



PATENTE DE INVENCION

pe-2429762.

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PIGMENTOS BRILLANTES
CONTENIENDO COLORANTES.

438743

Solicitante: MERCK PATENT GESELLSCHAFT MIT BESCHRANKTER
HAFTUNG, entidad alemana, residente en 61
Darmsdat 2, República Federal Alemana.

Los pigmentos brillantes con color tienen cada vez
más interés en los más distintos terrenos, por ejemplo, en
la cosmética y como aditivo a los materiales sintéticos, la-
cas y colorantes. Por las posibilidades de aplicación cons-
5 tantemente crecientes existe la necesidad hacia nuevas tona-



lidades de color.

Ya se conoce el agregar a los pigmentos brillantes, durante su preparación, colorantes, de manera que, además del color que se forma por fenómenos de interferencia, se puedan lograr efectos de color adicionales. Así, por ejemplo, según la publicación alemana DAS 2 124 155 se agregan, durante la formación de los pigmentos de brillo nacarado a base de triacinas, uracilas y carbonato de plomo básico, colorantes que se incorporan en las partículas de pigmento. Asimismo es conocido, por ejemplo, según la patente alemana 1 192 353, que se logra una mejor adherencia de los colorantes sobre las partículas de pigmento, si los colorantes hidrosolubles se preparan directamente en la suspensión que contiene las partículas de pigmento. De esta manera se quiere precipitar el colorante, en forma finamente particulada, directamente sobre las partículas de pigmento.

Estos procedimientos, sin embargo, no cumplen las exigencias de la práctica. Se ha demostrado que de esta manera solamente se fija una parte del colorante sobre las partículas del pigmento. La cantidad principal del colorante no se precipita en la mayoría de los casos sobre las partículas de pigmento, sino que se encuentra en suspensión. Además, el colorante se puede retirar fácilmente por lavado de los pigmentos al enjuagar con agua. Asimismo, se observa, en la mayoría de los casos, una distribución desigual del colorante sobre la superficie del pigmento, con lo que se influyen considerablemente las propiedades de los productos finales, especialmente su brillo.

La presente invención tiene por cometido la obtención en forma técnicamente sencilla de pigmentos de brillo co



5 loreados con efectos de color especiales. Este cometido se so-
luciona debido a que los colorantes se fijan químicamente so-
bre la superficie de las partículas de pigmento y no sólo en
forma adsorptiva. Esto se logra recubriendo el material de par-
10 tida con un revestimiento que se puede transformar en una la-
ca de color. De esta manera se obtienen pigmentos de brillo
coloreados con una capa de colorante firmemente adherida que
no se puede extraer por lavado y los pigmentos obtenidos po-
señen una intensidad de color y luminosidad excelente y además
15 efectos de color de brillo metálico que no se pueden lograr
con los pigmentos de brillo hasta ahora usuales.

El objeto de la invención son, por lo tanto, pigmen-
tos de brillo, que contienen colorante, a base de escamas de mi-
ca recubiertas de óxidos de metal que, como colorantes, con-
15 tienen lacas de color de aluminio que con ayuda de una capa
de hidróxido de aluminio previamente precipitada se fijan co-
mo compuestos insolubles en agua sobre la superficie de las
partículas de pigmento. Preferentemente contienen los pigmen-
tos las lacas de color en una cantidad de aproximadamente
20 un 0,001 a 5 % en peso.

Objeto de la invención es, asimismo, un procedimiento
para la obtención de pigmentos de brillo conteniendo coloran-
te a base de escamas de mica recubiertas de óxido de metal
que consiste en que pigmentos de brillo recubiertos de una ca-
25 pa de hidróxido de aluminio se hacen reaccionar con una solu-
ción de un compuesto que contiene grupos hidroxilo, que, di-
rectamente o bajo formación intermediaria de un quelato de
aluminio de difícil solubilidad y su ulterior reacción con
una amina diazotada, es capaz de formar una laca de color de
30 aluminio insoluble en agua. Preferentemente se procede aquí



5 haciendo reaccionar los pigmentos de brillo con una solución acuosa de un colorante orgánico que contenga grupos hidroxilo que con iones de Al forme una sal de difícil solubilidad o una sal compleja, o se agrega la solución acuosa de un formador de quelato que con los iones de Al forma un precipitado de difícil solubilidad sobre las partículas de pigmento y este precipitado se transforma mediante una reacción de copulación usual, con ayuda de una amina diazotada, en una laca de color de aluminio.

10 Los nuevos pigmentos de la presente invención se pueden preparar de todos los pigmentos conocidos a base de escamas de mica. Así, como productos de partida se pueden emplear las mismas escamas de mica, como también aquéllas que están recubiertas de capas igualadas de óxido de metal. Tales pigmentos se encuentran en el mercado y se describen, por ejemplo, en la patente alemana 2 009 566. Se trata por regla general de escamas de mica con un diámetro de unas 5 - 200 micras y un espesor entre 0,1 y 5 micras, preferentemente unas 0,5 micras. Como revestimientos de óxido de metal se emplean, debido al favorable índice de refracción, principalmente dióxido de titanio o bien aguados de dióxido de titanio y/o dióxido de circonio, o bien aguados de dióxido de circonio. Un pigmento empleado con especial frecuencia es, por ejemplo, un pigmento de escamas de mica en el que las escamas de mica que tienen un diámetro de unas 5 a 50 micras y un espesor de unas 0,5 micras están recubiertas en forma igualada de una capa de dióxido de titanio, en caso dado hidratada, conteniendo la superficie de mica aproximadamente 50 a 500 mg de TiO_2/m^2 . Estos pigmentos de brillo nacarado poseen distintos colores según el espesor de la capa de TiO_2 y/o ZrO_2 precipitada. Por regla

15

20

25

30



5 general se trata de productos calcinados. En principio se pueden emplear naturalmente, sin embargo, también todos los demás pigmentos a base de escamas de mica recubiertas, especialmente también aquellas con otros espesores de capa de TiO_2 y/o ZrO_2 . Además, como productos de partida se pueden emplear todos los pigmentos de brillo nacarado en los que las capas que se encuentran sobre las escamas de mica contienen ulteriores aditivos de óxidos de metales colorantes, por ejemplo, de hierro, níquel, cobalto, cromo o vanadio. En caso dado pueden
10 contener estas capas, adicionalmente, también óxidos de metal no coloreantes, tales como óxido de aluminio u óxido de antimonio. También estos pigmentos son conocidos y se describen, por ejemplo, en las patentes alemanas 1 467 468 y 1 959 998 y en la publicación alemana DOS 2 244 298.

