



PATENTE DE INVENCION

Ref: Le A 15 868-Sp.

Int. Cl. C07F, C09B

## Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para la formación de ftalocianina de cobre (CuPo).

=====

439175

*Solicitante:* BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.

=====

En la preparación, según distintos procedimientos de cocción y de disolventes, se obtiene la ftalocianina de cobre (CuPo) en la mayoría de los casos en forma impura e inservible como pigmento. Así, en el material crudo están contenidos los productos

5



secundarios que se han formado durante la síntesis, y la distribución de la granulometría de las partículas de pigmento no se encuentra en la zona favorable para lograr propiedades de pigmentación óptimas.

5            Para transformar el material crudo en una forma de pigmento adecuada era hasta ahora necesario tratar el producto en bruto primeramente con ácidos, en caso dado hervir adicionalmente con bases, para eliminar ampliamente las impurezas, y después transformar el tamaño y la forma de las partículas al margen favorable desde el punto de vista de las propiedades del pigmento.

10           Los métodos hasta ahora conocidos tenían, por lo tanto, la desventaja de exigir muchas operaciones individuales, resultando el procedimiento muy lento y costoso.

15           Así, por ejemplo, un método de obtención usual comprende las siguientes etapas de procedimiento:

1. Síntesis del CuPc en un disolvente orgánico indiferente.
2. Eliminación del disolvente.
3. Ebullición del producto en bruto con ácido mineral diluido.
- 20           do.
4. Secado.
5. Molturación.
6. Formación, por ejemplo, por molturación salina en el molino de bolas según la patente US 2 556 730.
- 25           7. Extracción por lavado de la sal, con agua o con ácido mineral diluido.
8. Secado.
9. Molturación.

30           Existía, por lo tanto, la necesidad hacia un procedimiento más sencillo para la obtención de CuPc en forma de



pigmento.

Si se intenta combinar la ebullición del pigmento en bruto y la extracción por lavado de la sal, después de la molturación salina, para ahorrarse las etapas de procedimiento 4, 5 y 7, molturando salinamente el producto de sintetización sin hervirlo y retirando las impurezas, entonces, con ácido diluido, se obtiene un pigmento de  $\beta$ -CuPc de débil color y mate, que no alcanza la calidad del producto que se ha obtenido sin omitir las etapas de procedimiento 4, 5 y 7.

Sorprendentemente se ha descubierto ahora que se obtiene un  $\beta$ -CuPc de excelente calidad como pigmento, ahorrándose simultáneamente etapas de procedimiento, si 1 parte en peso de material crudo, sin previa ebullición, se amasa directamente con 0,1 - 20 partes en peso, preferentemente 1 - 10 partes de una sal inorgánica u orgánica, soluble en agua o soluble en ácidos o bases acuosos, y 0,3 - 5 partes en peso, preferentemente 0,5 - 3 partes en peso, de un disolvente orgánico o inorgánico, o mezcla de disolventes, que no disuelven esencialmente ni el pigmento ni la sal y los productos de síntesis, la sal y el disolvente, se eliminan a continuación conjuntamente por ebullición. El procedimiento se ha acreditado especialmente en CuPc en bruto con un contenido máximo en CuPc de un 95 %, preferentemente de un 90 %.

Como procedimiento de síntesis para el CuPc se pueden emplear todos los procedimientos conocidos; en escala industrial entran fundamentalmente en consideración solo dos procedimientos que se diferencian por los productos de partida.

Uno de los procedimientos, conocido como "Procedimiento de ftalodinitrilo" consiste en hacer reaccionar dinitrilo



trilo de ácido ftálico con una sal de cobre a temperaturas hasta 250°C. Esta reacción es muy exotérmica, por lo que normalmente es necesario diluir la mezcla de reacción con diluyentes, ya que temperaturas demasiado altas conduce a un rendimiento claramente disminuido.

El otro procedimiento, conocido como "Procedimiento de úrea" consiste en hacer reaccionar anhídrido de ácido ftálico o determinados derivados del anhídrido del ácido ftálico, tal como ftalato diamónico, ftalimida y ftalamida, con úrea, una sal de cobre y un catalizador, por ejemplo, molibdato amónico, a temperaturas entre 170 y 250°C. Este procedimiento es de gran importancia industrial, pero presenta sin embargo algunas dificultades técnicas. Cuando se calientan conjuntamente anhídrido de ácido ftálico, úrea, una sal de cobre y el catalizador, funde la mezcla de reacción a 115 - 130°C y vuelve a solidificar o casi a solidificar a 170-180°C y a unos 200°C para algunas veces aún a través de una fase parcialmente líquida antes de formar definitivamente CuPc. Durante toda la duración de la reacción se liberan grandes cantidades de amoníaco. Una cantidad considerable de productos secundarios, tales como sales amónicas, se separan por sublimación. Debido a la liberación de los productos secundarios volátiles espuma la masa de reacción y el pigmento en bruto se obtiene en forma de una torta de reacción porosa que tiende a aglutinar, influenciando así desfavorablemente la transición térmica. Para facilitar la desgasificación y para evitar la sedimentación de distintos componentes de reacción, es naturalmente ventajoso efectuar la reacción bajo agitación. Esto encuentra sin embargo dificultades, ya que el producto de reacción se pega tenazmente contra las paredes del reci-



