

403010

403010

PATENTE DE INVENCION

ICI CASE Ds 23:913 - SPAIN.

403010



Memoria Descriptiva

sobre:

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C
CLASE _____
SUBCLASE _____

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE FTALOCIANINA DE COBRE

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

Int. Cl. A: COPE // COA B

Esta invención se relaciona con un nuevo procedimiento para la preparación de ftalocianina de cobre de una forma fina pigmentaria.

La preparación de ftalocianina de cobre por calentamiento de ftalonitrilo con sales cúpricas en un

5.



diluyente orgánico inerte, en presencia de amoníaco, es conocida, por ejemplo, a partir de la memoria británica Nº 559.247, la cual recomienda el empleo de disolventes baratos, tal como nitrobenzeno, y una temperatura de reacción preferida de 180-200°C durante varias horas.

5.

Se ha descubierto ahora que mediante el empleo específico de cloruro cúprico como la sal y etilenglicol como el diluyente, en el procedimiento anterior, puede obtenerse ftalocianina de cobre, directamente, en una

10.

forma de partículas muy finas, que no requieren ninguna operación de molienda o de empastado con ácidos para su ulterior utilización como pigmento. El fino tamaño de partícula parece estar asociado con una velocidad extremadamente rápida de reacción, asociada con el empleo de

15.

cloruro cúprico y etilenglicol conjuntamente, puesto que otras combinaciones de sal de cobre y diluyente, caracterizadas por velocidades de reacción más lentas, proporcionan resultados inferiores.

20.

El nuevo procedimiento puede realizarse convenientemente agitando una mezcla de ftalonitrilo y cloruro cúprico en una proporción molar de 4:1 aproximadamente en el etilenglicol, añadiendo el amoníaco y calentando hasta que la reacción se establece en 100-120°C.

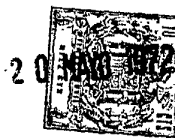
25.

(Alternativamente, el glicol puede saturarse con el amoníaco antes de la adición de los otros reactantes).

30.

Puesto que la reacción es exotérmica, la mezcla se calienta espontáneamente a una temperatura dependiente de la cantidad de etilenglicol presente. En general, es preferible calentar la mezcla en o por debajo ligeramente de la temperatura máxima durante un corto tiempo, con

403010 - 3 -



preferencia durante una hora como máximo, con el fin de asegurar el completamiento de la reacción.

- La cantidad de etilenglicol puede ser de hasta 5 partes en peso por cada parte en peso de los reactantes y, con preferencia, es de 1 a 3 partes en peso. El empleo de cantidades inferiores de glicol proporciona mezclas de reacción que son demasiado espesas para ser agitadas y el empleo de cantidades más elevadas de glicol conduce a un producto de inferiores propiedades tintoreas.
- 5.
- 10.

La cantidad de amoniaco empleado es con preferencia de 10 a 30 % del peso de ftalonitrilo. Fuera de esta gama, el rendimiento en ftalocianina de cobre tiende a disminuir.

- 15.
- El nuevo procedimiento proporciona partículas muy finas de ftalocianina de cobre que son aisladas más facilmente de la mezcla de reacción mediante dilución con agua o con una solución acuosa de un álcali o de un ácido mineral, filtración, lavado y secado. A causa de la velocidad de formación muy elevada, existe la posibilidad de efectuar la preparación mediante un método continuo en vez de mediante un método discontinuo como normalmente se utiliza en este momento.
- 20.

- 25.
- La invención se ilustra, pero no se limita, por el siguiente ejemplo, en el cual las partes y porcentajes se indican en peso.

EJEMPLO

- Se agitan conjuntamente 109 partes de ftalonitrilo, 26,9 partes de cloruro cúprico anhidro y 278 partes de etilenglicol y se añade amoniaco gaseoso hasta
- 30.



- obtener un incremento de peso de 20 partes. Se aplica calor. Cuando la temperatura de la mezcla de reacción alcanza 100°C aproximadamente se produce una reacción muy rápida. La temperatura de la mezcla de reacción se
5. mantiene en 140°C durante 30 minutos y se añade entonces 750 partes de una solución de sosa caustica al 10 % p/v. La suspensión obtenida se agita a 90-95°C durante una hora, se filtra, se lava hasta estar libre de álcali y se seca en un horno a 100°C.
10. Se obtienen 107 partes de un producto, que tiene una pureza del 94,5 % como ftalocianina de cobre. Cuando se ensaya en tintas de impresión y en medios de pinturas, el producto posee una resistencia tintorea comparable a la de los pigmentos de ftalocianina de cobre que han sido preparados mediante métodos de la técnica anterior y sometidos entonces a molienda o empastado con ácidos.
- 15.

N O T A
=====

20. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Inglaterra con el nº
25. 16.245/71 de 21 de mayo de 1.971, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de

403010

- 5 -



Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE FTALOCIANINA DE COBRE; caracterizándose por lo siguiente:

5. 1.- Procedimiento para la obtención de ftalocianina de cobre, caracterizado porque comprende calentar ftalonitrilo, cloruro cúprico y amoniacó, en etilenglicol, a una temperatura superior a 100°C.
10. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se emplea aproximadamente una cantidad molar de cloruro cúprico por 4 cantidades molares de ftalonitrilo.
15. 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque la cantidad de etilenglicol es de 1 a 3 veces el peso combinado de los otros reactivos.
20. 4.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la cantidad de amoniacó está comprendida entre 10 y 30 % de la cantidad de ftalonitrilo.
20. 5.- Procedimiento para la obtención de ftalocianina de cobre, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 5 hojas escritas a máquina por una sola cara.

25.

Madrid,

20 MAYO 1972

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

J. GOMEZ ACEBO Y MODET
p. p. Firmados L. Gesta Escobedo

MCE