15 Sobre estos pigmentos se aplica primeramente un recubrimiento de hidróxido de aluminio que forma una capa de firme adhesión y que hace que las partículas de pigmento se puedan colorear. Los iones de aluminio, allí contenidos, reaccionan entonces bajo formación de una capa de colorante de firme adhesión.
20

El recubrimiento de pigmentos de brillo a base de escamas de mica recubiertas de óxidos de metal con hidróxidos de aluminio ya es conocido. Para realizar este recubrimiento se suspenden las partículas de pigmento en agua y esta suspensión se calienta convenientemente a temperaturas más elevadas, por ejemplo, entre 40° y $95^\circ C$. Después se vierte a la suspensión una solución ácida acuosa de una sal de aluminio hidrosoluble, por ejemplo, cloruro de aluminio, nitrato de aluminio, sulfato de aluminio potásico o sulfato de aluminio o una
25 solución acuoso-alcalina de un aluminato, por ejemplo, alumi-
30



nato sódico o aluminato potásico. La concentración en iones Al en la solución salina que se agrega se encuentra entre 0,1 y 5 moles/l.

5 Al mismo tiempo se agrega un alcali o ácido para ajustar un pH entre 3 y 10, preferentemente entre 4 y 9. Como alcali entran, ante todo, en consideración los hidróxidos alcalinos y amónicos, preferentemente NaOH acuoso o NH_3 gaseoso. Al agregar ácido se da preferencia al HCl, H_2SO_4 o HNO_3 .

10 La adición del alcali o del ácido se regula de manera que el pH de la suspensión se mantenga lo más constante posible durante el precipitado. Después de la precipitación de la cantidad deseada de hidróxido de aluminio se separa el pigmento obtenido por succión, se lava y se seca. Ha demostrado ser favorable ajustar la cantidad de hidróxido de aluminio precipitado a aproximadamente un 0,1 - 20 % en peso de Al_2O_3 en el pigmento terminado, preferentemente a aproximadamente un 1 a 10 % en peso. Esto corresponde a un espesor de la capa de óxido de aluminio o bien de hidróxido de aluminio de aproximadamente 1 a 100 nm.

20 Un aislamiento y secado del pigmento, así recubierto, en muchos casos no es necesario. Más bien se puede emplear la suspensión de las partículas de pigmento recubiertas, obtenida del precipitado de hidróxido de aluminio, directamente en la etapa siguiente, en la que se prepara la laca de color.

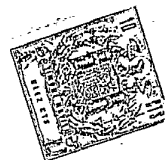
25 La capa de hidróxido de aluminio obtenida sobre las partículas de pigmento es lisa e igualada, pudiéndose desarrollar totalmente el brillo y la intensidad de color de los pigmentos coloreados obtenidos. En el recubrimiento con hidróxido de aluminio se puede evitar, contrario al recubrimien
30 to directo con colorantes orgánicos, la presencia de precipi-



tados secundarios y la formación de aglomerados de colorante.

Esta capa base de hidróxido de aluminio permite ahora teñir las partículas de pigmento en una ulterior etapa, valiéndose como única condición para el colorante a emplear, que éste se pueda lacar con los iones de aluminio. Las lacas de color son, según es sabido, por definición, colorantes que se forman por precipitación de un colorante orgánico hidrosoluble con agentes de precipitación, especialmente iones de metal (aquí, por ejemplo, iones de aluminio). De los numerosos colorantes disponibles se puede, por lo tanto, efectuar una selección adecuada. En la literatura se describen numerosas lacas de color de aluminio. Además, el especialista conoce muchos compuestos orgánicos que son capaces de formar lacas de color con aluminio, por lo que el procedimiento de la presente invención y los nuevos pigmentos no se limitan a las lacas de color de aluminio conocidas. El procedimiento de la presente invención se puede emplear, por lo tanto, sin más con un gran número de colorantes. También entre los colorantes para alimentos y los colores para la cosmética está dada una amplia escala de aplicación.

La formación de la laca de color sobre las partículas de pigmento recubiertas de hidróxido de aluminio se puede realizar de distintas formas, pero, sin embargo, en sí conocidas. Como componente inorgánico de la laca de color compuesta de un componente orgánico y de un componente inorgánico actúan aquí los iones de aluminio que en forma de una capa de hidróxido de aluminio están fijamente fijadas sobre las partículas de pigmento, y esto como superficie lisa y de firme adhesión. El componente orgánico, que se necesita para la formación de la laca de color, se compone de una molécula de colo-



5 rante que contiene grupos que permiten, bien la formación de
una sal de difícil solubilidad o de un complejo de difícil so-
lubilidad con iones de aluminio. Según la invención tienen
preferencia aquellas moléculas que son capaces de formar con
10 los iones de aluminio compuestos complejos verdaderos, ya que
tales compuestos permiten suponer por lo general una mayor es-
tabilidad química que las sales sencillas. Sustancias de esta
clase adecuadas para la formación de complejos ya se emplean
frecuentemente, por ejemplo, en la analítica como indicadores
15 de metal o como reactivos de precipitación. En la técnica de
la tintorería se conocen, entre otros, como colorantes de de-
capado. Estas indicaciones señalan que se pueden emplear aquí
un gran número de laca de color. Son especialmente ventajo-
sos los colorantes con grupos formadores de quelatos, por ejem-
20 plo, colorantes a base de antraquinona, especialmente los com-
puestos complejos de alizarina conocidos para la obtención de
laca de rubia. En los colorantes con grupos formadores de
sal deberá ser el número de los grupos formadores de sal, por
una parte, tan grande de manera que el colorante se pueda man-
25 tener primeramente en solución acuosa, por otra parte, sin em-
bargo, también tan pequeña de manera que después de la reac-
ción con las partículas de pigmento se forme una sal de difí-
cil solubilidad que no se pueda retirar por lavado. Debido a
ésto tiene una gran importancia el número de los grupos forma-
dores de sal con relación al tamaño y forma de la molécula
orgánica. En principio estas formas de reacción son usuales
para el especialista y, en caso de duda, basta un ensayo ru-
tinario para determinar si un colorante determinado forma con
30 iones de aluminio una laca de color de difícil solubilidad.

La formación de la laca de color se puede realizar



de dos formas:

Método A

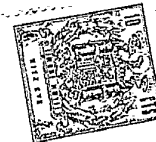
Las partículas de pigmento recubiertas de hidróxido de aluminio se suspenden en agua. Se agrega lentamente una solución del colorante orgánico seleccionado y la suspensión se calienta. Reacciona así el colorante con el hidróxido de aluminio sobre las partículas de pigmento formando una laca de color con lo que las partículas de pigmento se tiñen. Para la intensidad de color es decisiva, ante todo, la concentración de la solución de colorante, pero también el pH de la suspensión y la temperatura de reacción.

Método B

El pigmento recubierto de hidróxido de aluminio se hace reaccionar en suspensión acuosa con un compuesto orgánico que sea capaz de formar con los iones de aluminio un precipitado de difícil solubilidad.

