

CASE 6832/E

382502

REGISTRACION TECNICA	_____
REGISTRACION N.º C	_____
CLASE <u>C09</u>	_____
SUBCLASE <u>B</u>	_____

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES PIGMENTARIOS", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

- Se ha propuesto ya un procedimiento para preparar colorantes pigmentarios que se caracteriza por emplearse, como soporte del colorante, un producto de condensación de aminotriacina y aldehído (véase la patente suiza 196.354). El producto de condensación de aminotriacina y aldehído se endurece antes o después de la unión con el colorante o durante ella y luego se muele finamente. Se emplean tanto colorantes solubles en agua como colorantes insolubles en agua, finamente divididos.
- 5.
10. Pese a su evidente ventaja de la transformación de colorantes sencillos, solubles, en pigmentos

POOR
QUALITY

382502



- insolubles y capaces de extracción, este procedimiento no ha hallado ningún empleo industrial. El motivo es el siguiente: el tamaño, y también la forma, de las partículas del pigmento están determinados en este procedimiento por un proceso de desmenuzación mecánico. Sabido es que aún por medio de las máquinas desmenuzadoras más eficaces no se puede reducir el tamaño de las partículas a menos de 1 micra. Las partículas obtenidas por desmenuzación mecánica presentan en general una amplia distribución de tamaños y tienen formas irregulares. Esto afecta particularmente a los productos de condensación de aminotriacina y aldehído endurecidos, que a causa de su fragilidad y carácter vidrioso se rompen durante la molturación en esquirlas irregulares de tamaño muy diferente. Esta falta de homogeneidad en la forma y el tamaño tiene por consecuencia una serie de desventajas cuando tales productos se emplean como pigmentos colorantes:
5. a) su adherencia con aglutinantes a las fibras textiles es escasa. Se desprenden por frote con facilidad. Por lo tanto no son aptos para la estampación textil.
 10. b) Reducen la solidez de las fibras sintéticas cuando éstas se tiñen en la masa con tales pigmentos colorantes.
 15. c) Si se los emplea para teñir barnices, resultan películas mates.
 20. d) Dado que la resistencia mecánica de los artículos de caucho y de plástico se reduce de manera significativa por proporciones muy pe-
 - 25.

382502



queñas de partículas groseras irregulares, los artículos de caucho y de plástico que están teñidos con dichos pigmentos colorantes tienen menor resistencia mecánica.

5. Todas estas desventajas se eliminan por medio del procedimiento de este invento, el cual se caracteriza en que de un sistema acuoso monofásico que contiene disuelto uno o más formadores de aminoplasto, uno o más aldehidos o los productos de policondensación, todavía solubles, de formadores de aminoplasto con aldehidos, y asimismo un colpide protector o una substancia tensioactiva, se forma, antes o después de la unión con un colorante soluble en agua o durante ella, un aminoplasto reticulado, insoluble e infusible, teñido y finamente disperso.
- 10.
- 15.

Normalmente, a continuación se separa de la fase acuosa el aminoplasto teñido que se ha formado, se le seca y se le desaglomera.

20. Para muchas aplicaciones no hay necesidad, sin embargo, de deshidratar y secar el aminoplasto obtenido por precipitación o gelificación. Por ejemplo, para la fabricación de papeles coloreados o para muchas aplicaciones textiles pueden emplearse directamente suspensiones acuosas de los geles poliméricos provistos de colorante, eventualmente neutralizados y desaglomerados. De esta manera pueden ahorrarse costosos pasos de fabricación y gastos de energía.
- 25.

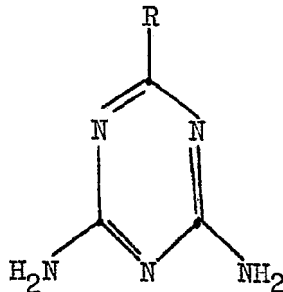
Por "formadores de aminoplasto" se entienden en particular: la urea, la tiourea, la diciandiamida, la mela-

382502



mina y las guanaminas de la fórmula general

5.



en la que

10.

R es alquilo de C_1-C_{18} , alqueniilo de C_1-C_{18} , cicloalquilo, arilo o aralquilo,

Ejemplos de tales guanaminas son la acetoguanamina, la benzoguanamina, la tetrahidrobenzoguanamina y la fenilacetoguanamina.

15.

El formaldehído puede reemplazarse en parte por otros aldehídos, como por ejemplo, aldehído acético, aldehído isobutírico, acroleína, aldehído crotonico y aldehído benzoi-
co.

20.

Respecto a la elección de los colorantes solubles en agua no existen prácticamente limitaciones. Pueden emplearse colorantes de las más diversas clases; por ejemplo, colorantes monoazoicos o poliazoicos, lo mismo desmetalizados que de complejo metálico, como complejos cúpricos, níquelicos, crómicos o cobálticos de colorantes azoicos; colorantes antraquinónicos, colorantes perinónicos, colorantes nitro, colorantes metínicos, colorantes azometínicos, colorantes azoporfínicos, colorantes quinoftalánicos, colorantes oxacénicos, colorantes dioxacinoxanténicos o colorantes trifenilmetánicos. En lugar de los colorantes pueden emplearse

25.



asimismo aclaradores ópticos. Los colorantes deben ser solubles en agua. La solubilidad en agua de los colorantes puede conseguirse de diversas maneras; por ejemplo, con empleo de un número apropiado de grupos hidrosolubilizantes usuales (como agrupaciones de ácido sulfónico, de ácido carboxílico, de disulfimida, de carbonamida o de sulfonamida) o también por la presencia de varios grupos hidroxilicos. Entran además en cuenta los conocidos complejos 2:1 crómicos o cobálticos de colorantes azoicos o azometínicos, cuya solubilidad en agua está condicionada por el carácter salino del complejo, además de serlo por los grupos sulfonamídicos, sulfónicos o acilamínicos eventualmente presentes.

Asimismo entran en cuenta para el procedimiento de este invento los colorantes básicos cuya solubilidad está condicionada por la presencia de un grupo amínico terciario o cuarternario o de un grupo de oxonio. Siempre que la actuación en soluciones muy diluidas no se considere antieconómica, basta una solubilidad en agua del colorante de pocos porcentajes. La solidez del pigmento a la luz está condicionada ^{en} alto grado por la solidez a la luz del colorante soluble en agua. El componente de melamina-formaldehído o de urea-formaldehído del pigmento tiene excelente solidez a la luz.