5 piente de reacción y en el agitador, ante todo en las superficies calentadas, siendo por lo tanto difícil lograr una mezcla homogénea. Además, la pegajosidad contra las paredes dificulta considerablemente el vaciado del recipiente de reacción.

10 Se intentan evitar estas dificultades diluyendo la mezcla de reacción con un disolvente inerte, por ejemplo, nitrobenceno o triclorobenceno. La eliminación del disolvente exige, sin embargo, unas operaciones consumidoras de tiempo y costosas, tales como filtración, destilación o similares. El mismo disolvente se ha, entonces, de volver a elaborar, con lo cual se encarece más aún el procedimiento.

15 Sin embargo también se conocen procedimientos libres de disolvente, que tienen preferencia como etapa previa al procedimiento de formación de la presente invención, pero que, sin embargo, ofrecen considerables desventajas. Así se pueden, por ejemplo, esparcir los componentes previamente mezclados en capas delgadas sobre chapas y calentar éstas durante algunas horas a la temperatura de reacción necesaria. El procedimiento exige muchos jornales y conduce a unos rendimientos insatisfactorios y, por esta razón, a pesar de las desventajas arriba mencionadas, se sustituye por el procedimiento de disolvente.

20 Otro procedimiento se describe en la patente US 2 964 532 y consiste en pasar una mezcla de anhídrido de ácido ftálico, úrea y un metal o sal metálica en una capa delgada de 1/4 a 1/2 pulgada entre la superficie interna de un cilindro y de un rotor helicoidal dentro de este cilindro a temperaturas entre 200 y 250°C. Este procedimiento tiene, debido a la limitación del espesor de capa a 0,25 a 0,5 pulgadas,

30



que es preciso para garantizar una transición térmica suficiente, la desventaja de un rendimiento por volumen-tiempo muy desfavorable, ya que el volumen aprovechado asciende solo a un 2,5 hasta 7 % del volumen total del aparato, si se presupone un volumen útil de 200 litros.

Este volumen sería necesario para una producción en escala industrial de 2000 toneladas anuales de CuPc. Como se desprende del dibujo de la patente US 2 964 532, este volumen solo se podría alcanzar si el árbol helicoidal tuviese una longitud de 10 m y un diámetro de 1 m, lo que ofrecería muchas dificultades en la fabricación y alojamiento del árbol, debido a los límites de tolerancia exigidos de 1/16 de pulgada. Los elevados costes del aparato que esto implicaría hacen que el procedimiento sea antieconómico para la producción industrial.

Otro procedimiento se describe en la patente US 3 188 318 en el que anhídrido de ácido ftálico, úrea,  $\text{Cu}_2\text{Cl}_2$  y molibdato amónico se dosifican en un tambor giratorio, calentado, en el que se encuentra una cantidad suficiente, como mínimo, sin embargo, el rendimiento de dos horas, de producto de reacción de ftalocianina de cobre ya terminada de reaccionar, para evitar así las aglutinaciones. Debido al largo tiempo de residencia y la necesaria carga parcial de aproximadamente un 25 %, se precisan, también en este procedimiento unos tambores muy grandes si se quiere producir CuPc en escala industrial. Si, por ejemplo, según las indicaciones del ejemplo 1 de la patente citada se quisiera alcanzar una producción actual de 2.000 toneladas de CuPc se necesitaría un tambor de como mínimo  $30 \text{ m}^3$  de capacidad, llenado con unas 10 toneladas de producto de reacción, que se habría de mover a



11 revoluciones por minuto. Aquí resultaría muy difícil una conducción homogénea de la temperatura, ya que el aparato solo se puede calentar desde el exterior y el producto de reacción pulverulento es mal conductor de calor. Además, a esta escala, no se pueden evitar ya las aglutinaciones debido al elevado peso propio de la masa de reacción, lo que empeora la transición de calor, reduce la conversión y el rendimiento. Si bien el procedimiento es adecuado para pequeñas unidades de producción, no se puede realizar en escala industrial.