Estos compuestos orgánicos son, preferentemente, formadores de quelato, por ejemplo, hidroxiquinolinas. La capa formada de esta manera de un quelato de Al de difícil solubilidad permite ahora, por copulación, por ejemplo, con aminas diazotadas de las más distintas clases, fijar colorantes sobre las partículas de pigmento. Las aminas diazotadas se dosifican para esta finalidad a la suspensión de pigmento acuosa. El colorante que se forma de manera en sí conocida por copulación se fija firmemente sobre las partículas de pigmento y forma una capa de colorante que no se puede retirar por lavado.

Este procedimiento abre las más múltiples posibilidades para la formación de las lacas de color pues el número



de los colorantes obtenibles a través de una diazotación y copulación es, como se sabe por la literatura, casi ilimitado. La capa adherida sobre las partículas de pigmento, ligada con los iones de aluminio a un complejo de quelato sólido es, por lo tanto, base de partida para un gran número de pigmentos que contienen colorante.

En el método A se encuentra la concentración de las soluciones de colorante, que se alimentan a las partículas de pigmento que se encuentran en suspensión, recubiertas de hidróxido de aluminio, aproximadamente entre 0,001 y 5 % en peso, preferentemente entre 1 y 3 % en peso.

Estas indicaciones no son críticas ya que, según la intensidad de color deseada, naturalmente se pueden alimentar cantidades muy distintas de colorantes. La cantidad de colorante fijada sobre las partículas de pigmento con ayuda de la capa de hidróxido de aluminio depende del peso molecular del colorante en cada caso. Se encuentra por lo general, sin embargo, entre 0,001 y aproximadamente un 5 %, referido al pigmento que contiene colorante.

Los colorantes que se indican individualmente a continuación no son ninguna relación completa de todas las configuraciones formadoras de quelato posibles. Solamente se quiere aclarar, a base de estos ejemplos, el mecanismo del procedimiento de la presente invención y no representará en forma alguna limitación con respecto a otros colorantes no mencionados directamente. El especialista sabe que otros colorantes se pueden emplear en la aplicación del procedimiento de la presente invención. Tampoco la subdivisión de los colorantes en distintos grupos significará limitación alguna. Por lo demás es natural que un colorante determinado puede pertenecer



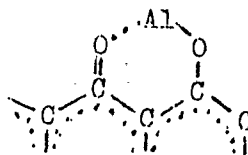
también simultáneamente a varios grupos, por ejemplo, cuando además de partes de molécula formadoras de quelato se encuentran también partes de molécula formadoras de sal.

1. Colorantes con grupos formadores de quelato

5 1.1 Colorantes a base de antraquinona

1.1.1 Grupos OH adyacentes al grupo CO

La agrupación en la molécula, decisiva para la formación de complejo, es la siguiente:



10 Entre éstos se encuentran los compuestos complejos de alizarina conocidos para la obtención de lacas de rubia, que son especialmente bien adecuados. Como ejemplo sean mencionados:

ácido 1,2-dihidroxi-antraquinon-3-sulfónico (Alizarin S)

15 1,2,5,8-tetrahidroantraquinona

ácido carmínico

ácido 1,2,6-trihidroxi-antraquinon-3-sulfónico

ácido 1,4-dihidroxi-2-antraquinonsulfónico

1,2-dihidroxi-antraquinona

20 1,2,3-trihidroxi-antraquinona

1,2,4-trihidroxi-antraquinona

1,2,5-trihidroxi-antraquinona

1,2,6-trihidroxi-antraquinona

1,2,7-trihidroxi-antraquinona

25 1,2,4,5,8-pentahidroxi-antraquinona

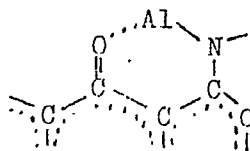
1,2,4,5,7,8-hexahidroxi-antraquinona



- 3-nitro-1,2-dihidroxiantraquinona
- 4-amino-1,2-dihidroxiantraquinona
- 3-amino-1,2,4-trihidroxiantraquinona
- 4-nitro-1,2-dihidroxiantraquinona
- 5 1-salicilaminoantraquinona
- dibenzoil-1,5-diaminoantraquinona
- dibenzoil-1,8-diaminoantraquinona
- ácido [(1,4-dihidroxi-2-antraquinonil)-metil]-iminodiacético
- ácido [(3,4-dihidroxi-2-antraquinonil)-metil]-iminodiacético
- 10 (Alizarin Complexan)

1.1.2 Grupos amino adyacentes a un grupo CO

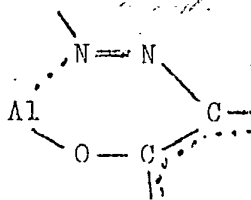
La formación de complejo se efectúa de la manera siguiente:



- 15 Aquí pertenece, por ejemplo, la 1,4-di-(4'-metil-2'-sulfofenilamino)-antraquinona

1.2 Compuestos azóicos con grupos hidroxilo adyacentes

La formación de complejo se puede efectuar entre un grupo diazónico y un grupo hidroxilo adyacente:



Son adecuados los siguientes colorantes monoazóicos:



- ácido 1-(2-sulfo-4-metil-1-fenilazo)-2-naftol-3-carboxílico
(Litholrubin BK)
- ácido 1-(2-sulfo-4-metil-5-cloro-1-fenilazo)-2-hidroxi-nafta-
lin-3-carboxílico (Litholrubin 3R)
- 5 ácido 1-(3-sulfo-1-fenilazo)-2-naftol-6-sulfónico (Orange GGN)
- 1-(2-sulfoácido-4-cloro-5-carboxil-1-fenilazo)-2-hidroxi-nafta-
lina (Permanentrottoner NCR)
- ácido 1-(4-sulfo-1-fenilazo)-2-naftol-6-sulfónico (Gelborange
S)
- 10 ácido 4-(4-sulfo-1-fenilazo)-1-(4-sulfofenil)-5-hidroxi-pirazo-
lon-3-carboxílico (Tartrazin)
- ácido 2,4-dihidroxi-azobenceno-4'-sulfónico (Chrysoin S)
- ácido 1-(2-sulfo-1-naftilazo)-2-hidroxi-naftalin-3-carboxílico
(Litholbordotoner R)
- 15 ácido 1-(4-sulfo-1-naftilazo)-2-naftol-3,6-disulfónico (Ama-
ranth)
- ácido 2-(4-sulfo-1-naftilazo)-1-naftol-4-sulfónico (Azombin)
- ácido 1-(4-sulfo-1-naftilazo)-2-naftol-6,8-disulfónico (Co-
chenillerot A)
- 20 ácido 1-(6-hidroxi-m-tolilazo)-2-naftol-4-sulfónico (Calmagit)
- bis- $\sqrt{3}$ -(8-amino-1-hidroxi-3,6-disulfo-2-naftilazo)-4-hidroxi-
fenil $\sqrt{7}$ -sulfona (Sulfonazo)
- ácido 3-hidroxi-4-(2-hidroxi-4-sulfo-1-naftilazo)-2-naftóico
(ácido calconcarboxílico)
- 25 4-(2-piridilazo)-resorcina (PAR)
- ácido 1-(2-hidroxi-1-naftilazo)-2-naftol-4-sulfónico (Calcon)
- ácido 3-(5-cloro-2-hidroxi-fenilazo)-4,5-dihidroxi-2,7-nafta-
lin-disulfónico (Eriochromblau SE)
- 1-(2,4-dimetil-1-fenilazo)-3,6-disulfo-2-naftol (Ponceau R)
- 30 ácido 1-(1-hidroxi-2-naftilazo)-6-nitro-2-naftol-4-sulfónico
(Erio T)