Por coloides protectores se entienden sustancias macromoleculares solubles en agua que aumentan la viscosidad de ésta. Tienen preferentemente carácter de polielectrolitos. Como ejemplos de sustancias de aptitud descollante para coloides protectores cabe citar: sustancias sintéticas como las sales alcalinas de polímeros y copolímeros del

382502



ácido acrílico, del ácido metacrílico, del ácido fumárico y del ácido maleico; polioxiotilenglicoles; materias naturales como las gelatinas, el agar-agar, el tragacanto y el ácido alquínico, y asimismo materias naturales degradadas, como la metilcelulosa, la beta-hidroxietilcelulosa, la hidroxipropilcelulosa y la carboximetilcelulosa, sódica.

Por sustancias tensioactivas o tensiuros se entienden las materias que rebajan la tensión superficial del agua. Pueden emplearse tensiuros aniónicos, catiónicos o no iónicos. Ejemplos de tensiuros aniónicos son los sulfonatos de alcohol graso, los sulfonatos de alquilarilo, las sales de ésteres de ácido sulfosuccínico y los sulfatos de monoglicéricos. En calidad de tensiuros catiónicos pueden emplearse los haluros o los sulfatos metálicos de bases amónicas cuaternarias que lleven a lo menos un radical alquílico $\geq C_{12}$. Tensiuros no iónicos eficaces son, por ejemplo, los éteres polialquilénicos de alcoholes grasos o de fenoles.

El examen con el microscopio electrónico de las partículas de los pigmentos preparados por este procedimiento demuestra su exacta forma esférica y la uniformidad de su tamaño. El coeficiente de variación del diámetro de las partículas se halla en todos los casos por debajo del 20% y la mayoría de las veces es sólo del 10 % o aun menos.

Los factores siguientes determinan el diámetro medio de las partículas:

- a) Relación molar y concentración del formador de aminoplasto y del aldehyde.

382502



- b) Tipo y concentración del coloide protector o del tensiuro.
- c) pH o concentración de ácido en la reacción de reticulación.

5. Valiéndose de estos parámetros se tiene la posibilidad de preparar "a la medida" partículas con diámetro entre 250 y 10 000 angstroms o una superficie específica de 2 a 200 m²/g. En ello radica una ventaja decisiva de este procedimiento. Se está así libre de los factores de azar que aquejan a los procesos mecánicos de desmenuzación. Se llega con facilidad a una gama de tamaño de partículas de los pigmentos orgánicos que con los medios pertenecientes al estado de la técnica sólo es alcanzable con dificultad. Se puede y es este el punto más importante,
10. ajustar el tamaño de las partículas a la finalidad de empleo prevista y al substrato. Por ejemplo, se puede elegir un tamaño de partículas que proporciona a los barnices el brillo máximo y gran poder cubriente, mientras otras gamas de tamaños de partículas tienen aptitud óptima para la estampación de géneros textiles o para la tinción de fibras
15. sintéticas en la masa. También el tipo del formador de amino-plasto desempeña papel principal. Por ejemplo, con pigmentos de urea-formaldehído se obtienen láminas transparentes de cloruro de polivinilo, mientras que los pigmentos de melamina-
20. -formaldehído del mismo tamaño de partículas ocasionan intensos enturbiamientos.
- 25.

Las propiedades y procedimientos para la preparación de tales polímeros de condensación reticulados, incoloros y muy dispersos, a base de melamina-formaldehído



y urea-formaldehído, se han descrito ya en la literatura (véase la patente inglesa 1.043.436 y la patente norteamericana 3.428.607; y además "Makromol. Chemie" 120, 68-86 -1969-). Está demostrado cuan específicas son las reac-

5. ciones que conducen a partículas en la gama de las submicras.

En ensayos de laboratorio inéditos hasta ahora se ha demostrado que ya cantidades relativamente pequeñas de substancias polares, como alcoholes, fenoles o aminas y en medida muy espacial sales inorgánicas, ocasionan un engro-

10. samiento de las partículas y una intensa conglomeración de éstas. Basándose en esta experiencia cabía esperar que las reacciones de reticulación que conducen a partículas de la gama de las submicras serian asimismo perturbadas sensible-

15. mente por los colorantes. Por lo tanto, el hecho de que se puedan preparar colorantes pigmentarios poliméricos en forma de partículas micrónicas y submicrónicas esféricas y regulares, con un contenido de colorante hasta el 40%, debe considerarse notamente sorprendente. Con la elección apropiada del colorante soluble, se obtienen pigmentos colorantes de gran cubrimiento. El colorante está por lo general muy firmemente adherido y, a pesar de la gran superficie de las partículas (hasta 200 m²/g), no puede extraerse con agua o disolventes. En muchos casos resiste incluso a la extracción con ácidos o álcalis diluidos.

20. La determinación del diámetro medio de las partículas por recuento de microfotografías de los electrones es una tarea larga y fatigosa. Un patrón apropiado para caracterizar la dispersividad de los colorantes pigmentarios de este invento es la superficie específica. A partir de ella puede calcular-

25.



se el diámetro medio de las partículas, según

$$\bar{d} = \sqrt{\frac{A \cdot \bar{m}}{\pi} - S^2}$$

5.

(véase "Macromol. Chem." 120, 68-86 - 1968-), En esta ecuación, A representa la superficie específica, \bar{m} representa la masa media de las partículas y S representa la desviación tipo. La superficie específica puede averiguarse fácilmente por el método llamado B.E.T. o más sencillamente según "Haul y Dümbsgen" (véase Chem. Ing. Technik 32 -1960- 349 y Chem. Ing. Technik 35 -1936- 536).

10.

15.

20.

25.

Los nuevos pigmentos pueden utilizarse para la pigmentación de material orgánico de peso molecular alto; por ejemplo, éteres y ésteres de celulosa, superpoliamidas y superpoliuretanos o poliésteres, acetilcelulosa, nitrocelulosa, resinas naturales o resinas de condensación (por ejemplo, aminoplastos, en particular resinas de urea y formaldehído y resinas de melamina y formaldehído), resinas alquídicas, fenoplastos, policarbonatos, poliolefinas (como poliestireno, cloruro de polivinilo, polietileno, polipropileno, poliacrilonitrilo y ésteres de ácido poliacrílico), goma, caseína, silicona y resinas de silicona, por separado o en mezclas.