En la patente US 3 280 142 se reivindica un procedimiento en el que el procedimiento de úrea se realiza en un molino rotativo, por ejemplo, en un molino de bolas o de clavijas. Este procedimiento discontinuo tiene la desventaja de que, debido al necesario enfriamiento de la masa de reacción, antes de vaciar el aparato se precisa de un tiempo de ciclo de 90 a 180 minutos, a pesar de que el tiempo de reacción solo asciende entre 5 y 45 minutos. Por esta razón y por el vaciado, costoso en jornales, se influencia desfavorablemente la economía del procedimiento.

Otro objeto de la invención es, por lo tanto, un nuevo procedimiento especialmente económico para la obtención de CuPc según el procedimiento de úrea que elimina los inconvenientes de los procedimientos hasta ahora conocidos. Este procedimiento es al mismo tiempo una etapa previa especialmente preferente para el procedimiento de formación de la presente invención.

El procedimiento se caracteriza porque anhídrido de ácido ftálico, en caso dado sustituido, o productos de reacción de anhídrido de ácido ftálico con amoníaco, o sus produ



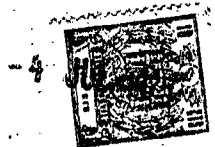
tos de deshidratación, se hacen reaccionar a temperaturas entre 150 y 300°C con úrea, una sal de cobre y un catalizador de los cuales una serie de ellos se mencionan en F.H. Moser y A.L. Thomas Phtalocyanine Compounds, Reinhold Publishing Corp. (1963) pág. 151, preferentemente molibdato amónico y MoO<sub>3</sub>, en un reactor, con tiempos de residencia entre 5 minutos y 5 horas, que presenta las siguientes características:

- a) autolimpieza de como mínimo un 75 % de las superficies calentadas.
- b) un volumen útil de como mínimo un 40 % del volumen total del reactor, con un volumen útil de como mínimo 10 litros.
- c) la posibilidad de calentamiento dentro del reactor con una superficie de calentamiento de como mínimo un 34 % de la superficie interior de la carcasa calentable.

Bajo autolimpieza se entiende la limitación, implicada por razones del aparato, a un espesor de como máximo 2 cm, preferentemente 1 cm, o un rascado forzoso de las aglutinaciones contra las superficies calentadas a un espesor de capa de como máximo 2 cm, preferentemente como máximo 1 cm.

La condición de la autolimpieza, según la presente invención, de como mínimo un 75 % de las superficies calentadas se puede cumplir de distintas formas, por ejemplo, mediante un árbol que gira al mismo tiempo que oscila, autolimpiándose el árbol en barras amasadoras de forma geométrica adecuada fijadas en el interior de la carcasa o también por una máquina de doble tornillo sin-fin de las más distintas formas de ejecución.

Una forma de ejecución especialmente preferente de un reactor de estos contiene dos o más agitadores solapados, de trabajo paralelo, en una carcasa correspondientemente for-



5

mada, poseyendo el árbol principal elementos en forma de discos, radialmente dispuestos, que en la periferia están unidos por barras amasadoras y el árbol limpiador, de diámetro más pequeño, que muestra bastidores montados, encajan con estos marcos entre los elementos en forma de disco del árbol principal y limpia en forma continua sus superficies, y donde la carcasa del árbol limpiador se limpie por los bastidores. Ambos árboles pueden ser calentados.

10

Un aparato adecuado para la realización por cargas del procedimiento se muestra esquemáticamente en la figura 1.

15

En la carcasa 1 cilíndrica gira el árbol principal 2 con elementos 3, en forma de discos, radialmente montados, y que en la periferia están unidos por barras 4 amasadoras. En la carcasa 5 cilíndrica gira el árbol limpiador 6, que está dotado de paletas 7 y rascadores 8.

20

Una forma de ejecución especialmente preferente del procedimiento de la presente invención consiste en el empleo de reactores de trabajo continuo. Esto se logra, por ejemplo, en el aparato antes descrito, produciendo, por colocación inclinada de las barras amasadoras y del bastidor, una fuerza axial similar a un tornillo, que transporta el producto a través de la máquina. De esta manera se puede aprovechar totalmente la ventaja del tiempo de reacción breve, ya que el producto de reacción, sin necesidad de enfriarlo, se puede extraer en forma continua o semicontinua.

25

Un aparato adecuado para la realización continua del procedimiento se muestra esquemáticamente en la figura 2.

30

El árbol principal 2, que está dotado de elementos 3 en forma de disco y de barras amasadoras 4, gira en la carcasa 1. El árbol limpiador 6 está provisto de bastidores 7.



y gira en la carcasa 5.

Un aparato especialmente adecuado es el reactor AP de la firma H. List (Pratteln, Suiza) con el que también se realizaron los ensayos descritos en los ejemplos. Los reactores pueden ser de acero, pero también estar fabricados de otros materiales, por ejemplo, de "hastelloy", titanio o acero esmaltado.

