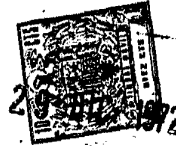


470 103



PATENTE DE INVENCION

ICI CASE Ds 24610-SPAIN

Int. Cl.². *B01F*

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE DISPERSIONES
DESOLIDOS.

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

La presente invención se relaciona con un procedimiento para preparar agentes dispersantes valiosos para la obtención de dispersiones de sólidos, particularmente pigmentos, en líquidos orgánicos.

5. De acuerdo con la presente invención se



proporcionan los agentes dispersantes de fórmula:



en donde Z es un grupo conector divalente que está fijado al grupo carbonilo a través de un átomo de oxígeno o nitrógeno, R

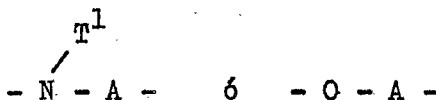
- 5. es un grupo amino primario, secundario o terciario o una sal del mismo con un ácido, o un grupo de sal de amonio cuaternario, e Y es el residuo de una cadena de poliéster que junto con el grupo -CO- se deriva de un ácido hidroxicarboxílico de fórmula:



en donde X es un radical alifático saturado o insaturado divalente que contiene por lo menos 8 átomos de carbono y en donde hay por lo menos 4 átomos de carbono entre los grupos hidroxil y ácido carboxílico, o de una mezcla de dicho ácido hidroxicarboxílico y un ácido carboxílico que está libre de grupos hidroxil.

- 15. hidroxil.

El grupo conector divalente representado por Z tiene preferiblemente la fórmula



- 20. en donde T^1 es un átomo de hidrógeno o un radical alquilo y A es un radical alquileno o hidroxialquileno que contiene de 2 a 6 átomos de carbono.

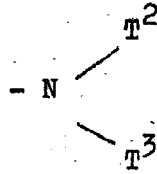
Como ejemplos de los radicales representados por T^1 puede mencionarse metilo, etilo, n-propilo, n-butilo o octadecilo. Como ejemplos de los radicales representados por A puede mencionarse etileno, trimetileno, tetrametileno, hexametileno y β -hidroxitrimetileno.

- 25.

Los grupos amino primario, secundario y

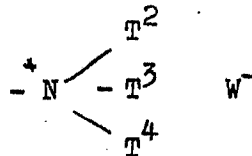


terciario representados por R tienen preferiblemente la fórmula:



5. en donde T² y T³ son cada uno independientemente hidrógeno, alquilo, alquilo sustituido o cicloalquilo. Las sales de dichos grupos amino son sales con ácidos coloreados o incoloros.

Los grupos amonio cuaternario representados por R son preferiblemente de la fórmula:



10. en donde T⁴ tiene los mismos valores que T² y pueden ser iguales o diferentes, y W⁻ es un anión incoloro o coloreado.

Como ejemplos de los radicales representados por T², T³ y T⁴ puede mencionarse alquilo tal como metilo, etilo, n-propilo, n-butilo y octadecilo, hidroxialquilo inferior tal como β-hidroxietilo y ciclohexilo.

15. A través de la presente descripción la expresión "alquilo inferior" es utilizada para representar radicales alquilo que contienen de 1 a 4 átomos de carbono.

20. Los ácidos utilizados para formar sales con los grupos amino o que contienen el anión W⁻ pueden ser cualquier ácido inorgánico o ácido orgánico incoloro o coloreado, tal como ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido acético, ácido propiónico, ácido fórmico, ácido metanosulfónico, ácido bencenosulfónico, ácido benzoico o un colorante orgánico que
25. contiene por lo menos un grupo ácido sulfónico o ácido carboxí



lico, en particular colorantes azo, antraquinona o ftalocianina que contienen por lo menos un grupo sulfónico o carboxílico tal como los que se describen en, por ejemplo, la tercera edición del Colour Index que se publicó en 1.971.