En los ejemplos que siguen, mientras no se advierta otra cosa, las partes significan partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso; las temperaturas están expresadas en grados centígrados.

EJEMPLO 1

382502



Preparación de un colorante pigmentario azul, muy disperso, a base de melamina y formaldehído

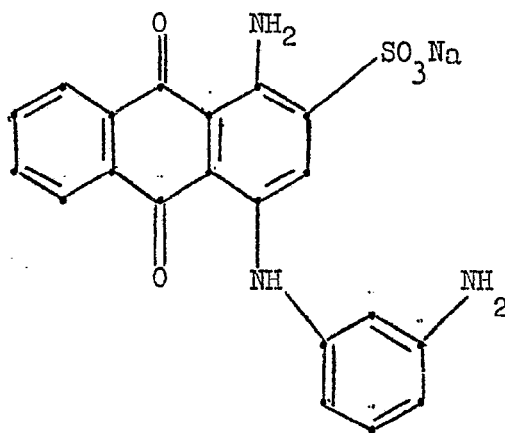
a) Procondensado

5. Se calienta a 70° 200 partes de solución acuosa de formaldehído al 30% y se ajusta a pH 7. Agitando, se introducen 126 partes de melamina y se mantiene constante el pH 7 adición de un poco de H₂SO₄ al 10 %. Después de la disolución de la melamina, se condensa por 30 minutos a pH 7 y 70° y se enfría el procondensado hasta 40°:

b) Solución de colorante

10. Se disuelven en 88 partes de agua 4,65 partes de un colorante antraquinónico de la fórmula

15.



20.

c) En un matraz provisto de agitador, refrigerador de reflujo, embudo de goteo, termómetro y sonda para la medición del pH, que por medio de un medidor de pH y una válvula magnética regula el aporte de ácido sulfúrico al 10%, se depositan 848 partes de agua desionizada y 0,43 partes de una carboximetilcelulosa sódica de peso molecular alto. Se agita, se calienta a 95° C y se ajustan el pH a 6,5. Se jun-

25.



tan a la solución de colorante según b) de este ejemplo 81,5 partes del precondensado preparado según a) y se instila esta mezcla en el contenido del matraz, agitando y mientras se mantiene el pH a 6,5 por adición automática de H_2SO_4 al 10%. Se forma un precipitado de color azul subido. Se deja proseguir la reacción por 60 minutos a pH 4 y 95° C, se enfría hasta la temperatura del ambiente y se ajusta el pH a 6 con solución sódica al 10%. Se filtra el precipitado por succión y se le lava con 3000 partes de agua. Tanto el filtrado como las lavazas son absolutamente incoloras. Se seca el pigmento durante la noche a 130° C, en corriente de aire, y después del enfriamiento se la desaglomera por medio de un molino rápido de pitones.

Se obtienen 38 partes de un polvo fino, de color azul subido y con una superficie específica de 132 m²/g. La micrografía de los electrones muestra partículas esféricas y uniformes, de 280 angstroms de diámetro medio. El contenido de colorante es del 12,25 %. El colorante no se destiñe después de 2 horas de obullución en agua, en solución sódica al 5 % y en ácido sulfúrico al 25 %. Se le puede también extraer con tricloroetileno.

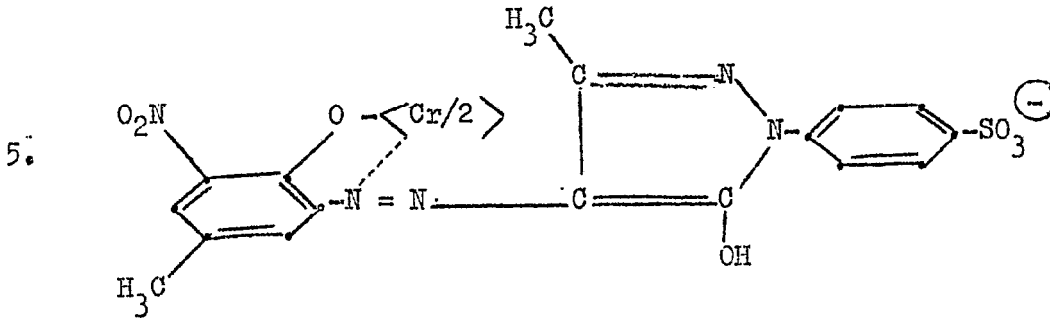
Se obtienen tinturas de excelente solidez al lavado y al frote, si el pigmento colorante se aplica por el procedimiento de estampación con rodillos, al algodón, a la seda de acetato, a la lana celulósica, al tejido de poliéster (tereftalato de polietileno) o al tejido de nilón. Este pigmento colorante sirve además para teñir vulcanizados de caucho natural o sintético.

EJEMPLO 2

382502



Se disuelven en 352,5 partes de agua 18,6 partes de un colorante azoico cromado de la fórmula



10.

15.

y se mezcla esta solución con 163 partes de un procondensado de melamina y formaldehído que se ha preparado según las indicaciones del Ejemplo 1, a). Por otra parte, se calienta a 95° C una solución de 186 partes de carboximetilcelulosa sódica de peso molecular alto en 1700 partes de agua y se ajusta el pH a 6,5. Luego se instila la solución anterior de colorante y procondensado, agitando, a 95° C y con pH estático de 6,5 y se deja reaccionar todavía por una hora con pH 6,5 y por una hora más con pH 4. Se enfría hasta la temperatura del ambiente, se ajusta a neutralidad y se elabora de la manera que se ha descrito en el Ejemplo 1.

20.

Se obtienen 84 partes de pigmento colorante de las características siguientes:

Contenido efectivo de colorante:	22 %
Superficie específica:	37,5 m ² /g
Diámetro medio de las partículas:	680 angstroms.

25.

Las películas de barniz a base de un barniz al fuego de melamina-formaldehído eterificado con butanol que contiene este pigmento colorante presentan brillo extraordinario, buen poder cubriente y buena estabilidad.