Derivados de ácido ftálico adecuados son, por ejemplo, el anhídrido de ácido ftálico, ftalato diamónico, ftalimida, diamida de ácido ftálico, aminominoisocindolenina, 1-amino-3-oxo-isocindolenina y los correspondientes derivados de ácido ftálico sustituidos por halógeno, tal como cloro y bromo, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-alquilo, tal como metilo y etilo, fenilo, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-alcoxi, tal como metoxi y alooxi y sulfato.

Tienen preferencia el anhídrido del ácido ftálico y las mezclas de anhídrido de ácido ftálico y ácido 4-cloro-ftálico.

Sales de cobre adecuadas son, por ejemplo, sulfato de cobre, cloruro de cobre y carbonato de cobre básico.

Se da preferencia al carbonato de cobre básico.

Como catalizadores entran en consideración los mencionados por F.H. Moser y A.L. Thomas, Phtalocyanine Compounds, Reinhold Publishing Corp. (1963) pág. 151, de los cuales se da preferencia al molibdato amónico y trióxido de molibdeno.

Los componentes derivados de ácido ftálico, úrea y sal de cobre se emplean convenientemente en proporciones molares de 4 : (6-30) : (0,8-2), preferentemente 4 : (10-20) : (0,9-1,2).

La cantidad del catalizador asciende de 0,01 a 1 % en peso, referido a la cantidad del derivado de ácido ftálico,



preferentemente entre 0,1 y 0,6 % en peso.

El amasamiento salino, según la presente invención, se puede realizar tanto en forma discontinua como continua.

5 Un procedimiento de amasamiento salino especialmente preferente se caracteriza porque una mezcla de materia cruda, de una sal y de un disolvente, se somete en un aparato amasador de trabajo continuo, con posibilidades especialmente separadas para la alimentación de líquido, a una caída de cizallamiento de 300 a 20.000  $\text{seg}^{-1}$ , preferentemente 500 -5.000  
10  $\text{sg}^{-1}$  durante un período de 10 segundos hasta 15 minutos, a temperaturas entre 100 y 300°C, dimensionándose la cantidad de disolvente de manera que la recepción de energía del amasamiento ascienda entre 0,4 y 20 kWh/kg de pigmento procesado.

15 Para el procedimiento de amasamiento salino preferente son adecuados los tornillos sin-fin amasadores de dos y de cuatro árboles, así como los tornillos sin-fin amasadores de un solo árbol, que presentan barras amasadoras, de forma geométrica adecuada, montadas en la carcasa y que adicionalmente al movimiento de rotación también puede realizar movimientos oscilantes.

20 Como ejemplo sea mencionado el tornillo sin-fin amasador ZSK de la firma Werner y Pfleiderer.

25 El procedimiento de amasamiento salino continuo, especialmente preferente, tiene en comparación con el procedimiento de amasamiento salino conocido (patente US 2 982 666 y publicación alemana DOS 1 919 496), donde, sin embargo, siempre se han de emplear aquellos pigmentos de CuPc en bruto que ya han sido hervidos con ácido, secados y molturados, la  
30 ventaja de que con tiempos de residencia más cortos suminis-



5 tran pigmentos, con forma cristalina unitaria, en un espectro de granulometría más estrecho. Estas propiedades ventajosas se aprecian especialmente en la fluidez, dispersabilidad, intensidad de color, solidez a la luz y a los agentes atmosféricos.

Las temperaturas, en como mínimo una parte de las zonas de amasamiento, se encuentran entre 120 y 350°C, preferentemente entre 160 y 280°C.

10 Como disolventes son adecuados aquellos cuyo punto de ebullición se encuentra por encima de 140°C y que son líquidos bajo las condiciones de amasamiento. Son especialmente adecuados aquellos que se disuelven ligeramente en agua o en ácidos o bases acuosos diluidos, tales como alcoholes alifáticos polivalentes, por ejemplo, etilenglicol, propilenglicol ó glicerina, etanolaminas, fenoles, anilinas, polietilenglicoles, propilenglicoles, monoésteres y monoésteres de polietilenglicoles y polipropilenglicoles, polietilenaminas; polietileniminas N-alquiladas y N-hidroalquiladas, anilinas N-mono- y N-disustituídas, entrando en consideración como sus-  
15 tituyentes grupos de alquilo, hidroalquilo, alcoalquilo, polialcoalquilo, alquileminoalquilo y polialquileminoalquilo, cuyas partes polialcoxi y polialquilemina se derivan de óxido etilénico, óxido propilénico, etilenimina o propilenimina. Además, son de mencionar los aceites de silicona, amidas y ésteres de ácido fosfórico y fusiones salinas y mezclas salinas, por ejemplo, cloruro de aluminio, cloruro de zinc.  
20

25 Como sales inorgánicas u orgánicas adecuadas entran en consideración, por ejemplo, cloruro sódico, cloruro potásico, sulfato sódico, cloruro de zinc, cloruro de aluminio, sulfato de aluminio, carbonato de calcio, acetato sódico, tar-  
30



trato de potasio-sodio, acetato de calcio o citrato sódico.