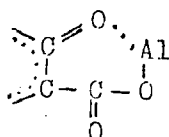


Asimismo son adecuados los colorantes disazóicos
ácido [4'-(4''-sulfo-1"-fenilazo)-7'-sulfo-1'-naftilazo]-1-
hidroxi-8-acetilaminonaftalin-3,5-disulfónico (Brillantschwarz
BN)

5 ácido 2-[4'-(4''-sulfo-1"-fenilazo)-7'-sulfo-1'-naftilazo]-1-
hidroxi-7-aminonaftalin-3,6-disulfónico (Schwarz 7984)

1.3 Colorantes con grupos COOH y CO adyacentes

También aquí se efectúa la formación de complejo
con el ion Al.



Como ejemplos sean mencionados:

ácido 5-(3,3'-dicarboxi-4,4'-dihidroxibenzohidriliden)-2-oxo-
3,6-ciclohexadien-1-carboxílico (ácido Aurintricarboxílico)

15 ácido 5-[α-(3-carboxi-5-metil-4-oxo-2,5-ciclohexadien-1-ili-
den)-2,6-dicloro-3-sulfo-bencil]-3-metil-salicílico (Chroma-
zurool S)

ácido 5-[α-(3-carboxi-5-metil-4-oxo-2,5-ciclohexadien)1-ili-
den)-2,6-dicloro-bencil]-3-metil-salicílico (Eriochromazurool
B)

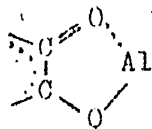
20 ácido 5-[α-(3-carboxi-5-metil-4-oxo-2,5-ciclohexadien-1-ili-
den)-2-sulfobencil]-3-metil-salicílico (Eriochromcyanin R)

ácido 5-[β-carboxi-α-(3-carboxi-5-metil-4-oxo-2,5-ciclohexa-
dien-1-iliden)-4-hidroxi-2,6-dimetil-bencil]-3-metil-salicíli-
co (Chromoxanviolett 5 B)

25 1.4 Colorantes con grupos OH y CO adyacentes



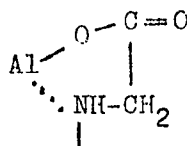
La formación de complejo se realiza de la siguiente manera:



Ejemplos son

- 5 Pirocatequinsulfónftaleina (Brenzkatechinviolett)
 ácido o-(4,5,6-trihidroxí-3-oxo-3-H-xanten-9-il)-bencenosulfónico (Pyrogallolrot)
 ácido o-(2,7-dibromo-4,5,6-trihidroxí-3-oxo-3-H-xanten-9-il)-bencenosulfónico (Brompyrogallolrot)
- 10 ácido o-(2,6,7-trihidroxí-3-oxo-3-H-xanten-9-il)-bencenosulfónico (Hydroxyhydrochinon-Rosa)
 4',5'-dihidroxífluoresceina (Gallein)
 2',7'-tetrahidroxífluoresceina (Hydroxyhydroquinonftaleina)
 3'-hidroxífenolftaleina (Brenzkatechinblau)
- 15 1.5 Colorantes con agrupación ácido aminoacético

La formación de complejo se realiza según el esquema siguiente:



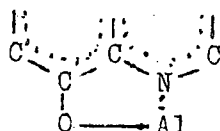
Como ejemplo sean mencionados los siguientes colorantes:

- 20 2',7'-bis-((bis-(carboximetil)-amino)-metil)-fluoresceina (Calcceina)
- 3',3''-bis-((bis-(carboximetil)-amino)-metil)-5',5''-diisopro



- pil-2',2''-dimetilfenolsulfonftaleina (Methylthymolblau)
- 3',3''-bis-((bis-(carboximetil)-amino)-metil)-5',5''-dimetil-
fenolsulfonftaleina (Xylenolorange)
- 3',3''-bis-((bis-(carboximetil)-amino)-metil)-5'-5''-dimetil-
5 fenolsulfonftaleina (Glyzincresolrot)
- 3',3''-bis-((bis-(carboximetil)-amino)-metil)-fenolftaleina
(Phenolphthalexon)
- 3',3''-bis-((bis-(carboximetil)-amino)-metil)-5',5''-dimetil-
fenolftaleina (Cresolphthalexon)
- 10 3',3''-bis-((bis-(carboximetil)-amino)-metil)-5',5''-diisopro-
pil-2',2''-dimetilfenolsulfonftalein (Glyzinthymolblau)
- 3',3''-bis-((bis-(carboximetil)-amino)-metil)-5',5''-diisopro-
pil-2',2''-dimetilfenolftalein (Thymolphthalexon)

1.6 Colorantes con la agrupación



Entran en consideración:

ácido α -(8-hidroxi-5-quinolil)- α -(4-oxo-2,5-ciclohexadien-1-iliden)-o-tolúico (Oxinblau)

- 2. Colorantes con grupos formadores de sal (sin formación de
15 quelato)

Son adecuados, por ejemplo,

- ácido N,N-difenilrosanilinmonosulfónico
- ácido N,N-trifenilrosanilinmonosulfónico } (Alkaliblau)
- ácido quinoftalondisulfónico (Chinolingelb)
- 20 ácido indigodisulfónico
- 2,4-disulfo-5-hidroxi-4,4'-bis-(dietilamino)-trifenil-carbi-
nol (Patentblau V)



N,N'-dietyl-N,N'-disulfobencil-di-4-amino-2-cloro-di-2-metil-fuchsonimonio (Acilanechtgrün 10 G)

4'-(N-etyl-N-m-sulfobencil)-amino-4''-(N-dimetil)-amino-N-etyl-N-m-sulfobencilfuchsonimonio

5 Tetrabromo-dicloro-fuoresceina (Phloxin)

2,4,5,7-tetraiodo-fluoresceina (Erythrosin bläulich)

10 Para la formación de las lacas de color Al son además adecuados los así llamados colorantes eloxálicos que se ofrecen para teñir aluminio eloxilado. Se trata aquí por regla general de complejos de metal orgánicos teñidos, especialmente de complejos de cromo o cobre. Son, por regla general, colorantes que se destacan por una especial estabilidad y solidez a la luz. Como ejemplo sean mencionados aquí los complejos de cromo de Zaponechtgelb G (N-(o-hidroxibenciliden)-2-
15 hidroxi-3-sulfo-5-nitrofenilamina), Palatinechtorange GN (4-(3'-nitro-5'-sulfo-6'-hidroxi-1'-fenilazo)-1-fenil-3-metil-5-hidroxi-pirazol), Palatinechtrot BEN, Palatinechtschwarz WAN (2-(2-hidroxi-4-sulfo-6-nitro-1-naftilazo)-2-naftol y, por ejemplo, Heliogenblau SBL (ftalocianina de cobre-ácido disulfónico).