EJEMPLO 3



5. Se prepara una solución a base de 25,3 partes de ácido 3,4',4'',4'''-tetrasulfónico de ftalocianina cúprica, 31,5 partes de una solución acuosa de tragacanto al 8 % y 2010 partes de agua. En esta solución se instila, a 95° C, un precondensado que se ha preparado a base de 100 partes de formaldehído acuoso al 30 % y 63 partes de melamina, en 20 minutos, a 35° C y con pH de 8,5. La solución es entonces de color verdiazul profundo, pero límpida. En el curso de 10 minutos, agitando y a 95° C, se instilan luego 150 volúmenes de ácido sulfúrico al final de la adición del H₂SO₄ el pH es de 3,45.

Después del enfriamiento, se neutraliza y se procede a la elaboración final tal como se ha descrito en el Ejemplo 1. Se obtienen 95 partes de pigmento colorante con las características siguientes:

15.	Contenido efectivo de colorante:	26,6 %
	Superficie específica:	7,2 m ² /g

El colorante pigmentario manifiesta buena estabilidad de extracción frente al agua hirviente (< 0,001 %), H₂SO₄ al 5 % hirviente (< 0,001 %), solución sódica al 5 % (< 0,001 %) y tricloroetileno (0). Se presta admirablemente como pigmento para barnices y en este aspecto proporciona películas de barniz, resistentes y muy brillantes, de resina acrílica para barnices, acetato de celulosa y barniz al fuego de melamina-formaldehído.

25. Este pigmento colorante sirve además para estampar géneros textiles. Con ligantes apropiados, se obtienen estampados de excelentes resistencia al lavado y



382502

al frote sobre algodón, seda de acetato, nilón, tejido de poliéster (tereftalato de polietileno) y poliacrilonitrilo.

EJEMPLO 4

5.

Se procede como en el Ejemplo 3, pero en vez del ácido tetrasulfónico de ftalocianina cúprica se emplean 25,3 partes del colorante antraquinónico azul de la fórmula 4 de la tabla III.

Se obtienen 96 partes de pigmento con las características siguientes:

10.

Contenido efectivo de colorante:	26,4 %
Tamaño medio de las partículas:	1,16 milimicras
Superficie específica:	15,0 m ² /g

Estabilidad de extracción

15.

Agua hirviendo:	< 0,01 %
H ₂ SO ₄ al 5 %, hirviente:	< 0,0001 %
Na ₂ CO ₃ al 5 %, hirviente:	0 %
Tricloroetileno hirviente:	0 %

20.

Este colorante pigmentario es apto como pigmento para barnices.

En la Tabla I que sigue se describe la preparación de otros pigmentos de resina de melamina-formaldehído por el procedimiento que se ha expuesto en los ejemplos 1 a 3. En esta tabla pueden verse todos los datos necesarios.

25.



382502



Tabla I

Nº	Partes de mina	Partes de CH ₂ O al 30%	Coloide Protector	Partes de colorante	Colorante de la tabla III nº	pH	Concentración de resina, %	Rendimiento (partes)	Color	Contenido de colorante en el pigmento, %	Superficie específica en m ² /g
33	63	100	Traga-canto	31	34	3,8	4	85	morado	36,5	7
34	63	100	"	31	35	3,5	4	83 ⁿ	rojo	33,7	6
35	63	100	"	31	36	3,5	4	76	rojo	27,6	7
36	63	100	"	24	9	2,5	4	98	verde	24,4	7
37	63	100	"	24	9	2,8	4	89	verde	27	7
38	63	100	"	13,5	25	3,3	4	44	azul	30,6	-
39	63	100	"	27	26	3,5	4	90	rojo	30	8
40	63	100	"	34 (al 80%)	27	3,5	4	91	rojo	29,6	5,5
41	56	90	"	42 (al 60%)	30	3,2	4	83	azul	29,4	9
42	63 ⁿ	100	"	32 (al 80%)	28	3,2	4	92	amarillo	29,4	6
43	63	100	"	27	29	3,0	4	89	amarillo	29,2	10
44	63	100	"	30,5	26	3,0	8	102	rojo	29,8	8
45	63	100	"	31	16	2,9	8	99	rojo	28,1	9

382502



Tabla I

Nº	Partes de melamina	Partes de CH ₂ O al 30%	Coloide Protector	Partes de colorante	Colorante de la tabla III nº	pH	Concentración de resina, %	Reh-dimensionamiento (partes)	Color	Contenido de colorante en el pigmento, %	Superficie específica en m ² /g
17	63	100	traga-canto	24	9	3,3	4	83	verde	28,9	9
18	63	100	"	24	11	3,3	4	77	amarillo	22,9	11
19	63	100	"	24	20	3,3	4	82	morado	29,7	7
20	63	100	"	24	10	3,2	4	86	verde	27,9	7
21	63	100	"	24	15	3,2	4	84	rojo	28,6	7
22	63	100	"	24	17	3,2	4	85	azul	28,0	7
23	63	100	"	24	18	3,1	4	85	azul	28,2	10
24	63	100	"	24	13	3,4	4	79	amarillo	25,3	8
25	63	100	"	24	21	3,3	4	84	morado	28,7	10
26	63	100	"	24	23	3,1	4	77	verde	23,4	11
27	63	100	"	24	24	3,4	4	78	amarillo	24,4	10
28	63	100	"	24	14	3,4	4	79	rojo	25,3	6
29	63	100	"	24	12	3,2	4	74	amarillo	20,3	10
30	63	100	"	24	19	3,3	4	78	azul	24,4	9
31	63	100	"	24	22	3,1	4	83	anaranjado	28,9	8
32	63	100	"	31	33	3,8	4	87	escarlata	35,6	57