Disolventes especialmente adecuados son los alcoholes polivalentes y sus éteres parciales.

Ejemplo 1

5                   104 kg de anhídrido ftálico, 168 kg de úrea, 20,1  
kg de Cu-carbonato básico con un 54-56 % de Cu y 0,8 kg de  
molibdato amónico se introducen en un reactor AP-Conti de  
10                   125 l de capacidad de la Fa. List. Pratteln/Suiza en el trans  
curso de 1 hora. El árbol principal se gira a una velocidad  
de 100 r.p.m. y la temperatura del aceite calefactor se ajusta  
de manera que la masa de reacción, en el tercer tercio del  
reactor, alcance una temperatura de 225°C. El material crudo,  
asi obtenido, tiene un contenido en CuPc de un 75 % aproxima-  
damente.

15                   90 g de este material crudo, 270 g de NaCl y 60 cc  
de anilina se amasan en una amasadora de cuatro árboles de  
250 cc de capacidad a 120 - 135°C durante una hora, se enfría  
y se hierve dos veces durante 2 horas con 2,5 litros de ácido  
clorhídrico al 5 %, se lava con agua caliente hasta estar li-  
20                   bre de ácido y se seca a 80°C.

El pigmento asi obtenido, que se presenta totalmen-  
te en la modificación  $\beta$  muestra, después la incorporación en  
un aglutinante de offset en un aparato de fricción de plati-  
llo o en un aglutinante de offset de tolueno, una alta inten-  
sidad de color y brillo.

Ejemplo 2

Un tornillo amasador del tipo ZSK-530 de la Fa. Wer-  
ner y Pfleiderer, Stuttgart dotado de un grupo amasador como  
indicado en la figura 3, se alimenta con 10,2 kg/h de un pig-  
30                   mento en bruto de CuPc, que se obtuvo como indicado en el



ejemplo 1, y 41 kg/h de sal de piedra. A través de la tobera de alimentación 1 se dosifican unos 5,9 kg/h, a través de la tobera 2 0,935 kg/h y a través de la tobera 3 1,25 kg/h de dietilenglicol. El número de revoluciones del tornillo se ajusta a 295 r.p.m. y la cantidad de dietilenglicol mayor se reajusta de manera que la recepción de potencia del tornillo amasador sea de 28 kW. El aparato se enfría en toda su longitud con agua caliente de 85°C con un caudal de flujo de unos 1.000 litros/hora. La masa amasada saliente tiene una temperatura de unos 160°C.

10

100 g de la masa saliente se hierven dos veces, cada una con 2,5 kg de ácido clorhídrico al 5 %, durante 2 horas, se separa por succión en caliente, la torta de prensado se lava con agua hasta estar libre de ácido y se seca a 80°C.

15

El pigmento de CuPc de la modificación  $\beta$  así obtenido muestra en los aglutinantes de offset y offset de tolueno una alta intensidad de color y brillo simultáneamente con buena fluidez y dispersabilidad.

### Ejemplo 3

20

71 kg de anhídrido ftálico, 116 kg de urea, 18,3 kg de CuCl<sub>2</sub> (anhidro) y 0,35 kg de MoO<sub>3</sub> se dosifican en un reactor AP-Conti de 125 l de capacidad de la firma List, Pratteln Suiza en el transcurso de una hora. El árbol principal se gira a 10 r.p.m. y la temperatura del aceite de calefacción se ajusta de manera que la mezcla de reacción en el tercer tercio del reactor alcance una temperatura de 240°C. La mezcla de reacción se hierve, dos veces, con 10 veces su cantidad de ácido clorhídrico al 5 %, se filtra en caliente, se lava con agua caliente hasta estar libre de ácido y se seca a 100°C. La cantidad del CuPc en bruto hervido, así obte-

25

30



nido, corresponde a un rendimiento del 80 % de la teoría, referido al anhídrido de ácido ftálico. El CuPe en bruto, así obtenido se ha de someter aún a una formación primaria según los procedimientos conocidos, tal y como se ha descrito suficientemente en la literatura de patentes, tal como por ejemplo a una molturación salina, molturación perlada con disolvente o amasamiento salino para transformarle en la  $\beta$ -modificación azul tirando a verde de la forma de pigmento, o también a un amasamiento a una pasta con ácido sulfúrico para transformarle en la modificación  $\alpha$  azul tirando a rojo.