5. De acuerdo con un aspecto adicional de la presente invención se provee un procedimiento para la producción de los agentes dispersantes como se han definido anteriormente aquí donde R represente un grupo amino primario, secundario o terciario y Z está ligado al grupo carbonilo a través de un átomo de nitrógeno que comprende condensar juntamente un poliéster de la fórmula $Y.COOH$ y un compuesto de la fórmula R^4ZR^5 en donde Z tiene el significado indicado anteriormente R^4 es un grupo amino opcionalmente monosustituido y R^5 es un grupo amino primario, secundario o terciario.

- 10.
15. Este procedimiento de la invención puede convenientemente llevarse a cabo agitando los reactivos conjuntamente, preferiblemente a una temperatura entre 50 y 250°C, siendo la reacción preferiblemente llevada a cabo en una atmósfera inerte. Si se desea la reacción puede llevarse a cabo en un líquido orgánico inerte que es subsecuentemente eliminado, por ejemplo mediante destilación, al término de la reacción.

20. Como ejemplos de compuestos de la fórmula R^4ZR^5 que pueden utilizarse en este procedimiento puede mencionarse 3-dimetilaminopropilamina y 3-octadecilaminopropilamina.
25. Cuando dichos compuestos contienen dos grupos (como en la 3-octadecilaminopropilamina) que pueden ambos reaccionar con el poliéster, entonces el producto resultante es probablemente una mezcla de dos condensados, pero estas mezclas también están dentro del alcance de la presente invención.

30. Dichos poliésteres utilizados en este proce-



- dimiento de la invención pueden obtenerse por ejemplo calentando el ácido hidrocarboxílico de la fórmula HO-X-COOH o una mezcla de estos ácidos o una mezcla y el ácido hidrocarboxílico o un ácido carboxílico, opcionalmente en presencia de un catalizador de esterificación, preferiblemente a una temperatura en la gama de 160 a 200°C, hasta que se obtiene el peso molecular requerido. El curso de la esterificación puede seguirse midiendo el índice de ácido del producto, teniendo los poliésteres preferidos índices de acidez en la gama de 10 a 100 mg KOH/g y especialmente en la gama de 20 a 50 mg KOH/g. El agua formada en la reacción de esterificación se elimina del medio de reacción, y esto puede realizarse convenientemente haciendo pasar una corriente de nitrógeno por la mezcla de reacción, o preferiblemente, llevando a cabo la reacción en presencia de un disolvente, tal como tolueno o xileno, y separando por destilación el agua a medida que se forma. Los poliésteres resultantes pueden aislarse de manera convencional.

- En dichos ácidos hidroxicarboxílicos, el radical representado por X contiene preferiblemente de 12 a 20 átomos de carbono, y se prefiere además que haya entre 8 y 14 átomos de carbono entre los grupos de ácido carboxílico e hidroxilo. También se prefiere que el grupo hidroxilo sea un grupo hidroxilo secundario.

- Como ejemplos específicos de estos ácidos hidroxicarboxílicos puede mencionarse el ácido ricinoleico, una mezcla de ácidos 9- y 10-hidroxiesteárico (obtenida por sulfatación de ácido oleico seguido por hidrólisis), y ácido 12-hidroxiesteárico, y especialmente el ácido graso de aceite de ricino hidrogenado comercialmente asequible que contiene



además de ácido 12-hidroxiesteárico cantidades menores de ácido esteárico y ácido palmítico.

5. Los ácidos carboxílicos que pueden utilizarse en combinación con los ácidos hidroxicarboxílicos para obtener los poliésteres son preferiblemente ácidos carboxílicos alifáticos saturados o insaturados, particularmente ácidos alquil y alquenil-carboxílicos que contienen una cadena de 8 a 20 átomos de carbono. Como ejemplos de estos ácidos puede mencionarse ácido laurico, ácido palmítico, ácido esteárico y

10. ácido oleico.

De acuerdo con un aspecto adicional de la presente invención se provee un procedimiento para la producción de los agentes dispersantes como se han definido anteriormente, en donde R representa un grupo amino primario, secundario o terciario y Z está ligado al grupo carbonilo a través de un átomo de oxígeno que comprende hacer reaccionar un

15. cloruro de ácido del poliéster de la fórmula $Y.COOR^5$ con una sal de una amina de la fórmula $HOZR^5$ con un ácido fuerte en donde X, Z y R^5 tienen los significados anteriormente indicados.

