



10 ES	11 21	NUMERO -459553	10 A1
	22	FECHA DE PRESENTACION 7-6-77	

PATENTE DE INVENCION

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

6 NOV. 1978

60 PRIORIDADES:	62 FECHA	63 PAIS
61 NUMERO		
23.431/76	7 de junio de 1.976	Inglaterra
39.093/76	21 de septiembre de 1.976	

64 FECHA DE PUBLICIDAD	61 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C09B	

64 TITULO DE LA INVENCION
PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA SAL AMONICA SUSTITUIDA DE UN ACIDO N,N'-DISUSTITUIDO-DIAMINOESTILBENO-SULFONICO.

61 SOLICITANTE (S)
IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Imperial Chemical House, Millbank, Londres, S.W.1., Inglaterra.

62 INVENTOR (ES)
Peter Kingsley Davies, James Frederick Stansfield, Arthur Thopham.

63 TITULAR (ES)

64 REPRESENTANTE
GOMEZ-ACEBO.

Esta invención se relaciona con un procedimiento para preparar nuevas sales amónicas sustituidas de ácidos estilbenosulfónico sustituidos, útiles como agentes fluidificantes en dispersiones.

5 En la Offenlegungsschrift 2.541.483 se describe que la fluidez de dispersiones de sólidos en líquidos orgánicos puede realizarse por adición de ciertos agentes fluidificantes consistentes en sales amónicas sustituidas de ácidos coloreados, es decir colorantes o pigmentos que
10 tienen al menos un grupo ácido. Sin embargo, se han encontrado problemas en la selección de los agentes fluidificantes para cualquier sólido particular a dispersar, normalmente un pigmento o un colorante, debido a que es importante que el agente no enmascare o altere la tonalidad del sólido y
15 debido a que debe ser capaz de soportar las condiciones a las cuales se somete el sólido después de la aplicación de la dispersión a un sustrato. Estos problemas surgen particularmente con los esmaltes de cochuración basados en tales dispersiones en donde, entre la gama restringida de sales
20 amónicas sustituidas de ácidos coloreados adecuados para aparearse con la tonalidad del pigmento contenido en el esmalte, ninguna de ellas son capaces de soportar las elevadas temperaturas implicadas en la cochuración, sin una decoloración severa. Dicha decoloración altera la tonalidad del esmalte
25 haciéndolo comercialmente inatractivo.

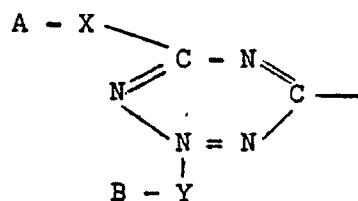
 Se ha descubierto ahora que ciertos ácidos no coloreados formarán sales amónicas sustituidas, similares a las descritas anteriormente, que actúan como agentes fluidificantes en ciertos sistemas de dispersión de pigmentos en
30 líquidos orgánicos.

De acuerdo con la presente invención se proporciona un agente fluidificante consistente en una sal amónica sustituida de un ácido diaminoestilbeno sulfónico N,N'-disustituído en donde existe al menos un radical orgánico que contiene como mínimo dos átomos de carbono enlazados al átomo de nitrógeno del ión amonio sustituido.

El ión amonio sustituido contiene deseablemente al menos 4, preferiblemente 12 y más preferiblemente entre 16 y 80 átomos de carbono. Los agentes particularmente útiles tienen un ión amonio sustituido que contiene tres o cuatro cadenas orgánicas conteniendo en total al menos 19 y con preferencia entre 25 y 40 átomos de carbono. En adición, se prefiere que al menos una de las cadenas sea un grupo alquilo o alquenilo conteniendo como mínimo 8, más preferiblemente como mínimo 12 átomos de carbono y especialmente entre 12 y 20 átomos de carbono. En especial es preferible que al menos una de tales cadenas orgánicas contenga como mínimo 16 átomos de carbono.

El ácido diaminoestilbeno sulfónico N,N'-disustituído, indicado de aquí en adelante como "ácido estilbenosulfónico", está con preferencia simetricamente sustituido alrededor del grupo central $-CH=CH-$ de la molécula de estilbeno. Preferiblemente existen dos grupos ácido sulfónico unidos a distintos anillos bencénicos en la posición orto, estando enlazados preferiblemente los grupos amino a los anillos bencénicos en posición para con respecto al grupo central $-CH=CH-$.