Si se emplea el procedimiento de formación de la presente invención se puede suprimir la doble ebullición con ácido clorhídrico.

#### Ejemplo 4.

En un reactor AP-Conti de 125 litros de capacidad, de acero inoxidable, se alimentan por hora 104 kg de anhídrido ftálico, 168 kg de úrea, 20,2 kg de Cu-carbonato básico con un 54-56 % de Cu y 0,8 kg de molibdato amónico.

El árbol principal se gira a 10 r.p.m. y la temperatura del aceite de calefacción se ajusta de manera que la masa de reacción tenga en el tercer tercio del reactor una temperatura de 225°C. El producto de reacción se elabora como descrito en el ejemplo 1. La determinación del rendimiento dió un 75 % referido al anhídrido de ácido ftálico.

Especialmente digno de observar es que después de una duración del ensayo de 48 horas no se apreciaron signos de corrosión. Una determinación del contenido en Fe en el producto de reacción dió 22 - 45 ppm de Fe, un valor que se puede explicar por el contenido en Fe de los productos de partida.



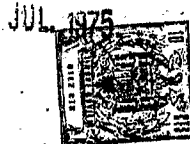
Otra ventaja consiste en la fácil formabilidad a pigmentos de intenso color de la modificación  $\beta$  según los métodos conocidos.

Ejemplo 5

5                   110 kg de anhídrido ftálico, 31 kg de ácido 4-clo-  
ro-ftálico, 31 kg de  $\text{CuCl}_2$ , 200 kg de úrea y 1 kg de molibda-  
to amónico se introducen en un reactor AP-Conti de 125 litros  
de capacidad. La espumación y elaboración se efectúa como  
en el ejemplo 2. El rendimiento asciende a un 76 % referido  
10 al  $\text{CuCl}_2$ . Después de un amasamiento con ácido sulfúrico se  
obtiene un pigmento de  $\text{CuCp}$  de la modificación  $\alpha$  con un  
contenido en cloro de aprox. un 4 % que muestra una alta es-  
tabilidad con los disolventes aromáticos con respecto a la  
transformación de la modificación y crecimiento de los cris-  
15 tales.

- N O T A -

Descrita suficientemente la naturaleza del invento,  
así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacer-  
se constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son  
20 susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alte-  
ren su principio fundamental. También se hace constar que el  
invento corresponde a dos Solicitudes de Patente, presentadas  
en Alemania, con fechas y números siguientes: 6 de junio de  
1.974, nº P 24 32 564.2, y 6 de agosto de 1.974, nº P 24 37  
25 768.2, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden  
los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que consti-  
tuye la esencia del referido invento y por lo que se solicita  
Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIE  
NTO PARA LA FORMACION DE FTALOCIANINA DE COBRE (CuPo); caracte-  
30 rizando por lo siguiente:



5

1.- Procedimiento para la formación de ftalociani-  
na de cobre (CuPc), caracterizado porque 1 parte en peso de  
material crudo de CuPc sin hervir previamente, se amasa con  
0,1 - 20 partes en peso de una sal inorgánica u orgánica, so-  
luble en agua o en ácidos o bases acuosas, y 0,3 - 5 partes  
en peso de un disolvente orgánico o inorgánico o mezcla de  
disolventes, que no disuelven esencialmente ni la sal ni el  
pigmento, y los productos secundarios de la síntesis, la sal  
y el disolvente se eliminan a continuación por ebullición.

10

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, carac-  
terizado porque se emplea un CuPc en bruto con un contenido  
máximo en CuPc de un 95 %.

15

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, carac-  
terizado porque se emplea un CuPc en bruto que se obtuvo se-  
gún un procedimiento de obtención libre de disolventes.

20

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, carac-  
terizado porque se emplea un CuPc en bruto que se obtuvo por  
reacción de un anhídrido de ácido ftálico, en caso dado susti-  
tuido, de un producto de reacción de anhídrido ftálico con  
amoníaco o su producto de deshidratación a 150° - 300°C con  
úrea, una sal de cobre y un catalizador en un reactor que  
presenta las siguientes características: auto-limpieza de  
como mínimo un 75 % de las superficies calentadas, un volúmen  
útil de como mínimo un 40 % del volúmen total del reactor,  
con un volúmen útil de como mínimo 10 litros, la posibilidad  
de calentamiento dentro del reactor, con una superficie de  
calentamiento de como mínimo un 34 % de la superficie inte-  
rior de la carcasa calentable.

25

5.- Procedimiento según la reivindicación 4, carac-





terizado porque se emplea un producto de CuPc en bruto obtenido en forma continua.