382502



Tabla I

Nº	Partes de melamina	Partes de CH ₂ O al 30%	Coloide Protector	Partes de colorante	Colorante de la tabla III nº	pH	Concentración de resina, %	Rendimiento (partes)	Color	Contenido de colorante en el pigmento, %	Superficie específica en m ² /g
1	31,5	50	Carboximetilcelulosa sódica	9,3	1	4,0	5	42	azul	22,5	185
2	31,5	50	"	13,9	1	4,0	5	48	azul	29,2	205
3	31,5	50	"	2,3	1	4,0	5	38	azul	6,1	54,5
4	63	100	"	18,6	2	4,0	5	89	amarillo	21,0	142
5	63	100	"	18,6	4	4,0	5	92	azul	20,4	30
6	63	100	"	18,6	5	4,0	5	89	azul	21	19
7	63	100	"	22,4	6	4,0	5	87	rojo	28,8	220
8	63	100	Tragacanto	25,3	6	3,3	4	87	rojo	29,1	7,6
9	63	100	"	25,3	7	3,4	4	91	verdiazul	27,8	8
10	63	100	"	25,3	1	3,1	4	88	azul	28,8	210
11	63	100	"	25,3	3	3,4	4	91	rojo	27,8	10
12	63	100	"	25,3	5	2,8	4	96	azul	26,4	167
13	63	100	"	25,3	2	3,1	4	88	amarillo	28,7	9
14	63	100	Tragacanto	25,3	8	3,3	4	88	azul	28,7	6
15	63	100	"	25,3	32	3,5	4	95	azul	26,6	7
16	50,4	80	"	20,2	31	3,4	4	74	amarillo	27,4	13

382502



EJEMPLO 5

Preparación de un colorante pigmentario amarillo muy disperso, a base de urea-formaldehido

Se condensa durante 2 horas, a 70° y con

5. pH 7, una solución de 60 partes de urea, 150 partes de formaldehido acuoso al 30 % y 2,1 partes de sodio dodecilsulfónico en 215 partes de agua. Se mezcla rápidamente este precondensado con una solución de 3.24 partes de ácido amidosulfónico y 12,9 partes del colorante de la

10. fórmula 2 de la Tabla III, lo que hace que se forme en 15 segundos un gel duro, que se deja seguir reaccionando durante 3 horas a 65° C. Luego se le desmenuzan en un granulador cortante, se le agita con una cantidad igual de agua y se le neutraliza a continuación con solución sódica acuosa al 10 %.

15. Se filtra, se lava consecutivamente un poco, se seca a 110°C en corriente de agua y se desaglomera por medio de un molino de pitones.

Se obtienen 85 partes de pigmento colorante con las características siguientes:

20. Contenido efectivo del colorante: 15,2 %

Superficie específica: 19 m²/g

Diámetro medio de las partículas: alrededor de 800 angstroms

25.

Estabilidad de extracción

Agua hirviente: < 0,1 %



H₂SO₄ al 5%, hirviente: 0 %

Na₂CO₃ al 5 %, hirviente: < 0,01 %

Si el colorante pigmentario obtenido se emplea para teñir cloruro de polivinilo, se obtienen, por ejemplo, hojas de transparencia, profundidad de color y homogeneidad descollantes. Este colorante pigmentario sirve además para teñir papel en la masa o como pasta para estampar.

En la Tabla II que sigue se exponen otros pigmentos más preparados según las indicaciones de este ejemplo. Todos los datos necesarios pueden verse en la tabla.

Tabla II

Nº	Partes de uroa	Partes de CH ₂ O al 30%	Partes de colorante	Colorante de la tabla III nº	Rendimiento (partes)	Color	Contenido de colorante en el pigmento, %	Superficie específica m ² /g
1	60	150	24	24	79	amarillo	25	6
2	60	150	24	17	90	azul	25	10
3	60	150	12,9	1	87	azul	14,8	14
4	60	150	12,9	5	83	azul	15,5	-
5	60	150	12,7	6	86	rojo	14,8	14
6	60	150	12,7	4	82	azul	15,5	12
7	60	150	12,7	7	74	verdiazul	17,2	12
8	60	150	24	5	87	azul	23	15
9	60	150	24	2	90	amarillo	23	41
10	60	150	24	1	88	azul	23	49

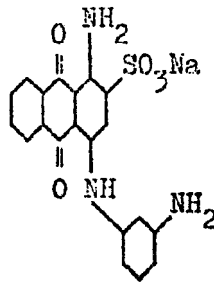


TABLA III

Fórmulas estructurales de los colorantes empleados

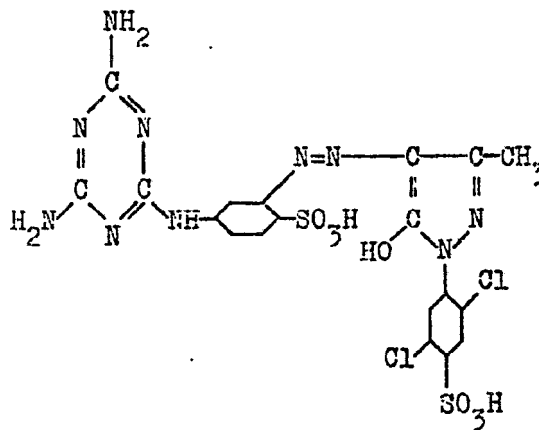
5.

1)



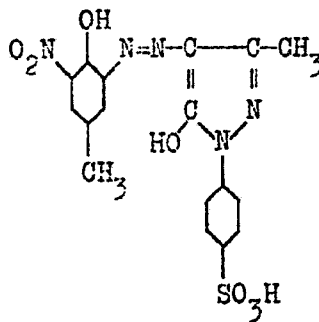
10.

2)



15.

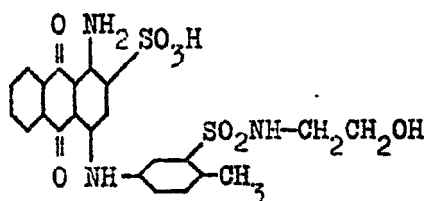
3)



(Cr/2)

20.

4)



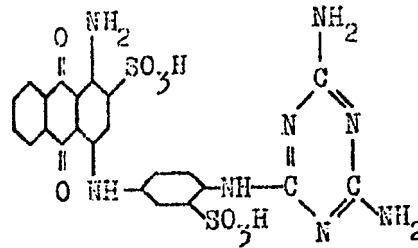
25.

382502



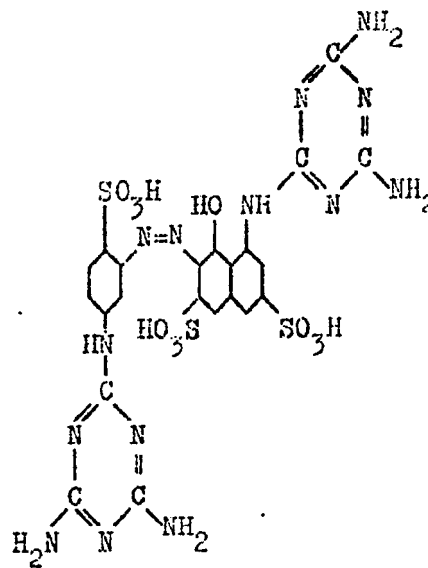
5.