Los N-sustituyentes preferidos para el ácido diaminoestilbenosulfónico son los radicales triazina-2-ilo 4,6-disustituídos, de fórmula general:



en donde X e Y son cada uno independientemente -S-; -O-; -NH-
 ó -NR- en donde R es alquilo, A es fenilo opcionalmente susti-
 tuído y B es fenilo opcionalmente sustituido, alquilo opcional-
 mente sustituido, o en donde Y es NR-, pudiendo formar Y y B
 conjuntamente un anillo aromático o alifático opcionalmente
 sustituido, a condición de que tanto A como B estén libres
 de grupos ácido sulfónico.

Alternativamente, los ácidos estilbenosulfóni-
 cos pueden comprender cadenas de dos o más unidades ácido
 diaminoestilbenosulfónico enlazadas conjuntamente por radi-
 cales triazinileno y terminadas en cualquiera de los extremos
 por un radical triazin-2-ilo 4,6-disustituido como anterior-
 mente se ha definido.

El radical alquilo representado por R es
 con preferencia un radical alquilo inferior, es decir con
 1 a 4 átomos de carbono, pudiéndose mencionar como ejemplos
 del mismo metilo, etilo y propilo.

El radical fenilo opcionalmente sustituido
 representado por A ó B es con preferencia el radical fenilo
 mismo o alquilfenilo tal como tolo y etilfenilo y el radi-
 cal fenilo opcionalmente sustituido, representado por B, es
 con preferencia alquilo inferior o alquilo inferior sustituido,
 en donde el grupo alquilo inferior se define como anteriormen-
 te, tal como radicales metilo, etilo, propilo e hidroxietilo.

Como ejemplos de anillos aromáticos y alifá-

ticos opcionalmente sustituidos, que pueden ser formados por Y y B, cuando Y es NR, pueden mencionarse piperidina y morfolina y sus sustituyentes.

5 Agentes fluidificantes particularmente preferidos son aquellos en donde X es -NH- ó -NR-, en donde R se define como anteriormente.

 Si bien muchos de los agentes fluidificantes pueden ser claramente solubles en el líquido orgánico, no es esencial que los mismos sean más que escasamente solubles.

10 En el procedimiento de la invención para preparar dichos agentes fluidificantes comprende neutralizar el ácido estilbenosulfónico con la amina o hidróxido amónico sustituido adecuados o reaccionar la sal de metal alcalino del ácido estilbenosulfónico con el haluro amónico sustituido
15 adecuado. Si bien los dos reactantes pueden mezclarse en proporciones estequiométricas, ésto no es esencial para la finalidad de la invención y pueden obtenerse buenos resultados con el empleo de un exceso de la amina, de la sal amónica sustituida o del ácido estilbenosulfónico (o de su sal de
20 metal alcalino).

 Como ejemplos de aminas y haluros amónicos sustituidos que pueden utilizarse para formar los agentes fluidificantes, se pueden mencionar las aminas primarias, secundarias y terciarias y sales amónicas sustituidas cuaternarias tales como butilamina, dibutilamina, octilamina, t-octilamina, ciclohexilamina, dodecilamina, octadecilamina, didodecilamina, N,N-dimetiloctadecilamina, bromuro de cetil-trimetilamonio, cloruro de didodecildimetilamonio y cloruro de dioctadecildimetilamonio.

30 Alternativamente, las aminas o sales amónicas

cuaternarias pueden contener cadenas poliéster tales como las aminas y sales amónicas descritas en la Patente británica No. 1.373.660, especialmente los condensados de poliéster-amina formados por reacción entre diaminas y ácido polihidroxiesteárico.

Las aminas y sales amónicas sustituidas se pueden ciclizar cuando al menos dos de las cadenas orgánicas están enlazadas para formar un anillo que contiene el átomo de nitrógeno, el cual constituirá el centro de carga del ión amonio sustituido.

El anillo o anillos así formados pueden ser anillos alifáticos tales como piperidina y morfolina o anillos aromáticos tales como piridina, pudiéndose mencionar como ejemplos de tales aminas o sales las sales de N-cetilpiridinio y N-cetilpiperidina.