20.

Este procedimiento de la invención puede convenientemente llevarse a cabo calentando el cloruro de ácido y la sal conjuntamente, opcionalmente en presencia de un catalizador tal como ácido p-toluenosulfónico y aislando la sal resultante del éster. Si se desea esta sal puede convertirse

25. en la base libre por tratamiento con una base tal como hidróxido de sodio.

Dicho cloruro de ácido puede convenientemente obtenerse por medio de la acción de cloruro de tionilo en

30. el ácido $Y.COOR^5$. Como ejemplos de dichas sales puede mencionarse

se los clorhidratos de β -aminoetanol, β -metilaminoetanol y β -(dimetil-amino)etanol.

5. De acuerdo con un aspecto adicional de la presente invención se provee un procedimiento alternativo para la producción de los agentes dispersantes de la invención que tienen la fórmula $YCO.OCH_2CHOHCH_2R^5$, que comprende hacer reaccionar un poliéster de la fórmula $Y.COOH$ con epiclorhidrina o epibromhidrina y seguidamente tratar con una amina de la fórmula HR^5 , en donde Y y R^5 tienen los significados indicados anteriormente.

10. Este procedimiento de la invención puede convenientemente llevarse a cabo calentando dicho poliéster y dicha epiclorhidrina o epibromhidrina conjuntamente preferiblemente en presencia de una amina terciaria como catalizador agregando la amina de la fórmula HR^5 y nuevamente calentando para completar la reacción.

15. Como ejemplos de dichas aminas puede mencionarse amoníaco, metilamina, dietilamina y octadecilamina.

20. El poliéster preferido para el uso en el procedimiento precedente en poli(ácido hidroxisteárico).

25. Los agentes dispersantes de la presente invención donde R es un grupo amino primario, secundario o terciario pueden convertirse en las sales correspondientes agitando o moliendo conjuntamente dichos agentes dispersantes con un ácido incoloro o coloreado o una sal del mismo con una base más débil (por ejemplo una amina aromática tal como p-dodecilanilina) o con un metal (por ejemplo aluminio) que forma solamente un hidróxido débilmente básico, en un líquido orgánico inerte, siendo la reacción llevada a cabo si se desea a una temperatura de hasta el punto de ebullición del líquido

30.



orgánico. Si se desea la mezcla de reacción puede contener una pequeña cantidad de agua, ya que en algunos caso, el agua actúa como catalizador para la reacción. Las sales de amina resultantes pueden luego aislarse mediante métodos convencionales, pero si se desea, la solución resultante de la sal puede utilizarse directamente en la producción de dispersiones de sólidos en líquidos orgánicos.

Los agentes dispersantes de la invención en donde R es un grupo de amonio cuaternario pueden a su vez obtenerse tratando los agentes dispersantes correspondientes en donde R es un grupo amino primario, secundario o terciario con un agente cuaternizante, tal como sulfato de dimetilo, siendo la reacción llevada a cabo preferiblemente a temperaturas elevadas, por ejemplo entre 50 y 250°C, y opcionalmente en presencia de un líquido orgánico.

Los agentes dispersantes de la presente invención son valiosos para preparar dispersiones de sólidos, en particular pigmentos, en líquidos orgánicos, y estas dispersiones, forman un aspecto adicional de la invención.

De acuerdo con un aspecto adicional de la presente invención se proveen dispersiones de sólidos en líquidos orgánicos que contienen disueltos en los mismos un agente dispersante como se ha definido anteriormente.

Dichas dispersiones pueden obtenerse mediante cualquiera de los métodos convencionales bien conocidos para preparar dispersiones. Por lo tanto el sólido, líquido orgánico y el agente dispersante pueden mezclarse en cualquier orden y la mezcla luego someterse a un tratamiento mecánico para reducir el tamaño de partícula del sólido, por ejemplo por molienda con bolas, molienda con perlas y molienda con grava hasta



que se forma la dispersión. El tratamiento se continúa hasta que el tamaño de partícula del sólido es inferior a 25 micras y preferiblemente menor a 10 micras.