20 También el precipitado de Al-quelato, a formar según el método B, se produce a partir de soluciones a las que se alimentan las partículas de pigmento recubiertas de hidróxido de aluminio que se encuentran en suspensión. Los formadores de quelato son, por ejemplo, ácido 2,4- ó 2,6-dihidroxibenzóico, 8-hidroxiquinolina y ácido gálico. Sin embargo, también se pueden emplear otros compuestos que con los iones de aluminio formen quelatos de difícil solubilidad en agua. Para la
25 realización del procedimiento se mezcla el pigmento recubierto de hidróxido de aluminio con una solución del formador de complejo y a un pH adecuado para la formación de complejo,
30



que normalmente se encuentra entre 3 y 10, se hierve durante algún tiempo (por ejemplo, aproximadamente 5 a 30 minutos) o como mínimo se lleva a temperatura más elevada ($>30^{\circ}\text{C}$).

5 Frecuentemente se recomienda la adición de una solución de tampón usual, por ejemplo, tampón de acetato o de glicocol. El pigmento así tratado se separa por filtración y se lava con agua o también con solución tampón y a continuación con agua. En algunos casos también es ventajoso agregar el formador de complejo en solución alcohólica; en este caso se
10 debiera lavar convenientemente también con solución alcohólica-acuosa o con alcohol. El pigmento así obtenido se hace reaccionar entonces en suspensión acuosa con una amina diazotada. La reacción se realiza normalmente a temperatura ambiente y en un medio aproximadamente neutro. En principio se pueden
15 aplicar los procedimientos standard usuales para reacciones de copulación para la obtención de colorantes azóicos.

En principio se pueden emplear todas las aminas adecuadas para la formación de colorantes azóicos. Tienen preferencia las aminas aromáticas primarias, especialmente aquellas que contienen adicionalmente grupos sulfona y/o ácido
20 carboxílico. Del número inapreciablemente grande de estos compuestos sean mencionados aquí, como ejemplo, sólo:

- Anilina
- Naftilamina
- 25 ácido 2-aminobenzóico
- ácido sulfanílico
- ácido 4-aminonaftalinsulfónico (1)
- ácido 4-amino-2-hidroxi-benzóico
- ácido 4-amino-5-hidroxi-naftalindisulfónico-(2,7)
- 30 ácido 4-amino-3-hidroxi-naftalinsulfónico-(1)



ácido 6-amino-5-hidroxi-naftalinsulfónico-(1)
1-amino-4-hidroxiantraquinona.

5 Las partículas de pigmento teñidas se separan en todos los casos de la suspensión, se lavan varias veces con agua, en caso dado también con alcohol, y después se secan, convenientemente a temperaturas de unos 120° C a presión normal o a temperaturas correspondientemente más bajas al emplear presión más reducida.

10 Al teñir los pigmentos que contiene la capa de base de hidróxido de aluminio con el colorante seleccionado que da excluida una aglomeración, ya que ya no se presenta ninguna precipitación que pudiera producir una aglutinación de las partículas de pigmento. El procedimiento de la presente invención conduce, por lo tanto, en todos los casos a pigmentos de
15 intenso color y de buen brillo. El nuevo procedimiento es, por lo tanto, también muy superior a los métodos conocidos. Justamente los pigmentos recubiertos de óxidos de metal a base de escamas de mica tienden muy frecuentemente a aglomerar, especialmente cuando se precipitan en su presencia colorantes orgánicos. De esta manera retroceden mucho el brillo y la intensidad de color. Las partículas aglomeradas se recubren aquí con el colorante y, por lo tanto, se aglutinan. Ya no es posible una ulterior separación. El teñido de tales pigmentos según los procedimientos conocidos es, por lo tanto, sólo muy
20 limitadamente posible.

25 Todos los pigmentos se pueden emplear como los hasta ahora conocidos, esto es, como aditivos a materiales sintéticos, colorantes o lacas, pero de ventaja es especialmente un empleo en la cosmética. Aquí se agregan los nuevos pigmentos de brillo nacarado, por regla general en cantidades entre
30



0,1 y 80 % en peso. Formas de preparación son, por ejemplo, polvos, cremas y lápices grasos, por ejemplo, lápices para sombrear párpados (contenido en pigmento aproximadamente un 5 a 15 %), polvos compactos para sombras de párpados (contenido en pigmentos aproximadamente un 20 a 70 %), preparados líquidos para sombras de párpados y rayas de párpados (contenido en pigmento aproximadamente un 7 a 15 %), lápices labiales (contenido en pigmento aproximadamente un 10 a 20 %), crema de brillo labial para aplicación a pincel (contenido en pigmento aproximadamente un 10 a 15 %), maquillaje en forma de lápiz (contenido en pigmento aproximadamente un 15 a 25 %), polvos compactos de maquillaje (contenido en pigmentos aproximadamente un 10 a 50 %), emulsiones de maquillaje (contenido en pigmentos aproximadamente un 5 a 10 %), gel graso de maquillaje (contenido en pigmento aproximadamente un 1 a 5 %), emulsiones protectoras contra la luz y emulsiones de bronceado (contenido en pigmento aproximadamente un 5 a 10 %), concentrados para baños de espuma con brillo de color (contenido en pigmentos aproximadamente 0,1 a 2 %), lociones para el cuidado de la piel (contenido en pigmentos aproximadamente 0,1 a 2 %).

La ventaja de los pigmentos de la presente invención en la aplicación en la cosmética consiste en que se produce un brillo de color excelente, tal y como se desea para muchos cosméticos decorativos. Además, los pigmentos de la presente invención se caracterizan por su simple aplicación como "Masterbatch" ya que aquí quedan reunidas en una sustancia los componentes de colorante y de brillo que en otro caso exigirían el empleo por separado de pigmentos de color y de brillo.



Ejemplo 1

5 a) 6 kg de un pigmento de escamas de mica con brillo de plata
(tamaño de plaquita entre 10 y 50 μ , contenido en TiO_2 28 %, contenido en mica 72 %), se suspenden en 200 l de agua total-
mente desalada y bajo agitación se calienta a 75°C. Mediante
10 adición de lejía sódica se ajusta un pH de 8. Se vierte lenta-
mente una solución de 850 g de $AlCl_3 \cdot 6 H_2O$ en 35 l de agua
(velocidad de flujo unos 35 l/h). Simultáneamente se dosifica
una lejía sódica al 7,5 % de manera que el pH de 8 se mantenga
constante durante todo el período de reacción.