Uno o más de los radicales orgánicos unidos al átomo de nitrógeno de la amina o ión amonio sustituido, puede estar sustituido por grupos aromáticos tales como fenilo y fenilo sustituido, que están libres de grupos acídicos, por ejemplo cloruro de bencildimetiloctadecilamonio. Por otra parte, uno o más de los radicales orgánicos pueden contener otros sustituyentes no acídicos tales como grupos hidroxilo, por ejemplo octadecil-bis-(2-hidroxiethyl)amina, amino o amino sustituido, por ejemplo 3(N-octadecil-N-hidroxiethylamino)propil-N',N'-bis(2-hidroxiethyl)amina, 3-octadecilaminopropil-amina y N,N'-di-o-tolilguanidina, formando de este modo poli-aminas, de las cuales uno o más de los grupos amino pueden estar implicados en la formación del ión amonio sustituido.

Como ejemplos de ácidos estilbenosulfónicos que pueden emplearse para formar el agente fluidificante de la

invención, pueden mencionarse:

ácido 4,4'-bis-(4-anilino-6- β -hidroxietilamino-s-triazin-2-ilamino)estilbeno-2,2'-disulfónico, ácido 4,4'-bis-(4-anilino-6-metilamino-s-triazin-2-ilamino)-estilbeno-2,2'-disulfónico, 5 ácido 4,4'-bis-(4-anilino-6-metoxi-s-triazinil-2-ilamino)estilbeno-2,2'-disulfónico, ácido 4,4'-bis-(4,6-dianilino-s-triazin-2-ilamino)estilbeno-2,2'-disulfónico, ácido 4,4'-bis-(4-p-toluidino-6-dietilamino-s-triazin-2-ilamino)estilbeno-2,2'-disulfónico, ácido 4,4'-bis-(4-anilino-6-morfolino-s-triazin-2-ilamino)estilbeno-2,2'-disulfónico y 2,4-bis-[4-(4,6-dianilino-s-triazin-2-ilamino)-2,2'-disulfo-estilben-4'-ilamino]-6-anilino-triazina o sus sales de metal alcalino. 10

De acuerdo con otra característica de la invención se proporciona una dispersión de un pigmento de tinte policíclico de tina en un líquido orgánico que contiene un 15 agente dispersante polimérico o resinoso y un agente fluidificante como anteriormente se ha definido.

Por el término pigmento de tinte policíclico de tina se quiere dar a entender un compuesto coloreado, sustancialmente insoluble, que contiene al menos cuatro anillos fusionados y al menos un grupo quinona capaz de reducción a un compuesto leuco. Un pigmento de tinte de tina preferido (denominado a continuación como "pigmento") para emplearse 20 en la composición antes definida, es uno que contiene de seis a ocho anillos fusionados, pudiéndose hacer una mención especial, dentro de esta selección, a los pigmentos de flavantrona, indantrona y dibromoantantona. 25

El agente dispersante puede ser cualquiera de los empleados convencionalmente en la preparación de dispersiones de pigmentos, colorantes y otros sólidos en líquidos 30

orgánicos, especialmente los utilizados en la producción de tintas y pinturas.

5 Los agentes dispersantes preferidos son los desarrollados para utilizarse en la preparación de dispersiones no acuosas concentradas de pigmentos y colorantes directamente a partir del color bruto.

10 El líquido orgánico puede ser cualquiera en el cual el pigmento sea sustancialmente insoluble, si bien es preferible utilizar hidrocarburos aromáticos líquidos o hidrocarburos clorados alifáticos o aromáticos líquidos.

15 La dispersión de esta invención se puede obtener por cualquiera de los métodos convencionales y bien conocidos para la preparación de dispersiones. De este modo, el pigmento, el líquido orgánico, el agente fluidificante y el agente dispersante pueden mezclarse en cualquier orden y someter la mezcla a un tratamiento mecánico para reducir el tamaño de partícula del sólido, por ejemplo mediante molturación con bolas, con perlas o con grava hasta que se forma la dispersión, en la cual el tamaño de partícula del sólido es inferior a 10 micras y con preferencia inferior a 1 micra.