5. Cuando dichos agentes dispersantes se utilizan en la forma de estas sales, entonces no es esencial el uso de la sal preformada, dado que esta puede prepararse in situ al mismo tiempo que se prepara la dispersión mezclando conjuntamente el sólido, el líquido orgánico, y el agente dispersante apropiado que contiene un grupo amino primario, secundario o terciario, y ácido, y sometiendo la mezcla a un tratamiento mecánico. No es esencial que todo el grupo amino o grupos amino se conviertan en la forma de sal, dado que se ha hallado que las mezclas de las bases libres y las sales son agentes dispersantes igualmente eficaces.

15. Alternativamente, el sólido puede tratarse para reducir su tamaño de partícula independientemente o mezclado con ya sea el líquido orgánico o el agente dispersante, y luego se añade el otro ingrediente o ingredientes y la dispersión puede obtenerse por agitación de la mezcla. Como una alternativa adicional, una solución de líquido orgánico del agente dispersante puede emulsionarse en una fase acuosa por medios conocidos, tales como agitación a elevada velocidad, en presencia de uno o más agentes tensioactivos y agregarse la emulsión resultante a una suspensión acuosa del sólido, tras lo cual el líquido orgánico y el agua se eliminan por filtración y se seca el residuo de sólido y agente dispersante. El residuo puede seguidamente dispersarse en un medio orgánico. Las composiciones obtenidas de esta manera y que comprenden el sólido en forma finamente dividida y el agente dispersante representan un aspecto adicional de la presente invención.
- 20.
- 25.
- 30.



5. Se prefiere que la cantidad de agente dispersante presente en las dispersiones sea tal que corresponda a entre 5 y 50% en peso, y preferiblemente entre 10 y 30% en base al peso del sólido, y que las dispersiones contengan preferiblemente de 5 a 70 % en peso del sólido en base al peso total de la dispersión.

10. Los líquidos orgánicos utilizados para preparar dichas dispersiones pueden ser líquidos orgánicos inertes en donde dichos agentes dispersantes son por lo menos parcialmente solubles a temperaturas ambientes y que son estables bajo las condiciones subsiguientes de uso de la dispersión. Si se desea pueden utilizarse mezclas de líquidos orgánicos. Los líquidos orgánicos preferidos son hidrocarburos e hidrocarburos halogenados, tales como benceno, tolueno, xileno, espíritu blanco, n-hexano, ciclohexano, clorobenceno, tetracloruro de carbono y percloroetileno. Pueden utilizarse sin embargo otros líquidos orgánicos, por ejemplo ésteres tales como resinas alquídicas y aceite de linaza de cuerpo calentado utilizado como medios de barniz litográfico. Ante todo se prefiere que

15. el líquido orgánico sea predominantemente una fracción de petróleo alifática. En general, los líquidos orgánicos o mezclas de los mismos utilizados para preparar las dispersiones dependerán en los usos subsiguientes a los cuales se destinan las dispersiones.

20.

25. Los sólidos son preferiblemente pigmentos inorgánicos u orgánicos, y pueden ser cualquiera de las clases reconocidas de pigmentos. Como ejemplos de pigmentos inorgánicos puede mencionarse dióxido de titanio, negro de humo, óxido de cinc, azul prusia, sulfuro de cadmio, óxidos de hierro, bermellón, pigmentos ultramarinos y de cromo incluyendo

30.



5. cromatos de plomo, cinc, bario y calcio y las varias mezclas y modificaciones de los mismos tales como los comercialmente asequibles como pigmentos de amarillo verdoso o rojo bajo los nombres de primorosa, limón, yema, anaranjado, escarlata y rojo de cromo.