A continuación se agita aún durante una hora. Después se separa el pigmento por filtración y se lava con agua totalmente desalada y se seca a 120°C. Contenido en Al_2O_3 : 2,9 % en peso.

15 b) 5 kg del producto obtenido según a) se suspenden en 100 l de una solución tamponada con acetato amónico-ácido acético a un pH de 5. La suspensión se calienta bajo agitación a unos 90°C y a continuación se mezcla con una solución de 100 g de ácido 1-(2-sulfo-4-metil-fenilazo)-2-hidroxi-naftalin-3-carboxílico (C-Rot 12) en 100 l de agua totalmente desalada.
20 Después de unos 30 minutos se separa el producto por filtración y para retirar el colorante en exceso se lava con agua y acetona. El secado se efectúa a 110°C. El pigmento está
25 igualmente recubierto de la laca de colorante de Al y muestra con un brillo nacarado rosa un color de polvo fuertemente rojo.

Ejemplo 2

a) 60 g de un pigmento de escamas de mica con un color de interferencia azul (tamaño de plaquitas entre 10 y 50 μ , conte-



nido en TiO_2 50 %, contenido en mica 50 %) se suspenden en 2 l de agua totalmente desalada y bajo agitación se calienta a $75^\circ C$. Mediante adición de HCl se ajusta un pH de 5. Después se vierten 350 cc de una solución que contiene 50 g de
5 $KAl(SO_4)_2 \cdot 12 H_2O$ por l de agua totalmente desalada, a una velocidad de 350 cc/h. Mediante dosificación simultánea de NH_4 OH al 2,5 % se mantiene constante el pH de 5. Se sigue agitando aún durante una hora, el pigmento se separa por filtración, se lava con agua hasta estar libre de sal y se seca a $120^\circ C$.
10 Posee una capa firmemente adherida de hidratos de óxido de aluminio. Contenido en Al_2O_3 : 3,1 % en peso.

b) 5 g del preparado obtenido según a) se suspenden en 100 cc de solución tamponada con acetato (pH 4,5). La suspensión se calienta bajo agitación a unos $90^\circ C$. Después se agrega una
15 solución de 100 mg de ácido 2-(4'-(4"-sulfo-1"-fenilazo)-7'-sulfo-1'-naftilazo)-1-hidroxi-7-aminonaftalin-3,6-disulfónico (C-Schwarz 7) en 100 cc de agua totalmente desalada. Después de unos 30 minutos se separa el producto por filtración, se libera con agua y acetona del colorante en exceso y se seca a
20 $120^\circ C$.

El pigmento recubierto con la laca de color así obtenida muestra con un color del polvo azul intenso un color de interferencia azul luminoso que en su intensidad de color supera ampliamente el pigmento de partida.

25 Ejemplo 3

60 g de un pigmento de escamas de mica recubiertas de dióxido de titanio con color de interferencia azul-rojo (tamaño de plaquitas entre 10 y 50μ , contenido en TiO_2 47 %, contenido en mica 53 %) se suspenden en 2 l de agua totalmente
30 desalada y según el ejemplo 1a) se recubren de hidróxido



de aluminio.

5 g del polvo secado se suspenden en 100 cc de agua y bajo agitación se calienta a unos 90°C. Después se agrega una solución de 50 mg de 4'-(N-etil-N-m-sulfobencil)-amino-4''-(N-dimetil)-amino-N-etil-N-m-sulfobencil-fuchsonimonium (C-ext-Violett 15) en 100 cc de agua. Después de unos 30 minutos se separa el pigmento coloreado por filtración y con agua y acetona se libera del colorante en exceso. Este presenta por el recubrimiento de laca coloreada con un color del polvo violeta fuerte un brillo violeta rojizo.

Ejemplo 4

60 g de un pigmento de escamas de mica recubierto de dióxido de titanio con color de interferencia amarillo (tamaño de plaquitas entre 10 y 50 μ , contenido en TiO_2 42 %, contenido en mica 58 %) se suspenden en 2 l de agua y conforme al ejemplo 1a) se recubren de hidróxido de aluminio. 10 g de este pigmento se suspenden en 100 cc de solución tamponada con acetato del pH 4,5. A esta suspensión se agrega una solución de 0,01 moles de la sal sódica del ácido 2,6-dihidroxibenzóico en poca agua. La mezcla se calienta durante 10 minutos a unos 90°C. A continuación se filtra el pigmento así tratado previamente y se lava varias veces con agua. El producto que posee una capa de quelato de aluminio de firme adhesión se seca a 110°C.

El pigmento así tratado previamente se suspende de nuevo en solución tamponada con acetato de un pH de 4,5 y a temperatura ambiente se mezcla con una solución acuosa de 0,01 moles de ácido sulfanílico diazotado. Se inicia rápidamente la formación del colorante azóico y suministra un pigmento teñido intensamente amarillo que presenta un vivo brillo



de oro.

Ejemplo 5

5 10 g del pigmento de escamas de mica recubiertas de hidróxido de aluminio según el ejemplo la) con color de inter-
ferencia amarillo se suspenden en 100 cc de solución tampona-
da con acetato con un pH de 4. A esta suspensión se agrega
una solución de 0,005 moles de la sal sódica del ácido 2,4-di-
hidroxibenzóico en poca agua. La mezcla se calienta durante
20 minutos a unos 85°C. Se separa por filtración y el produc-
to se lava a fondo con agua. El pigmento se puede secar a
110°C.

15 5 g del producto así obtenido se suspenden de nuevo
en solución tamponada con acetato del pH 5 y se mezcla con
10 cc (0,005 moles) de una solución acuosa de ácido 2-amino-
benzóico diazotado. La formación del colorante azóico que se
inicia inmediatamente suministra un pigmento teñido de naran-
ja de brillo nacarado oro rojizo.

Ejemplo 6

20 10 g del pigmento de escamas de mica de TiO₂ recu-
bierto de hidróxido de aluminio según el ejemplo la) con co-
lor de interferencia rojo se suspenden en 100 cc de agua.
A esta suspensión se agrega bajo agitación una solución de
0,001 moles de 8-hidroxiquinolina en 15 cc de alcohol. La sus-
pensión se ajusta a un pH de 5. La mezcla de reacción se cu-
25 lienta a temperatura de ebullición y se mantiene durante unos
10 minutos a esta temperatura. A continuación se separa por
filtración y el producto se lava varias veces con agua y al-
cohol. A continuación se seca a 110°C.

5 g del producto así obtenido se suspenden de nuevo



5 en 50 cc de solución tamponada con acetato con un pH de 4,6 y a temperatura ambiente se mezcla con una solución acuosa de 0,15 g de anilina diazotada. El colorante que se forma se adhiere firmemente sobre las partículas de pigmento y suministra un pigmento teñido de amarillo claro con color de interferencia amarillo rojizo.