25 Alternativamente, cuando el agente dispersante y el agente fluidificante son completamente solubles en el líquido orgánico, se puede tratar el pigmento para reducir su tamaño de partícula independientemente o en mezcla con el líquido orgánico o con los agentes dispersantes y fluidificantes, añadiéndose entonces el otro u otros ingredientes, para obtener a continuación la dispersión por agitación de la mezcla.

30 Constituye otra característica de la invención la dispersión obtenida de este modo y que comprende al pigmento

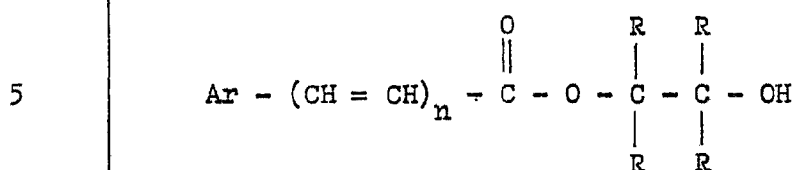
en forma finamente dividida y a los agentes dispersantes y fluidificantes.

La cantidad de agente dispersante es tal que corresponde a un valor entre 25 y 400 % en peso y la cantidad de agente fluidificante es tal que corresponde a un valor entre 0,5 y 50 % en peso, basado en el peso del pigmento, siendo las gamas preferidas las de 75 a 200 % y 5 a 100 % respectivamente. La composición contiene preferiblemente entre 10 y 20 % en peso del pigmento basado en el peso total de la dispersión.

Como ejemplos de agentes dispersantes que pueden emplearse en la dispersión de esta invención, pueden mencionarse los agentes dispersantes descritos en las Patentes británicas Nos. 139.341, 1.373.660, 1.313.745, Patente británica No. 1.445.135, Patentes USA Nos. 3741.941, 3.788.996, 3.704.255, 3.817.944 y 3.654.771, y solicitud de Patente alemana No. 2.350.454, polímeros y copolímeros de acrilatos y metacrilatos, resinas alquídicas, resinas de poliéster, resinas alquídicas modificadas, uretanos, aceites uretánicos, alquitranes y breas tales como gilsonita, como se emplean en la preparación de tintas para impresión de prensa, cuyos agentes dispersantes se describen más particularmente en la Offenlegungsschrift 2.541.483. Para la preparación de una dispersión según la invención, que ha de utilizarse en la preparación de pinturas y esmaltes, es preferible usar un agente dispersante que haya sido especialmente desarrollado para que sea compatible con las otras resinas y aglutinantes empleados en las pinturas y esmaltes. De interés particular para esta finalidad son los agentes dispersantes descritos y reivindicados en las Patentes británicas Nos. 1.108.261 y 1.159.252

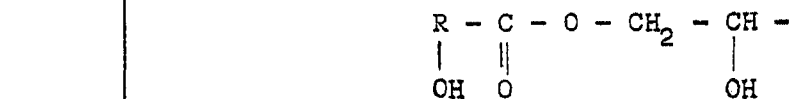
y los agentes desarrollados a partir de éstos, descritos y reivindicados en la Patente británica No. 1.346.298.

En la Patente británica No. 1.108.261 se describen y reivindican dispersantes que tienen la fórmula:



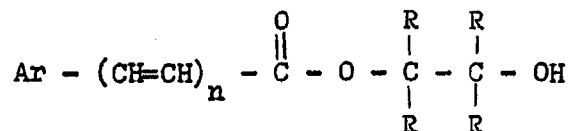
10 en la que Ar es un grupo aromático, n es 1 ó cero, de 2 a 3 grupos R son individualmente hidrógeno, metilo o etilo y el grupo o grupos R restantes individualmente o el grupo restante R - C - C - R en combinación, proporcionan un componente de tipo cadena solvatable de al menos 12 enlaces. La Memoria define el término "solvatable" y ofrece ejemplos de los componentes de tipo cadena solvatables que tienen al menos 12 enlaces, que están presentes en dichos dispersantes.