10. Como ejemplos de pigmentos orgánicos pueden mencionarse pigmentos de la serie azo, tíoindigo, antraquinona, antantrona, isodibenzantrona y trifendioxazina, pigmentos de colorantes de tina, pigmentos de ftalocianina tales como ftalocianina de cobre y sus derivados halogenados nucleares y tetrafenil de cobre y octa fenil ftalocianinas, pigmentos de quinacridona y lacas de colorantes ácidos, básicos y mordientes. Estos pigmentos se describen, en por ejemplo, la 15. segunda edición del Colour Index que se publicó en 1956 bajo el encabezamiento "Pigments" y en modificaciones autorizadas siguientes del mismo. Pigmentos preferidos son negro de humo y especialmente ftalocianina de cobre y sus derivados halogenados nucleares.

20. Las dispersiones de la presente invención son composiciones fluidas o semi-fluidas que contienen el sólido en forma finamente dividida y desfloculada, y pueden utilizarse para cualquier propósito para los cuales se utilizan convenientemente dispersiones de estos sólidos particulares. Por lo tanto dispersiones de pigmento son de particular 25. valor en la producción de tintas de imprenta, incorporando las dispersiones con otros componentes convenientemente utilizados en la producción de estas tintas. Las dispersiones también son de valor en la producción de pinturas, para cuyo propósito las dispersiones se incorporan en resinas alquídicas u 30. otras convencionales. Alternativamente, los agentes disper-



5. santes de la presente invención pueden utilizarse como agentes dispersantes en la producción de dispersiones de otros colorantes, por ejemplo colorantes ácidos, colorantes de dispersión y colorantes básicos, como los descritos en la segunda edición del Colour Index, en líquidos orgánicos; estas dispersiones se utilizan para el teñido por disolvente de textiles.

10. La presente invención se ilustra pero no se limita mediante los siguientes ejemplos en donde las partes y porcentajes son en peso.

Se preparó un poliéster de la siguiente manera:

15. Poliéster A - Se agita durante 22 hr, a 190-200°C, una mezcla de 348 partes de xileno y 3350 partes de una calidad comercial de ácido 12-hidroxiesteárico (que tiene índices de acidez y de hidroxilo de 182 mg de KOH/g y 160 mg de KOH/g respectivamente), siendo el agua formada en la reacción separada del xileno en el destilado que luego se retorna al medio de reacción. Después de haberse recogido 152 partes de agua, el xileno se
20. elimina por calentamiento a 200°C en una corriente de nitrógeno. El líquido de color ambar pálido resultante tiene un índice de acidez de 35,0 mg de KOH/g.

EJEMPLO 1

25. Se agita una mezcla de 1600 partes de poliéster A y 102 partes de 3-dimetilaminopropilamina durante 2 1/2 hr, a 160 °C, bajo un condensador de reflujo y en una corriente de nitrógeno. Luego se separan por destilación 10 partes en volumen de la mezcla, la temperatura se eleva a 190°C durante 20 min., se mantiene a 190°C-200°C durante 2 horas 45 minutos.
30. El líquido viscoso de color ambar pálido resultante se so



lidifica parcialmente al enfriarse.

5. El análisis infrarrojo del producto evidencia bandas a 1655 y 1540 cm^{-1} correspondiendo a la presencia de un grupo -CONH-. La titulación del producto con ácido perclórico, con o sin formaldehído, evidencia la presencia de 0,557 equivalentes de un grupo amino terciario por 1000 g de producto. El índice de acidez del producto es de 12,3 mg de KOH/g.

EJEMPLO 2

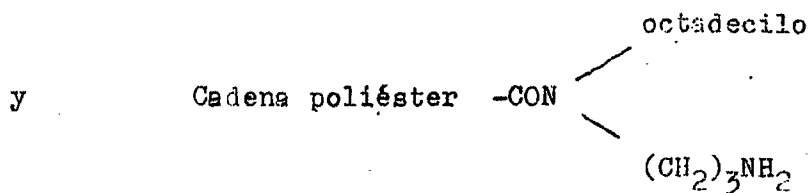
10. Se agregan 13,5 partes de sulfato de dimetiló a 183 partes del producto del ejemplo 1, a 44°C elevándose la temperatura de la mezcla a 72°C. La mezcla se agita luego durante 1 1/2 hr, a 90°C-100°C. El producto es un líquido viscoso de color ambar pálido que forma una goma al enfriarse.