5)



10.

6)



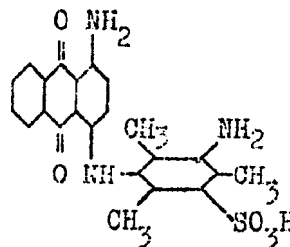
15.

20.

7) ácido tetrasulfónico de ftalocianina cúprica

25.

8)

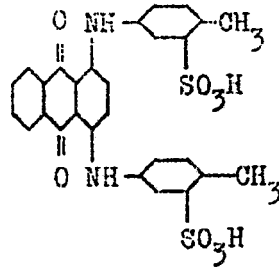


382502



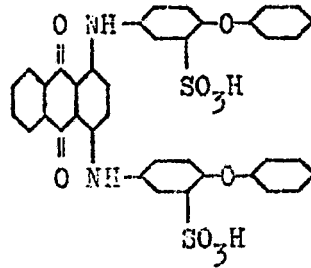
5.

9)



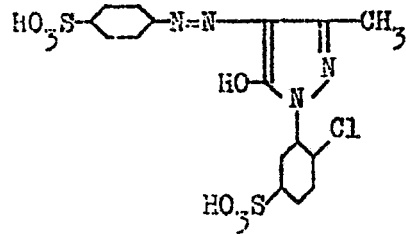
10.

10)



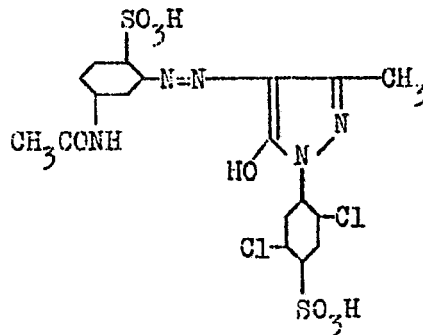
15.

11)



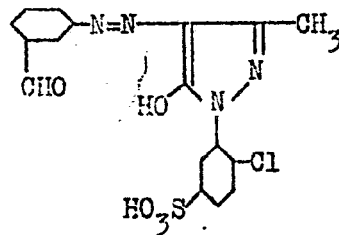
20.

12)



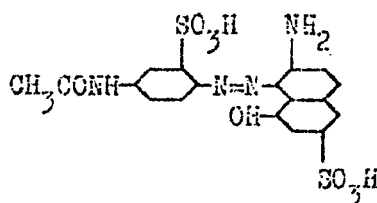
25.

13)



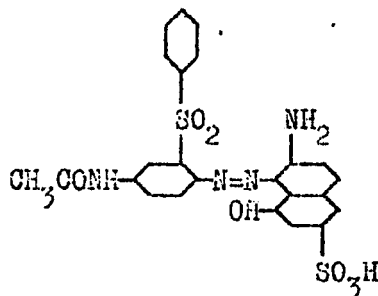
5.

14)



10.

15)

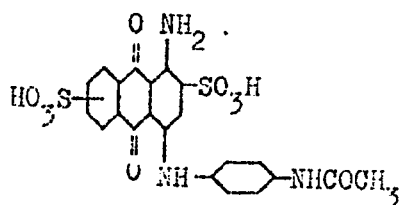


15.

16) ácido 4,4'-diamino-1,1'-diantraquinonil-3,3'-disulfónico

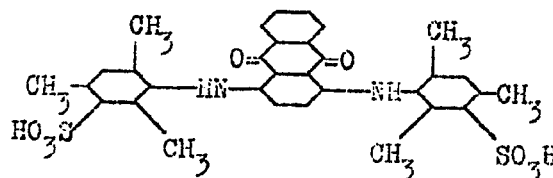
20.

17)



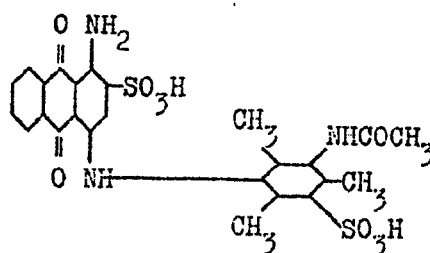
25.

18)



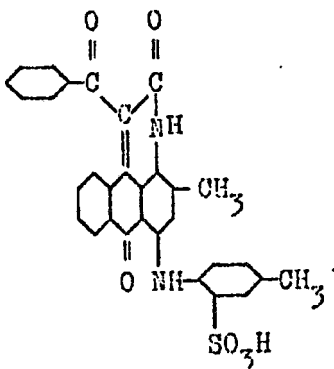
30.

19)



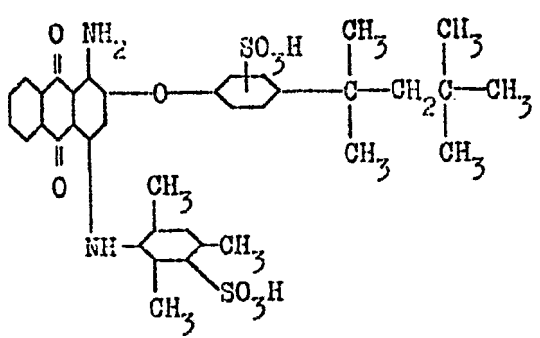


5.
20)



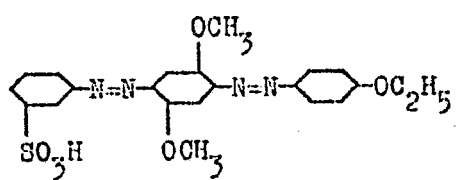
10.

21)



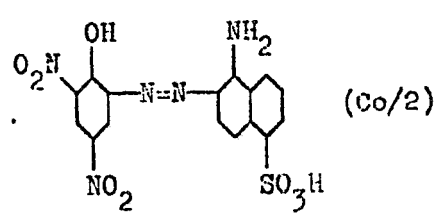
15.

22)



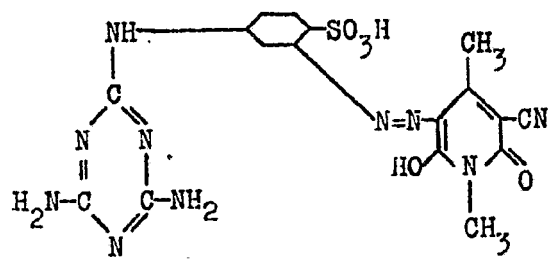
20.