15 Igualmente, en la Patente británica No. 1.159.252 se describen dispersantes que comprenden una cadena de polímero de adición solvatada por un líquido orgánico y que tiene, enlazado a la misma, como mínimo un grupo de fórmula:



en donde R es un radical alifático que puede contener uno o más grupos hidroxí adicionales. La Memoria define también el término "solvatado" y proporciona ejemplos de las cadenas de polímeros de adición. La Memoria No. 1.346.298 describe y

reivindica dispersantes que consisten en productos de reaccion de compuestos de fórmula:



5 en donde Ar es un grupo aromático, n es 0 ó 1, de 2 a 3 grupos
R son individualmente hidrógeno, metilo y etilo y el grupo
R restante en combinación proporciona un componente de tipo
cadena solvatable de al menos 12 enlaces, con un monoisociana-
to orgánico o con un diisocianato orgánico que ya ha sido o
que es simultánea o ulteriormente reaccionado con un alcohol
10 o amina, para que en efecto se comporte como un monoisocianato.

Como ejemplos de líquidos orgánicos que pueden
emplearse para formar la dispersión de la invención, pueden
mencionarse ésteres, tales como estalatos de dialquilo, resi-
nas alquídicas y aceites de linaza espesados con calor empleados
15 como medios para barnices litográficos, alcoholes alifáticos
tales como etanol y propanol, cetonas tales como acetona,
metiletilcetona y dietilcetona, hidrocarburos alifáticos
tales como fracciones de petróleo que lleven entre 60 y 200°C,
white spirit, n-hexano, ciclohexano y aceites minerales tales
20 como aceite para husos y aceite de sumidero como los empleados
en la preparación de tintas para la impresión de prensa. Sin
embargo, los líquidos orgánicos preferidos son hidrocarburos
aromáticos tales como benceno, xileno, mesitileno y en particu-
lar tolueno e hidrocarburos clorados tales como clorobenceno,
25 tetracloruro de carbono y percloroetileno.

La invención se ilustra por los siguientes
ejemplos, en los cuales las proporciones de ingrediente se

miden en partes en peso.

EJEMPLO 1

Una solución de 38 partes de ácido 4,4'-bis-
(4-anilino-6-(β-hidroxi-etil-amino-s-triazin-2-il-amino)-estil-
beno-2,2'-disulfónico en 19 partes de trietanolamina y 200
partes de agua, a 90°C, se agita mientras se añade una solu-
ción de 30,5 partes de bromuro de cetiltrimetilamonio en
91,5 partes de agua caliente. Después de agitar durante media
hora a 90°C y enfriar, el sólido se filtra, se lava y se seca.

EJEMPLO 2

A una solución de 4 partes de 4,4'-bis(4-anilino-6-metil-amino-s-triazin-2-il-amino)-estilbeno-2,2'-disulfonato de sodio en 20 partes de agua a 90°C, se añaden 17 partes de una solución al 25 % de bromuro de cetiltrimetilamonio en agua caliente. Después de agitar durante 30 minutos a 90°C y enfriar, el sólido se filtra, se lava y se seca.

EJEMPLO 3

A una solución de 10 partes de 4,4'-bis-(4-anilino-6-metoxi-s-triazin-2-il-amino)estilbeno-2,2'-disulfonato de sodio en 100 partes de agua a 90°C, se añaden 17 partes de una solución al 25 % de bromuro de cetiltrimetilamonio en agua caliente. Después de agitar durante 30 minutos a 90°C y enfriar, el sólido se filtra, se lava y se seca.

EJEMPLO 4

A una solución de 10 partes de la sal sódica del ácido usado en el ejemplo 1, en 50 partes de agua a 90°C, se añaden 9,7 partes de cloruro de didodecildimetilamonio como una solución al 75 % en isopropanol (Arquad 2C: RTM). Después de agitar durante 30 minutos a 90°C y enfriar, el sólido se filtra, se lava y se seca.

EJEMPLO 5

5 A una suspensión de 10 partes del ácido libre usado en el ejemplo 1 en 400 partes de agua a 90°C, se añaden 40 partes de una solución al 16,4 % de N:N-dimetil-octadecilamina (Armeen DMHT:RTM) en ácido acético diluido caliente. Después de agitar durante 30 minutos a 90°C y enfriar, el sólido se filtra, se lava y se seca.

EJEMPLO 6

10 A una solución de 40 partes del ácido libre usado en el ejemplo 1 en 200 partes de agua a 90°C y 20,3 partes de trietanolamina, se añaden 51 partes de cloruro de dioctadecildimetilamonio como una solución al 75 % en isopropanol (Arquad 2HT: RTM). Después de agitar durante 30 minutos a 90°C y enfriar, el sólido se filtra, se lava y se seca.