15. El análisis infrarrojo del producto evidencia bandas a 750, 1015, 1062 y 1240 cm^{-1} debido a la presencia del anión CH_2SO_4^- , y bandas a 1545 y 1660 cm^{-1} debido al grupo CONH.

Ejemplo 3

20. Una mezcla de 900 partes de poliéster A y 300 partes de una calidad comercial de 3-octadecilaminopropilamina se agita durante 5 1/2 hr, a 160-165°C, en una atmósfera inerte. La mezcla se deja enfriar luego, dando un sólido de color ambar pálido que consiste esencialmente en una mezcla de compuestos de la fórmula:

25. Cadena poliéster -CONH $(\text{CH}_2)_3$ NH-octadecilo



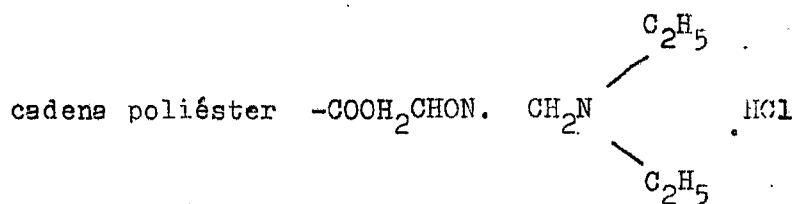


5. El análisis infrarrojo evidencia la presencia de bandas a 3310, 1645 y 1550 cm^{-1} correspondiendo al grupo CONH. La titulación con ácido perclórico en ácido acético demuestra que el producto contiene un equivalente de un grupo amino o amino sustituido en 1455 g. El índice de ácidos del producto es 5,7 mg de KOH/g.

EJEMPLO 4

10. Una mezcla de 160 partes de Poliéster A, 0,39 partes de dodecildimetilamino y 9,2 partes de epiclorhidrina se agita durante 3 hr, a 150-155°C, tras lo cual el índice de acidez del producto disminuye a 4,05 mg de KOH/g.

15. Una mezcla de 50 partes del producto precedente y 2,17 partes de dietilamina se agita durante 19 hr a 100°C. La titulación del producto resultante con ácido perclórico demuestra que 78,5% de la dietilamina ha reaccionado con el grupo clorometilo para dar un producto que consiste esencialmente en:



EJEMPLO 5

20. Una mezcla de 3 partes de sulfocromato de plomo, 0,2 partes de ácido disulfónico de ftalocianina de cobre, 1,3 partes del producto del Ejemplo 1 y 5,5 partes de una fracción de petróleo con ebullición a 100-120°C es molida a bolas por 16 hr para dar una dispersión fluido, finamente dividida y bien desfloculada del pigmento que es útil para uso en pintura o en tinta de imprenta por grabado. Se obtienen dispersiones similares cuando el pigmento precedente es reemplazado por

25.



cualquiera de los siguientes:

- 5.
- a) Policloroftalocianina de cobre
 - b) Tióxido RCR que es una forma recubierta de dióxido de rutilo y titanio.
 - c) El fosfomolibdotungstato de C.T. Azul Básico 7 (C.I. 42595)
 - d) 4: 10-Dibromocantrantrona
 - e) Identrona

EJEMPLO 6

10. Una mezcla de 3 partes de policloroftalocianina de cobre, 1,3 partes del producto del Ejemplo 1, 0,2 partes de ácido 1-naftilamina-5-sulfónico y 5,5 partes de una fracción de petróleo con ebullición a 100-120°C es molida a bolas durante 16 hr para dar una dispersión fluida, finamente dividida y bien desfloculada del pigmento. Se obtienen dispersiones similares cuando 0,2 partes de ácido 1-naftilamina-5-sulfónico se reemplaza por 0,2 parte de lo siguiente:

- 15.
- a) Mezcla comercialmente asequible a ácidos 1-naftilamino-6- y 7-sulfónico.
 - 20. b) Acido sulfónilico
 - c) Acido N-bencilsulfanílico
 - d) Acido 2-naftilamino-6-sulfónico
 - e) Acido metanílico.
 - f) Acido p-toluensulfónico
 - 25. g) Acido naftaleno-2-sulfónico

EJEMPLO 7

30. Una mezcla de 3 partes de un matizador de calcio resinado de ácido 1-(2'-sulfo-4'-metilfenilazo)-2-naftol-3-carboxílico, 1,5 partes del producto del Ejemplo 1 y 5,5 partes de una fracción de petróleo con ebullición a 100-



120°C es molida a bolas durante 16 hr para dar una dispersión fluida, finamente dividida y bien desfloculada del pigmento.