23)



25.

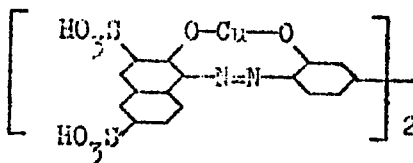
24)



382502

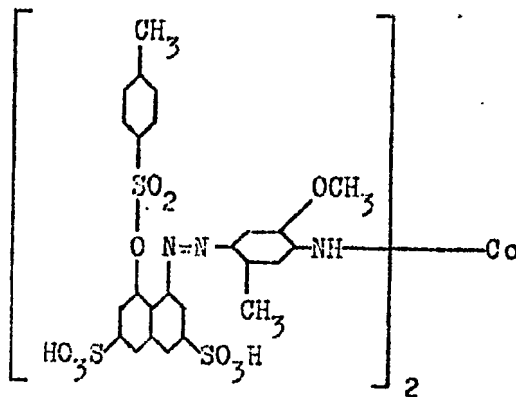


25)



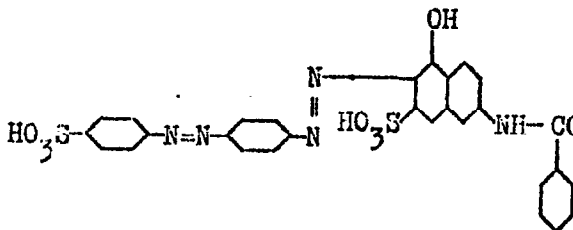
5.

26)



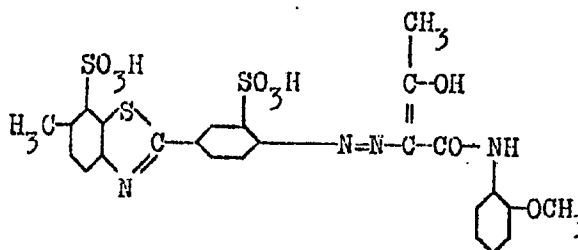
10.

27)



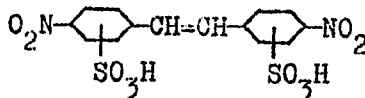
15.

28)



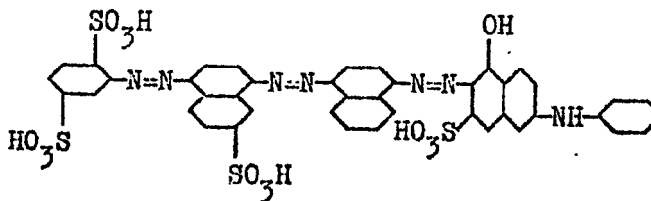
20.

29)



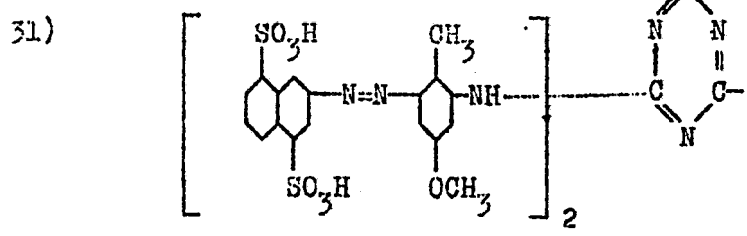
25.

30)

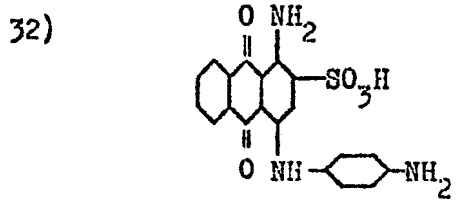




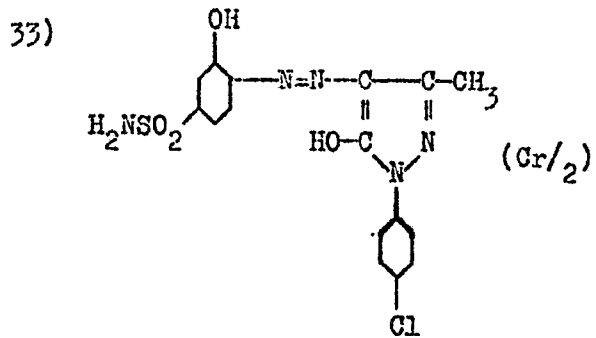
5.



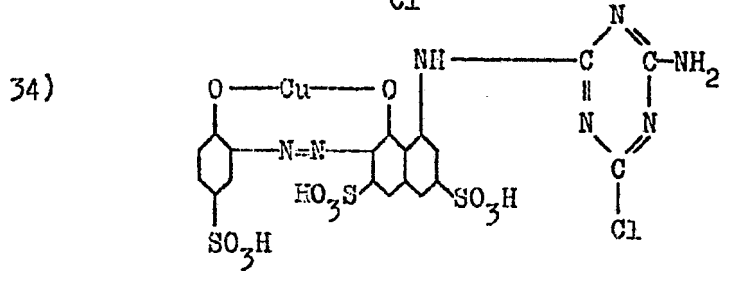
10.



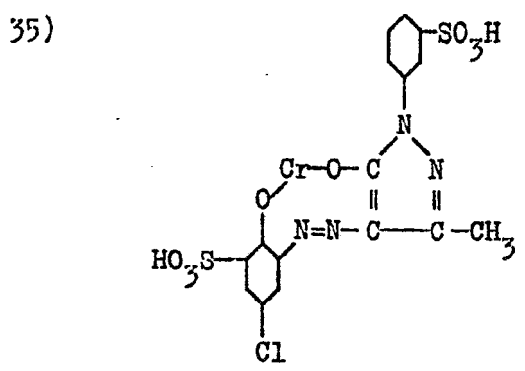
15.



20.

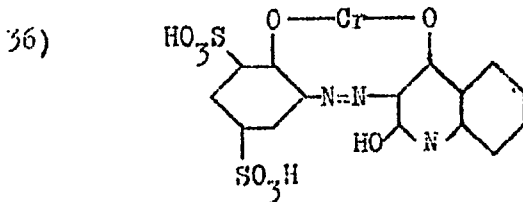


25.