EJEMPLO 7

15 A una solución de 10 partes de la sal sódica del ácido libre usado en el ejemplo 1 en 400 partes de agua a 90°C, se añaden 3,46 partes de N,N-bis-(2-hidroxi-etil)-octadecilamina (Ethomeen T/12: RTM) como una solución en ácido acético diluido, Después de agitar durante 30 minutos a 90°C y enfriar, el sólido se filtra, se lava y se seca.

EJEMPLO 8

25 A una solución de 5 partes de 4,4'-bis-(4,6-dianilino-s-triazin-2-ilamino)estilbeno-2,2'-disulfonato de sodio en agua a 100°C, se añaden 4,25 partes de bromuro de cetiltrimetilamonio en 12,75 partes de agua caliente. Después de agitar durante 30 minutos a 90°C y enfriar, el sólido se filtra, se lava y se seca.

EJEMPLO 9

30 A una solución de 5 partes de 4,4'-bis-(4-p-

toluidino-6-dietilamino-s-triazin-2-ilamino)-estilbeno-2,2'-
disulfonato de sodio en 400 partes de agua a 90°C, se añaden
12 partes de una solución al 25 % de bromuro de cetiltrimetil-
amonio en agua caliente. Después de agitar durante 30 minutos
a 90°C y enfriar, el sólido se filtra, se lava y se seca.

5

EJEMPLO 10

A una solución de 1 parte de 4,4'-bis-(4-anili-
no-6-morfolino-s-triazin-2-ilamino)-estilbeno-2,2'-disulfonato
de sodio en 100 partes de agua a 90°C, se añaden 7 partes de
una solución al 25 % de bromuro de cetiltrimetilamonio en agua
caliente. Después de agitar durante 30 minutos a 90°C y en-
friar, el sólido se filtra, se lava y se seca.

10

10

EJEMPLO 11

A una solución de 5 partes de la sal sódica
del ácido libre usado en el ejemplo 1 en 100 partes de agua a
90°C, se añade una solución al 25 % de bromuro de cetilpiridi-
nio en agua caliente hasta terminar la precipitación. Después
de agitar durante 30 minutos a 90°C y enfriar, el sólido se
filtra, se lava y se seca.

15

20

EJEMPLO 12

A una solución de 5 partes de 4,4'-bis(4,6-di-
N-metil-anilino-s-triazin-2-ilamino)-estilbeno-2,2'-disulfonato
de sodio en 200 partes de agua a 90°C, se añaden 17 partes de
una solución al 25 % de bromuro de cetiltrimetilamonio en agua
caliente. Después de agitar durante 30 minutos a 90°C y en-
friar, el sólido se filtra, se lava y se seca.