Se obtienen dispersiones similares cuando el pigmento precedente se reemplaza por un matizado de bario de ácido 1-(2'-sulfo-4'-metil-5'-clorofenilazo)-2-naftol-3-carboxilico o el producto del Ejemplo 1 se reemplaza por el producto de los Ejemplos 3 ó 4.

5.

EJEMPLO 8

Una mezcla de 3 partes de la forma 8 de ftalocianina de cobre, 0,2 parte de ácido trisulfónico de ftalocianina de cobre, 1,3 partes del producto del Ejemplo 1 y 5,5 partes de una fracción de petróleo con ebullición a 100-120°C es molida a bolas durante 16 hr para dar una dispersión fluida, finamente dividida y bien desfloculada del pigmento que es útil para uso en medios de pintura cuando existe poca o ninguna tendencia para el que pigmento se flocule.

10.

15.

EJEMPLO 9

Una mezcla de 0,2 parte de ácido disulfónico de ftalocianina de cobre, 1,3 partes del producto del Ejemplo 1 y 5,5 partes de una fracción de petróleo con ebullición a 100-120°C es molida a bolas durante 16 hr cuando se obtiene una solución azul clara. Se agregan 3 partes de la forma 8 de ftalocianina de cobre y la molienda se continua durante 2 hr. Se obtiene una dispersión fluida, finamente dividida y bien desfloculada del pigmento.

20.

25.

Se obtiene resultados similares si la 0,2 parte del ácido disulfónico precedente se reemplaza por 0,2 parte del producto de condensación de 1 mol de fosgeno y 2 moles de ácido 4'-amino-4-hidroxi-3-metilazobenceno-5-carboxilico o por 0,2 parte de la forma de ácido libre de C.I. Ama-

30.



rillo R (C.I. 40.000) y/o las 3 partes del pigmento precedente se reemplazan por 3 partes del pigmento obtenido por copulación de 3:3'-diclorobencidina tetrazoada con 2 moles de acetacetanilida.

5. EJEMPLO 10

Una mezcla de 3 partes de policloro-ftalocianina de cobre, 1,5 partes del producto del Ejemplo 2 y 5,5 partes de una fracción de petróleo con ebullición a 100-120°C es molida a bolas durante 16 hr para dar una dispersión finamente dividida, bien desfloculada del pigmento.

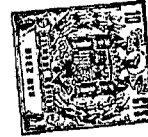
Se obtiene una dispersión similar cuando el pigmento precedente se reemplaza por un matizador de calcio resinado de ácido 1-(2'-sulfo-4'-metilfenilazo)-2-naftol-3-carboxílico.

15. EJEMPLO 11

Una mezcla de 0,39 parte de la sal de p-dodecilanilina de un ácido disulfónico de ftalocianina de cobre, 1,11 partes del producto del Ejemplo 1 y 5,5 partes de una fracción de petróleo con ebullición a 100-120°C se agita durante 30 min a 20°C. A la solución azul resultante se agregan 3 partes de la forma β de ftalocianina de cobre y la mezcla es molida a bolas durante 16 hr para dar una dispersión fluida, finamente dividida y bien desfloculada del pigmento.

EJEMPLO 12

25. Una mezcla de 1600 partes de poliéster A y 204 partes de 3-dimetilaminopropilamina se agita durante 30 min. a 160°C bajo un condensador de reflujo y una corriente de nitrógeno. La temperatura de la mezcla luego se eleva a 190°C durante 30 min, el agua formada en la reacción se separa por destilación, y la temperatura se mantiene luego a 190-200°C



durante 2 3/4 hr. El líquido viscoso de color ambar pálido resultante se deposita como una cera al enfriarse.