5 6.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el CuPc en bruto a emplear se obtuvo de anhídrido de ácido ftálico o anhídrido de ácido ftálico y ácido 4-cloroftálico, carbonato de cobre y úrea en presencia de molibdato amónico o trióxido de molibdeno.

10 7.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el CuPc en bruto se somete en un aparato de amasamiento de trabajo continuo, a una caída de cizallamiento de 300 a 20.000  $\text{seg}^{-1}$  durante un periodo de 10 segundos a 15 minutos, dimensionándose la cantidad de disolvente de manera que la recepción de energía en el amasamiento se encuentre entre 0,4 y 50 kWh/kg de pigmento procesado.

15 8.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque anhídrido de ácido ftálico, en caso dado sustituido, o productos de reacción de anhídrido de ácido ftálico con amoníaco o sus derivados de deshidratación, a temperaturas de 150 a 300°C, se hacen reaccionar con úrea, una sal de cobre y un catalizador, en un reactor con tiempos de residencia entre 5 minutos y 5 horas que presenta las siguientes características: autolimpieza de como mínimo un 75% de las superficies calentadas, un volumen útil de como mínimo un 40 % del volumen total del reactor con un volumen útil de como mínimo 10 litros, la posibilidad de calentar dentro del reactor con una superficie de calentamiento de como mínimo un 34 % de la superficie interior calentable de la carcasa.

20

25

30 9.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque el reactor presenta las siguientes caracte-

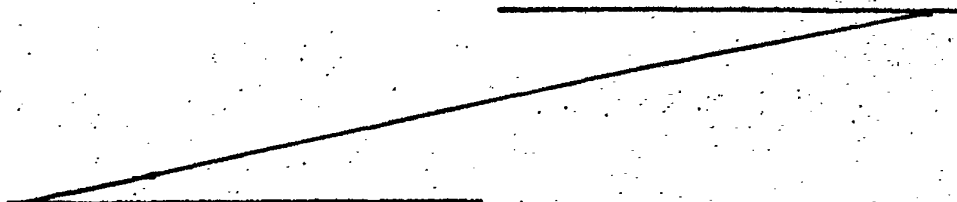


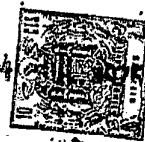


5 características: autolimpieza de como mínimo un 85 % de las superficies calentadas, un volumen útil de como mínimo un 50 % del volumen total del reactor con un volumen útil de como mínimo 10 litros, la posibilidad de un calentamiento dentro del reactor con una superficie de calentamiento de como mínimo un 34 % de la superficie interior de la carcasa calentable.

10 10.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque como reactor, que presenta las características arriba mencionadas, se emplea uno que posee dos o más agitadores solapados, de trabajo paralelo, en una carcasa correspondientemente formada, estando los elementos en forma de disco radialmente dispuestos sobre el árbol principal y unidos en la periferia por barras amasadoras, y el árbol limpiador, de diámetro más pequeño, que lleva bastidores montados en caja con estos bastidores entre los elementos en forma de disco del árbol principal y limpia en forma  
15 continua sus superficies, y donde la carcasa del árbol principal se limpia por las barras amasadoras y la carcasa del árbol limpiador por los bastidores.

20 11.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque se hacen reaccionar anhídrido de ácido ftálico o mezclas de anhídrido de ácido ftálico y ácido 4-cloroftálico, carbonato de cobre y úrea en presencia de molibdato de amonio o trióxido de molibdeno.





12.- Procedimiento para la formación de ftalocianina de cobre (CuPc), tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los adjuntos dibujos.

5

Esta Memoria consta de 20 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

- 4 JUL 1975

Madrid

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

J. GOMEZ ACEBO Y MOJET  
p. p. Firmados L. Gorta Fornénder

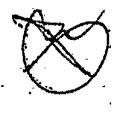


FIG. 1

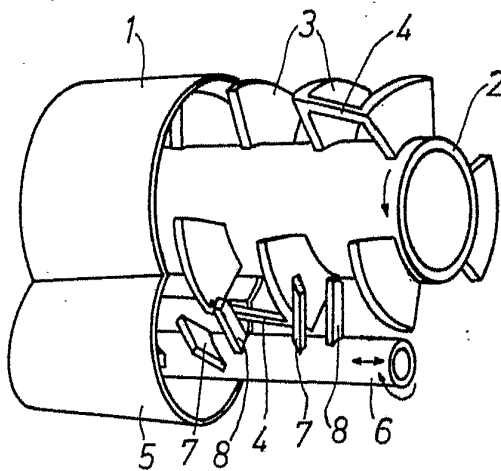
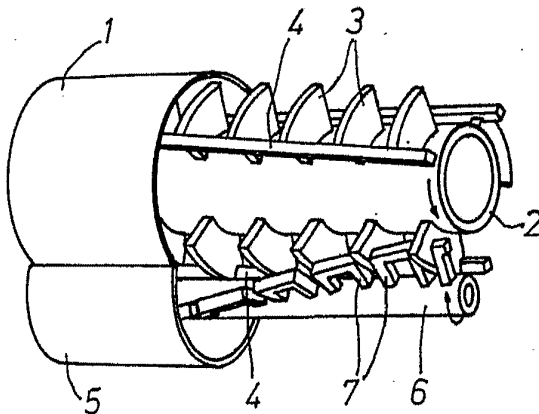