25

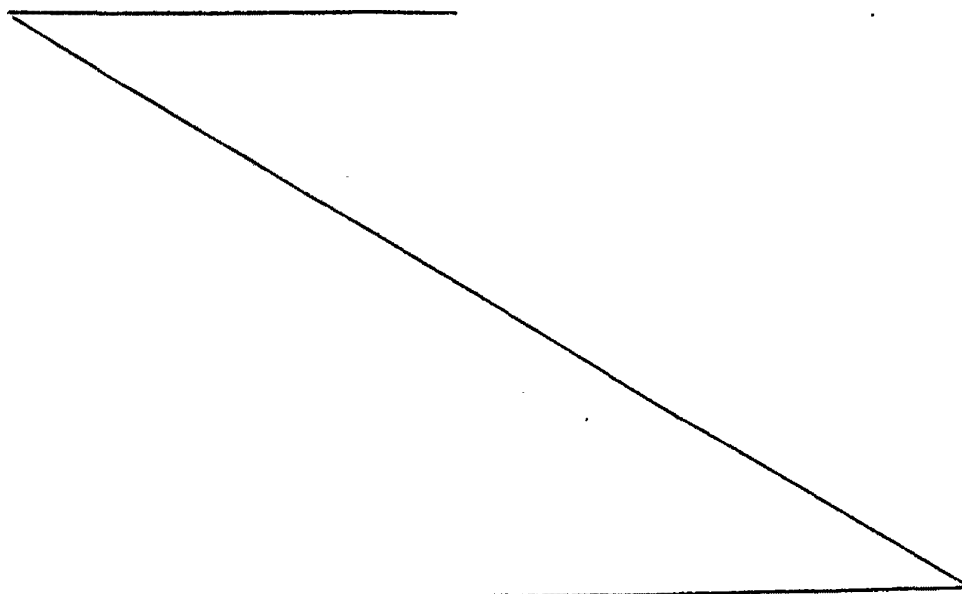
EJEMPLO 13

Una mezcla de 1,5 partes de una solución al
50 % en xileno de un copolímero de estireno/etilhexilacrilato/
hidroxiisopropilmetacrilato/metacrilamida/metacrilato de gli-

30

cidilo, en la proporción de 26/40/25/5/4 en peso, esterificado con ácido p-aminobenzóico en presencia de dimetildodecilamina- (como se describe en la Patente británica No. 1.108.261), 0,2 partes del agente fluidificante descrito en el ejemplo 1,
5 7,3 partes de xileno y 1 parte de flavantrona pigmentaria, se moltura con bolas durante 16 horas para dar una dispersión fluida del pigmento que resulta adecuada para utilizarse en pintura industrial. Cuando el agente fluidificante descrito en el ejemplo 1 se omite, se obtiene una dispersión espesa.

10 La siguiente tabla ofrece otros ejemplos de dispersiones de la invención, en donde la presencia del agente fluidificante aquí definido mejora la fluidez de la dispersión, cuyas dispersiones se obtienen molturando conjuntamente el pigmento y el número de partes del mismo que se indica en la
15 columna 2 de la tabla, los agentes y números de partes de los mismos indicados en las columnas 3 y 4 de la tabla y una cantidad suficiente de los líquidos orgánicos ofrecidos en la columna 5 de la tabla, para alcanzar un peso total de 10 partes.



Ejemplo	Pigmento y cantidad del mismo	Agente dispersante y cantidad del mismo	Agente fluidificante y cantidad del mismo	Líquido orgánico
14	2 partes de flavantrona	2 partes de solución al 50% descrita en el ejemplo 13	0,2 partes del agente fluidificante preparado según el ejemplo 1	Xileno
15	"	1,5 partes de solución al 50% descrita en el ejemplo 13	"	"
16	"	3 partes de solución al 50% descrita en el ejemplo 13	"	"
17	"	1,5 partes de solución al 50% descrita en el ejemplo 13	0,1 partes de agente fluidificante preparado según el ejemplo 1	"
18	2 partes de 4,10-dibromoantantrona	1 parte de solución al 50% descrita en el ejemplo 13	0,2 partes de agente fluidificante preparado según el ejemplo 1	"
19	"	2 partes de solución al 50% descrita en el ejemplo 13	"	"
20	1 parte de flavantrona	2 partes de solución al 50% descrita en el ejemplo 13	0,2 partes de agente fluidificante preparado según el ejemplo 1	"
21	"	"	0,2 partes de agente fluidificante preparado según el ej. 2	"
22	"	"	0,2 partes de agente fluidificante preparado según el ej. 3	"
23	"	"	0,2 partes de agente fluidificante preparado según el ej. 4	"

Ejemplo	Pigmento y cantidad del mismo	Agente dispersante y cantidad del mismo	Agente fluidificante y cantidad del mismo	Líquido orgánico
24	1 parte de flavantrona	2 partes de solución al 50% descrita en el ejemplo 13	0,2 partes de agente fluidificante preparado según el ej. 5	xileno
25	"	"	0,2 partes de agente fluidificante preparado según el ej. 6	"
26	"	"	0,2 partes de agente fluidificante preparado según el ej. 7	"
27	"	"	0,2 partes de agente fluidificante preparado según el ej. 8	"
28	2 partes de indantrona	3 partes de solución al 50% descrita en el ej. 13	0,2 partes de agente fluidificante preparado según el ej. 1	"
29	1 parte de flavantrona	2 partes de solución al 50% descrita en el ej. 13	0,2 partes de agente fluidificante preparado según el ej. 9	"
30	"	"	0,2 partes de agente fluidificante preparado según el ej. 10	"
31	"	"	0,2 partes de agente fluidificante preparado según el ej. 11	"
32	"	"	0,2 partes de agente fluidificante preparado según el ej. 12	"
33	"	1 parte de una resina de trementina conocida como calidad Y portuguesa	0,2 partes de agente fluidificante preparado según el ej. 1	"
34	"	1 parte del aducto de nonilfenol con 8 moles de óxido de etileno	"	"

