342590



límeros alcoholados tales como la N-vinil pirrolidona K-90 alcoholada con 1-deceno, etileno, 1-buteno ó 1-octeno; N-vinil piperidona alcoholada con 1-dodeceno; un copolímero de N-vinil piperidona (70%), acetato de vinilo (30%) alcoholado con 1-eicoseno; N-vinil-épsilon-caprolactama alcoholada con 1-hexadeceno; copolímero de N-vinil-épsilon-caprolactama (80%)/acrilato de etilo (20%), alcoholado con 1-dodeceno; N-vinil pirrolidona K-30 alcoholada con una mezcla de alfa-olefinas que contienen de 65 a 75% de olefinas de $C_{22}-C_{42}$ con un peso molecular promedio de 395; así como polímeros alcoholados formados polimerizando y alcoholando simultáneamente N-vinil-2-pirrolidona, metacrilato de dimetilaminoetilo, y alfa-eicoseno; N-vinil-3-piperidona; N-vinil-3-morfolinona y alfa-octadeceno; y N-vinil caprolactama, acrilato de etilo y alfa-dodeceno.

EJEMPLO II

Dos partes de pigmento al 100%, verde ftalocianina en forma de torta de filtro-prensa, fueron bañadas con dos partes de polivinil pirrolidona alcoholada, obtenida alcoholando N-vinil pirrolidona K-90 con Chevron (una mezcla de olefinas de $C_{12}-C_{20}$), sobre una placa de acero inoxidable. La expresión "bañada" quiere decir que el agua que recubría el pigmento fué sustituida por la polivinil pirrolidona alcoholada. Las trazas restantes de agua fueron separadas por secado sobre una placa de vapor a aproximadamente 70-80°C. La composición de pigmento bañada fué después incorporada en resina alquídica universal K1335 empleando un molino Hoover. La composición de pigmento resultante se caracterizaba por su excelente poder tintóreo, la distribución uniforme de pigmento en toda la masa de la resina, y



la ausencia en las resinas de vetas, motas y gránulos de pigmento coloreados. Además, esta muestra de resina recubierta, al ser comparada, sobre una base de igual cantidad de pigmento, con una muestra de la misma resina coloreada con el pigmento no tratado original que carecía de pigmento alcohólico alguno, mostró un gran aumento en poder tintóreo.

EJEMPLO III

Se preparó una serie de muestras de barnices coloreados incorporando, en cada uno de los casos, 0,5 g. de pigmento coloreado en una cantidad de barniz de nitrocelulosa que tenía la siguiente composición:

16,2 g. de nitrocelulosa RS (1/2 sg.)
7,4 g. de resina glicolítica (condensado de glicol de etileno-anhídrido ftálico)
12,0 g. de metanol
16,8 g. de etanol
5,8 g. de butanol
14,0 g. de acetato de etilo
5,9 g. de acetato de butilo
5,4 g. de tolueno
4,0 g. de xileno
4,6 g. de ftalato de dibutilo

Las composiciones de pigmentos empleadas eran las composiciones A, D y F del Ejemplo I. Los recubrimientos producidos por este procedimiento mostraron un elevado poder tintóreo y una uniforme dispersión del pigmento.

EJEMPLO IV

Se prepararon dos muestras de barniz vinílico pigmentado, mezclando, en cada caso, 0,5 g. de una



composición de pigmento con un barniz vinílico que tenía la composición siguiente:

- 16 g. de Vinylite VYMH (un copolímero de cloruro de vinilo y acetato de vinilo)
- 17 g. de metil-isobutil-cetona
- 9 g. de di-n-amil-cetona
- 13 g. de tolueno

Los pigmentos empleados eran el A y el D del Ejemplo I. Estas muestras pigmentadas fueron extendidas sobre papel de aluminio, y mostraron alto poder tintóreo y coloración uniforme.

EJEMPLO V

Fueron preparadas muestras de barniz litográfico pigmentado, añadiendo 50 mg. de composición pigmentada a 5 g. de barniz litográfico que constaba de dos partes de óxido de cinc y una parte de barniz de aceite de linaza espesado. Cada una de las muestras fué mezclada con una espátula sobre la placa de base de un molino automático Hoover (ASTM D-387-52T), en el que cada una de las muestras fué sometida a 4 ciclos de 25 revoluciones cada uno a una presión de 10,5 Kg. Las composiciones de pigmento empleadas eran las composiciones A y B del Ejemplo I. Se hicieron extensiones con cada una de las muestras, y mostraron excelente poder tintóreo.