El producto tiene un equivalente por titulación con ácido perclórico de 1008, y el índice de acidez es de 4,0 mg/KOH/g.

5.

EJEMPLO 13

Una mezcla de 0,32 parte de una sal de aluminio de un ácido trisulfónico de ftalocianina de cobre que contiene 1,1 % de aluminio, 1,18 partes del producto del Ejemplo 12, 5,5 partes de una fracción de petróleo con ebullición a 100-120°C y 0,03 parte de agua se agita durante 1 hr a 20°C. A la solución azul resultante se agregan 3 partes de la forma de ftalocianinade cobre y la mezcla es molida a bolas durante 16 hr para dar una dispersión fluida, finamente dividida y bien desfloculada del pigmento.

10.

15.

La sal de aluminio utilizada en este Ejemplo era a su vez obtenida disolviendo 50 partes de una sal de sodio comercialmente disponible del ácido trisulfónico de ftalocianina de cobre y 2000 partes de agua a 100°C agregando 23,6 partes de una solución acuosa concentrada de ácido clorhídrico, seguido por solución de 50 partes de sulfato de aluminio en agua, separando por filtración el sólido precipitado, lavando con agua y secando el sólido.

20.

- N O T A -

25.

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

30.



Inglaterre bajo el número y la fecha siguiente: 60731/71 de 30 de Diciembre de 1.971, acogiendo por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita una Patente de Invención por 20 años en España sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE DISPERSIONES DE SÓLIDOS, caracterizandose por lo siguiente:

5.

10.

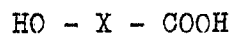
1.- Procedimiento para la obtención de dispersiones de sólidos, caracterizado porque comprende mezclar un sólido con un líquido orgánico que contiene, disuelto en el mismo, un agente dispersante de fórmula:



15.

en donde Z es un grupo conector divalente que está fijado al grupo carbonilo a través de un átomo de oxígeno o nitrógeno, R es un grupo amino primario, secundario o terciario o una sal del mismo con un ácido, o un grupo de sal de amonio cuaternario Y es el residuo de una cadena poliéster que junto con el grupo -CO- se deriva de un ácido hidroxicarboxílico de la fórmula:

20.

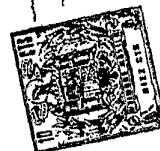


en donde X es un radical alifático, saturado o insaturado divalente que contiene por lo menos 8 átomos de carbono y en donde hay por lo menos 4 átomos de carbono entre los grupos hidroxil y de ácido carboxílico, o de una mezcla de dicho ácido hidroxicarboxílico y un ácido carboxílico que está libre de grupos hidroxil; y someter la mezcla resultante a un tratamiento mecánico para reducir el tamaño de partida del sólido a menos de 25 micras.

25.

30.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como sólido se mezcla un pigmento inorgá-



nico u organico.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque como pigmento se mezcla ftalocianina de cobre o un derivado halogenado nuclear de la misma.

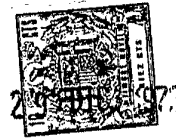
5. 4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se mezcla de 4 a 70% en peso del sólido en base al peso total de la dispersión y de 5 a 50% en peso del agente dispersante en base al peso del sólido.

10. 5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque como líquido orgánico se mezcla un hidrocarburo o un hidrocarburo halogenado.

15. 6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la cadena poliéster presente en el agente dispersante es aquella presente en el poli (ácido hidroxisteárico).

20. 7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque como agente dispersante se mezcla una sal de un agente en donde R es un grupo amino primario, secundario o terciario y dicha sal se forma in situ sometiendo a un tratamiento mecánico una mezcla de un sólido, un líquido orgánico, un agente dispersante según se define en la reivindicación 1, en donde R es un grupo amino primario, secundario o terciario y un ácido incoloro o coloreado.

25. 8.- Procedimiento para la obtención de dispersiones de sólidos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.



Esta Memoria consta de 21 hojas escrita a máquina por una sola cara.

Madrid

29 DIC. 1972

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

I. GOMEZ ACEBO Y MOJER
por el Firmado L. García Fernández