Ejemplo 7

10 Análogo al ejemplo 1a) se recubren una serie de pigmentos de mica-dióxido de titanio con distintos colores de interferencia con hidróxido de aluminio. Cada vez 5 g de los productos así obtenidos se suspenden en 100 cc de agua tamponada con acetato (pH 4,7) y análogo al ejemplo 1b) se mezcla con una solución de 100 mg de uno de los colorantes mencionados a continuación en 100 cc de agua totalmente desalada a temperatura de ebullición. Los pigmentos recubiertos de 15 esta manera con colorante se elaboran en la forma usual. La tabla I da un resumen sobre los pigmentos de brillo nacarado obtenidos y su color de polvo.

Tabla I

Color de interferencia del pigmento de nácar antes del recubrimiento con colorante	platoso	amarillo	rojo	violeta	azul	verde
Colorante a emplear para el recubrimiento						
Ácido 1-(2-sulfo-4-metil-1-fenilazo)-2-naftol-3-carboxílico (C-Rot 12)	rosa	rosa-naranja	rosa cuproso	rojo violeta claro	rojo-violeta	rojo-claro
2,4,5,7-tetrayodofluoresceína (C-Rot 38)	rosa azulado	rosa azulado	rosa tirando a azul	rosa azulado	violeta rosa fuerte	rosa azulado
Ácido 1-(4-sulfo-1-naftilazo)-3-naftol-3,6-disulfónico (C-Rot 46)	rosa tenue	rosa-lila claro	rosa-lila	rosa-lila	lila tenue	lila tenue
1-(2-sulfoácido-4-cloro-5-carboxil-1-fenilazo)-2-hidroxinaftalina (C-Rot 8)	color carne claro	rosa color crema	amarillo-rosa	color flor de malocotón	rojo ladrillo tirando a azul	color carne fuerte
Ácido 2-(4-sulfo-1-naftilazo)-1-naftol-4-sulfónico (C-Rot 54)	rosa claro	rosa-lila claro	rojo claro-cobrizo	rojo-lila pálido	rojo claro azulado	rosa pálido



Tabla I

<p>Color de interferencia del pigmento de nácar antes del recubrimiento con colorante</p> <p>Colorante a emplear para el recubrimiento</p>	<p>platoso</p>	<p>amarillo</p>	<p>rojo</p>	
<p>ácido 1-(2-sulfo-4-metil-1-fenilazo)-2-naftol-3-carboxílico (C-Rot 12)</p>	<p>rosa</p>	<p>rosa-naranja</p>	<p>rosa cuproso</p>	<p>rojo claro</p>
<p>2,4,5,7-tetrayodofluoresceína (C-Rot 38)</p>	<p>rosa azulado</p>	<p>rosa azulado</p>	<p>rosa tirando a azul</p>	<p>rosa a</p>
<p>ácido 1-(4-sulfo-1-naftilazo)-2-naftol-3,6-disulfónico (C-Rot 46)</p>	<p>rosa tenue</p>	<p>rosa-lila claro</p>	<p>rosa-lila</p>	<p>rosa-l</p>
<p>1-(2-sulfoácido-4-cloro-5-carboxil-1-fenilazo)-2-hidroxinaftalina (C-Rot 8)</p>	<p>color carne claro</p>	<p>rosa color crema</p>	<p>amarillo-rosa</p>	<p>color meloco</p>
<p>ácido 2-(4-sulfo-1-naftilazo)-1-naftol-4-sulfoico (C-Rot 54)</p>	<p>rosa claro</p>	<p>rosa-lila claro</p>	<p>rojo claro-cobre</p>	<p>rosa-lido</p>

	violeta	azul	verde
rojo	rojo violeta claro	rojo-violeta	rojo-claro
rojo a azul	rosa azulado	violeta rosa fuerte	rosa azulado
	rosa-lila	lila tenue	lila tenue
rosa	color flor de melocotón	rojo ladrillo tirando a azul	color carne fuerte
rojo-cobre	rosa-lila pálido	rojo claro azulado	rosa pálido





ácido 1-(2-sulfo-4-metil-5-cloro-1-fenilazo)-2-hidroxinaftalín-3-carboxílico (C-Rot 13)	rojo claro	rojo claro	rojo claro tirando a violeta	violeta-rojo fuerte	rojo claro-rosa
ácido quinoftalín-disulfónico (C-Gelb 11)	amarillo claro	amarillo claro rojizo	amarillo-rojo	amarillo fuerte	amarillo fuerte
diál-di-sulfobencil-di-4-amino-2-cloro-di-2-metil-fuchsonimonium (C-Grün 3)	verde pálido	verde-amarillo pálido	verde claro	verde-azul	verde
1,4-di-(4'-metil-2'-sulfonilamino)-antraqúinona (C-Grün 11)	verde-azul	verde-azul oscuro	verde gris	verde-azul tirando a violeta	verde
clorofila (C-Grün 8)	verde-azul	verde azul oscuro	verde gris	verde azul fuerte	verde-azul
ácido indigo-disulfónico (C-Blau 19)	azul claro	azul claro tirando a rojo	azul claro tirando a violeta	azul claro tirando a violeta	verde claro
4'-(N-etil-N-m-sulfobencil)-amino-4''-(N-dimetil)-amino-N-etil-N-m-sulfobencilfuchsonimonium (C-Violet 10)	azul-lila	azul violeta	azul violeta fuerte	azul oscuro tirando a violeta	azul oscuro
ácido 4'-(4''-sulfo-1''-fenilazo)-7'-sulfo-1''-naftilazo)-1-hidroxi-8-acetilamino-naftalín-3,5-disulfónico (C-Schwarz 6)	gris paloma azulado	gris-violeta transluciendo oro	violeta	azul-lila	azul-verde
ácido 2-(4'-(4''-sulfo-1''-fenilazo)-7'-sulfo-1''-naftilazo)-1-hidroxi-7-amino-naftalín-3,6-disulfónico (C-Schwarz 7)	gris	gris-amarillo	violeta-gris	azul oscuro	verde gris