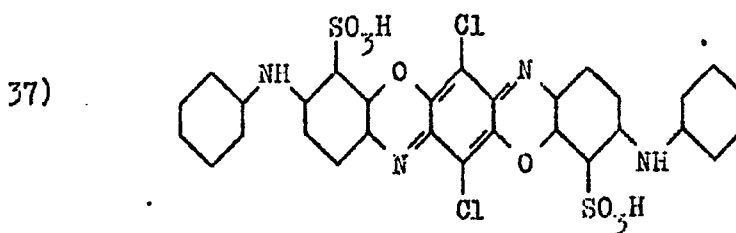


30.

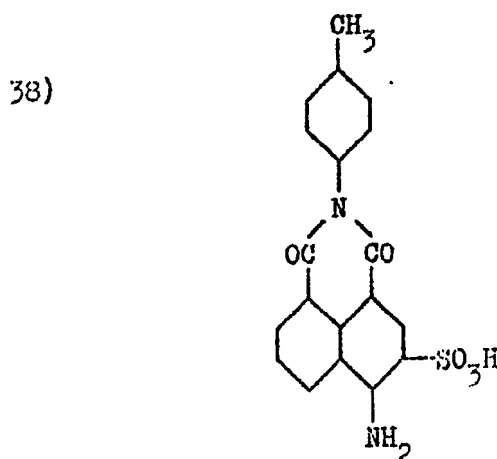
382502



5.



10.



15.

20.

EJEMPLO 6

Se prepara un precondensado por disolución de 31,5 partes de melamina en 50 partes de una solución acuosa de formaldehído al 30%, a 85º y con pH de 8.5. Luego se enfría inmediatamente hasta 40º

En 970 partes de agua que contienen 1,8 partes de alcohol polivinílico, se introduce a 95º y con pH 6,0 una solución de 24 partes del colorante azul de la fórmula

382502



37 de la tabla III. En estas condiciones y agitando, se instala el precondensado y se deja proseguir la reacción durante 2 horas a pH 4,0. Luego se separa el pigmento por filtración y se le seca a 160° durante 6 horas. Después de la desaglomeración en un molino rápido de pitones, se obtienen 53 partes de un pigmento de color azul subido y con 60,8 m²/g de superficie específica.

En la tabla que sigue se reseñan en la columna I otros coloides protectores que pueden emplearse según las indicaciones de este ejemplo en lugar del alcohol polivinílico. La columna II indica el rendimiento, y la columna III, la superficie específica del pigmento obtenido.

	Coloide protector	Rendimiento en partes	Superficie específica en m ² /g
1.	Oxido de polietileno	56	31,6
2.	Alginato sódico	52	42,1
3.	Beta-hidroxipropilcelulosa	48	42,7

EJEMPLO 7

Por calentamiento durante 2 horas a 70° y con pH 7,0, se prepara un precondensado de:

- 450 partes de solución acuosa de formaldehído al 30%
- 180 partes de urea
- 645 partes de agua y

2,25 partes de Emulphor O (producto de condensación de alcohol oleílico y óxido de etileno).

Se preparan tres soluciones de colorante que con-

382502



tienen, en 100 partes de agua, 3,24 partes de ácido sulfamínico y

a) 0,38 b) 1,53 c) 6,5 partes de Rhodamin B.

5. Con cada una de las tres soluciones de colorante, se mezcla rápidamente y a 50° un tercio del precondensado. En pocos segundos se forman geles rojos brillantes y de forma estable. Se deja proseguir la reacción por 2 horas, a 65°, se granula y se hace una suspensión con un volumen doble de agua. Luego se ajusta a pH 7 con solución sódica al 10 %, se filtra, se seca a 130° y se desaglomera por medio de un molino de pitones. Se obtienen pigmentos colorantes fluorescentes, de color rojo brillante.

	Rendimiento (partes)	Superficie específica (m ² /g)
15. a)	74	3,6
b)	74	2,4
c)	79	1,2

EJEMPLO 8

20. Se procede como en el Ejemplo 7, pero se emplean 3,15 partes de carboximetilcelulosa sódica, en lugar de las 2,25 partes de Emulphor O, y el colorante nº 38 de la tabla III. Se obtienen pigmentos colorantes fluorescentes de color amarillo brillante.

	Colorante (partes)	Rendimiento en pigmento (partes)	Superficie específica (m ² /g)
25. a)	0,38	54	38,5
b)	1,53	68	42,9
c)	6,50	75	39,2

= . . =

382502



N O T A

5. Descrito el objeto del presente invento se declaran como nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patentes suizas núms. 12.101/69 del 7 de Agosto de 1969 y 10.298/70 del 7 de Julio de 1.970.

10. 1. Procedimiento para la preparación de colorantes pigmentarios, caracterizado en que, a partir de un sistema acuoso monofásico que contiene disueltos uno o varios formadores de aminoplasto, uno o varios aldehidos (o los productos de policondensación, todavía solubles, de formadores de aminoplasto con aldehidos) y asimismo un coloide protector o una substancia tensioactiva, se forma, antes o después de la unión con un colorante soluble en agua o durante ella, un aminoplasto reticulado, insoluble e infusible, teñido y finamente disperso.

15. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse melamina en concepto de formador de aminoplasto.

20. 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por emplearse formaldehido en concepto de aldehido.

4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por partirse de un producto soluble de melamina-formaldehido.

25. 5. Procedimiento según las reivindicación 1,



caracterizado por emplearse urea en concepto de formador de aminoplasto.

5. 6. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 5, caracterizado por partirse de un precondensado soluble de urea-formaldehído.

10. 7. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por partirse de una solución acuosa, monofásica y aproximadamente neutra, del formador de aminoplasto y del aldehído o de sus productos de policondensación todavía solubles y por formarse, por adición de un ácido, el aminoplasto teñido.

8. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por separarse de la fase acuosa el aminoplasto teñido, secárselo y desaglomerárselo.

15. 9. Procedimiento para la preparación de colorantes pigmentarios.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 32 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 6 de Agosto de 1970

p.a.

JAIME ISERN

p.p.

~~Handwritten signature of Jaime Isern~~

Firmado: JOSE F. NIETO

Handwritten mark or signature