EJEMPLO VI

Se prepararon tres muestras de un barniz de resina alquídica pigmentado, incorporando 20 g. de composición de pigmento (composiciones de pigmento A, D y F del Ejemplo I) en una mezcla de 200 g. de una resina de base alquídica (preparada a partir de 42% de aceite de soja,



42% de anhídrido ftálico y 16% de glicerina) con 70 g. de xileno, 10 g. de cada una de las composiciones de resina recubierta resultantes fueron diluidos en 40 g. de un esmalte compuesto de óxido de titanio, 4% de naftenato de cobalto, 22% de alcohol mineral y 16% de la resina de base antedicha. Los recubrimientos producidos por este procedimiento mostraron un alto poder tintóreo y una dispersión uniforme del pigmento.

EJEMPLO VII

10 Dos partes de la composición de pigmento (composición D del Ejemplo I) se incorporaron en 100 partes de barniz de nitrocelulosa que tenía la composición siguiente:

- 27 partes de nitrocelulosa RS 1/2 seg.
- 15 12,4 partes de resina alquídica de glicerina-ftalato
- 14,5 partes de etanol
- 9,5 partes de butanol
- 15,7 partes de acetato de etilo
- 6,5 partes de acetato de butilo
- 20 6,6 partes de xileno
- 7,7 partes de ftalato de dibutilo

El barniz resultante fué extendido sobre hoja de aluminio y se dejó secar, dando el recubrimiento por endurecimiento un tono verde brillante.

25 Pueden obtenerse resultados similares sustituyendo el barniz anterior de nitrocelulosa por otros vehículos oleorresinosos, tales como barniz de resina vinílica, barnices de aceites secantes, barniz litográfico, barnices modificados por resinas fenólicas y alquídicas, pinturas de disolventes alquídicas, etc.

342590



EJEMPLO VIII

Para demostrar que las composiciones pigmentadas de polímeros alcoholados de la presente invención, al ser incorporadas a un vehículo oleorresinoso, dan como resultado vehículos oleorresinosos pigmentados uniformemente, que no sólo están desprovistos de manchas, gránulos, veteado o motas, sino que también muestran un aumento sustancial en poder coloreante, se llevaron a cabo los siguientes ensayos comparativos.

10 Siguiendo un procedimiento idéntico en cada experimento, 5 tortas de filtro-prensa de verde de ftalocianina fueron sometidas, cada una de ellas, a un baño del 50% con un agente dispersante diferente. La primera torta de filtro fué "bañada" con el polímero alcoholado, 15 N-vinil pirrolidona K-90 alcoholada con Chevron (una mezcla de alfa-olefinas de C₁₂-C₂₀), la segunda con aceite de linaza crudo; la tercera con copolímero de N-vinil pirrolidona/acetato de vinilo; la cuarta con resina alquídica Universal X1535, y la quinta torta de filtro con polivinil 20 pirrolidona K-90. 0,500 g. de cada uno de los pigmentos tratados anteriores fueron dispersados en 50,0 g. de Esmalte 1209 Dutch Boy de alto brillo - Base de mezclado intenso.

Una comparación entre los resultados mostró, 25 incluso por mera inspección visual, que el vehículo oleorresinoso coloreado con el pigmento tratado con el polímero alcoholado de la presente invención (la primera torta de filtro-prensa) mostraba un aumento en intensidad de color o poder colorante que era al menos el doble que el de cada 30 uno de los vehículos oleorresinosos coloreados con las com

342590



posiciones de pigmento (tortas de filtro dos a cinco) que fueron tratadas con los dispersantes no alcoholados.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, el 6 de Julio de 1966, bajo el nº 565.031, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Un procedimiento para preparar una composición adecuada para ser incorporada en vehículos oleo-resinosos caracterizado porque se añade un pigmento a, al menos, 1% de un polímero alcoholado de un monómero N-vinílico heterocíclico en el que el radical alcoholílico del polímero contiene de 2 a 2000 átomos de carbono.

2.- Un procedimiento según se reivindica en la reivindicación 1, caracterizado además porque el radical alcoholílico contiene de 8 a 42 átomos de carbono.

3.- Un procedimiento según se reivindica en la reivindicación 1, caracterizado además porque el polímero alcoholado es un polímero alcoholado de un monómero de N-vinil lactama.

342590



4.- Un procedimiento según se reivindica en la reivindicación 1, caracterizado porque el polímero alcoholado es un polímero alcoholado de un monómero de polivinil pirrolidona.

5

5.- Un procedimiento según se reivindica en las reivindicaciones 1, 3 ó 4, en el que se añade además a dicha composición un compuesto oleorresinoso.

10

6.- " UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION ADECUADA PARA SER INCORPORADA EN VEHICULOS OLEORRESINOSOS "

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de veintidós hojas escritas por una sola de sus caras.

Madrid,

3 JUL 1967

P. A.

Albergo de Elbray
Por Fdo.

342590