ácido 1-(2-sulfo-4-metil-5-cloro-1-fenilazo)-3-hidroxinaftalin-3-carboxílico (C-Rot 13)	rojo claro	rojo claro	rojo claro	rojo claro
ácido quinoftalin-disulfoico (C-Gelb 11)	amarillo claro	amarillo claro	amarillo claro rojizo	amarillo claro rojizo
di- <u>etil</u> -di-sulfobencil-di-4-amino-2-cloro-di-2-metil-fuchsonimonium (C-Grün-3)	verde pálido	verde-amarillo pálido	verde amarillo pálido	verde amarillo pálido
1,4-di-(4'-metil-2'-sulfofenilamino)-antraquinona (C-Grün 11)	verde-azul	verde-azul oscuro	verde-azul oscuro	verde-azul oscuro
clorofila (C-Grün 8)	verde-azul	verde-azul	verde azul oscuro	verde azul oscuro
ácido indigo-disulfoico (C-Blau 19)	azul claro	azul claro <u>ti</u> rando a verde	azul claro <u>ti</u> rando a rojo	azul claro <u>ti</u> rando a rojo
4'-(N- <u>etil</u> -N-m-sulfobencil)-amino-4''-(N-dimetil)-amino-N- <u>etil</u> -N-m-sulfobencilfuchsonimonium (C-Violett 10)	azul-lila	azul claro <u>ti</u> rando a <u>viole</u> ta	azul-violeta	azul-violeta
ácido 4'-(4''-sulfo-1''-fenilazo)-7'-sulfo-1'-naftilazo)-1-hidroxi-8-acetilamino-naftalin-3,5-disulfoico (C-Schwarz 6)	gris paloma azulado	gris-violeta transluciendo oro	violeta	violeta
ácido 2-(4'-(4''-sulfo-1''-fenilazo)-7'-sulfo-1'-naftilazo)-1-hidroxi-7-amino-naftalin-3,6-disulfoico (C-Schwarz 7)	gris	gris-amarillo	gris rojizo	gris rojizo

la-
illo
os-
ti-
o
a

rojo claro ti-
rando a viole-
ta

amarillo-rojo

verde claro

verde gris

verde gris

azul claro ti-
rando a viole-
ta

azul violeta
fuerte

violeta

violeta-gris

violeta-rojo
fuerte

amarillo fuer-
te

verde-azul

verde-azul ti-
rando a viole-
ta

verde azul
fuerte

azul claro ti-
rando a viole-
ta

azul oscuro ti-
rando a viole-
ta

azul-lila

azul oscuro

rojo claro-
rosa

amarillo fuer-
te

verde

verde

verde-azul

verde claro

azul oscuro

azul-verde

verde gris





Ejemplo 8

5 Análogo al ejemplo 7 se recubren con colorante 2 pigmentos de brillo nacarado usual en el mercado que además de mica y TiO_2 contienen Fe_2O_3 y que muestran color de polvo oro fuerte. Ambos pigmentos muestran un color de interferencia amarillo fuerte.

10 El producto 1 se compone de escamas de mica recubiertas de TiO_2 con un contenido en mica de un 51,1 % y un contenido en TiO_2 de un 44,4 % que en su superficie están recubiertos con un 4,5 % de Fe_2O_3 .

El producto 2 se compone en un 56 % de escamas de mica que están recubiertas de una mezcla de un 42 % de TiO_2 y un 2 % de Fe_2O_3 .

15 Ambos pigmentos se recubren análogo al ejemplo 7 con hidróxido de aluminio y se tinen con distintos colorantes. La tabla II da un resumen sobre los pigmentos de brillo nacarado así obtenidos y su color de polvo.

Tabla II



<u>Colorante</u>	<u>Producto 1</u>	<u>Producto 2</u>
ácido 1-(2-sulfo-4-metil-1-fenilazo)-2-naftol-3-carboxílico (C-Rot 12)	naranja-oro intenso	oro-rojo tirando a rosa
2,4,5,7-tetrayodofluoresceína (C-Rot 38)	naranja oro oscuro	rosa-oro
ácido 1-(4-sulfo-1-naftilazo)-2-naftol-3,6-disulfoico (C-Rot 46)	ocre-oro	rosa-marrón
1-(2-sulfoácido-4-cloro-5-carboxil-1-fenilazo)-2-hidroxinaftalina (C-Rot 8)	ocre	marrón-oro
ácido 2-(4-sulfo-1-naftilazo)-1-naftol-4-sulfoico (C-Rot 54)	ocre-oro	rosa marronáceo
ácido 1-(2-sulfo-4-metil-5-cloro-1-fenilazo)-2-hidroxi-naftalin-3-carboxílico (C-Rot 13)	ocre-oro	rosa marronáceo
dietyl-di-sulfobencil-di-4-amino-2-cloro-di-2-metilfuchsonimónium (C-Grün 3)	oro verdoso	amarillo verdoso
1,4-di-(4'-metil-2'-sulfofenilamino)-antraquinona (C-Grün 11)	verde oliva	verde oliva
clorofila-complejo de cobre (C-Grün 8)	verde oliva	verde oliva
ácido indigo-disulfoico (C-Blau 19)	verde oliva	verde oliva claro
4'-(N-etil-N-m-sulfo-bencil)-amino-4''-(N-di-metil)-amino-N-etil-N-m-sulfobencil-fuchsonimónium (C-Violett 10)	violeta-negro intenso	violeta-negro
ácido (4'-(4''-sulfo-1''-fenilazo)-7'-sulfo-1'-naftilazo)-1-hidroxi-8-acetilamino-naftalin-3,5-disulfoico (C-Schwarz 6)	color bronce	violeta-gris transluciendo oro
ácido 2-(4'-(4''-sulfo-1''-fenilazo)-7'-sulfo-1'-naftilazo)-1-hidroxi-7-aminonaftalin-3,6-disulfoico (C-Schwarz 7)	color latón	amarillo
ácido quinoftalon-disulfonico (C-Gelb 11)	ocre	ocre claro



N O T A .- :

Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental; también se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Alemania, bajo el número P 24 29 762.9, de fecha de 21 de junio de 1.974, acogéndose 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 Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PIGMENTOS BRILLANTES CONTENIENDO COLORANTES; caracterizándose por lo siguiente:

1.-Procedimiento para la obtención de pigmentos de brillo conteniendo colorantes, a base de escamas de mica recubiertas de óxidos de metal, caracterizado porqué una suspensión acuosa de pigmentos de brillo recubiertos de una capa de hidróxido de aluminio y tamponadas a un pH de unos 3-10 se hace reaccionar a una temperatura de 30-100°C con una solución acuosa o alcohólica de un compuesto que contiene grupos hidroxilo y el pigmento de brillo, así formado, se hace reaccionar a unos 0-50°C en suspensión acuosa, que se tampona a un pH de 3-7, con la solución acuosa de una amina diazotada.

2.-Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se hace reaccionar con una solución acuosa de un colorante orgánico, conteniendo grupos hidroxilo, que con los iones de aluminio forma una sal o una sal compleja.

3.-Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se hace reaccionar con una solución de un for



mador de quelato que con los iones de aluminio forma un precipitado de difícil solubilidad y este precipitado se transforma por una reacción de copulación usual con una amina diazotada en una laca de color de aluminio.

5

4.-Procedimiento para la obtención de pigmentos brillantes conteniendo colorantes, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 31 hojas escritas a máquina por una sola cara.

20 JUN. 1975

Madrid

MERCK PATENT GESELLSCHAFT MIT
BESCHRÄNKTER HAFTUNG

J. GOMEZ ACEDO Y MOREY
En su calidad de L. García Fariñas