FIG. 2



REVISTA DE PATENTES DE ESPAÑA

- 5 SEP. 1976

Madrid

A. Gómez  
Instituto de Estudios Científicos

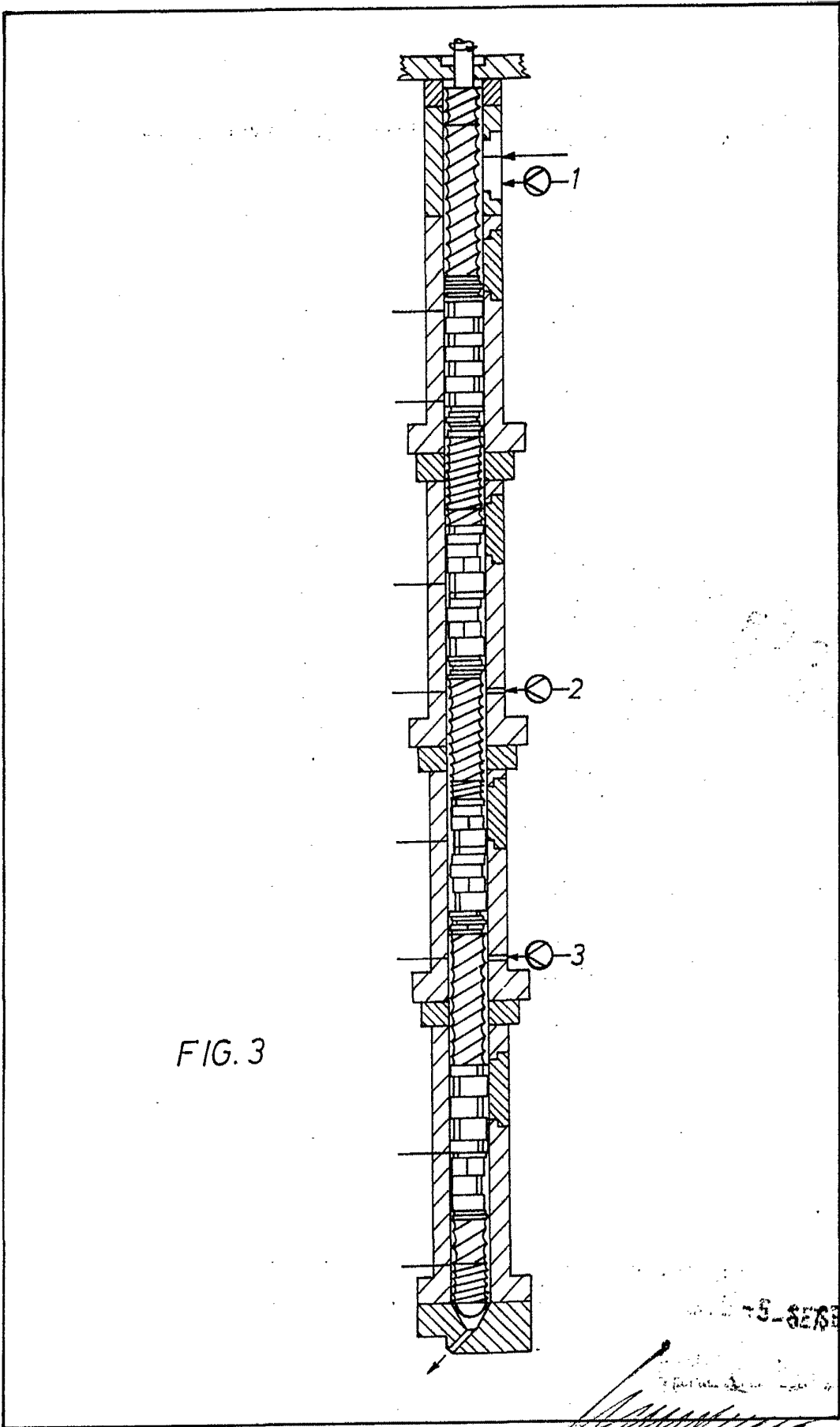


FIG. 3

5-8587-1074

*[Handwritten signature]*