Ejemplo	Pigmento y cantidad del mismo	Agente dispersante y cantidad del mismo	Agente fluidificante y cantidad del mismo	Líquido orgánico
35	1 parte de flavantrona	1,7 partes de solución al 60% en isopropilacetato de un copolímero de 42 partes de metilmetacrilato, 40 partes de 2-etilhexilmetacrilato, y 18 partes de 2-hidroxiethylmetacrilato.	0,2 partes de agente fluidificante preparado según el ejemplo 1.	xileno
36	"	1 parte de una resina hidrocarbonada producida por polimerización de una fracción hidrocarbonada insaturada C ₅ .	"	"
37	"	1 parte de polivinilpirrolidona, clase K 30 vendida por General Aniline and film Corpn.	"	etanol
38	"	1 parte de un aducto de peso molecular 1500 de iso-octanol y una mezcla de partes iguales en peso de óxido de etileno y óxido de propileno.	"	tolueno
39	"	1 parte de caucho clorado de peso molecular 100.000.	"	"
40	"	1 parte de Resin MS2, una resina de cetona polimerizada.	"	"
41	"	1 parte de Epikote 828 una resina epoxi a base de difenilpropano	"	"

Ejemplo	Pigmento y cantidad del mismo	Agente dispersante y cantidad del mismo	Agente fluidificante y cantidad del mismo	Líquido orgánico
42	1 parte de flavantrona	1 parte de un copolímero de cloruro de vinilideno, acrilonitrilo y metacrilato de metilo.	0,2 partes de agente fluidificante preparado según el ejemplo 1.	tetrahidrofurano
43	"	1 parte de una resina de fenolformaldehido, modificada con colofonia, conocida como "Mitchanol 37" (RTM) y vendida por W.A. Mitchell and Smith Ltd.	"	tolueno
44	"	1 parte de una resina alquídica conteniendo 68 % de ácidos grasos de aceite de linaza, 20 % de anhídrido ftálico y pentaeritrol	"	"
45	"	1 parte de una policaprolactona lineal de peso molecular 2000 conocida como "CAPA 420" (RTM) y vendida por Interlox Chemicals Ltd.	"	"
46	"	1 parte de un glicérol oxipropilado de peso molecular 312.	"	"
47	"	1 parte de un copolímero en bloque conteniendo 90 partes en peso de óxido de propileno, 10 partes en peso de óxido de etileno y teniendo un peso molecular de 1940 conocido como "Pluronic L61" (RTM) vendido por Wyandotte Chemical Corporation.	"	"

Ejemplo	Pigmento y cantidad del mismo	Agente dispersante y cantidad del mismo	Agente fluidificante y cantidad del mismo	Líquido orgánico
48	1 parte de flavantrona	1,7 partes de una solución al 60 % en acetato de isopropilato de un copolímero de 42 partes de metacrilato de metilo y 18 partes de metacrilato de hidroxietilo.	0,2 partes de agente fluidificante preparado según el ejemplo 1.	isopropilacetato
49	"	"	"	metilisobutilcetona.

EJEMPLO 50

Se agitan en 400 partes de agua, calentándose a 95°C, 5 partes del producto obtenido por reacción de 2 moles de ácido 4,4'-diaminoestilbena-2,2'-disulfónico con 3 moles de cloruro cianúrico y finalmente con anilina en exceso (efectuándose la reacción por adición del ácido a una suspensión de cloruro cianúrico en agua a una temperatura inferior a 5°C y a pH 6-7, elevación de la temperatura a 90°C, adición de anilina en exceso, filtración del producto, lavado con ácido clorhídrico diluido hasta estar libre de anilina y secado). Se añaden 26 partes de una solución al 25 % de bromuro de cetiltrimetilamonio en agua y el precipitado formado se lava por decantación y se seca a 100°C.

EJEMPLO 51

Una mezcla de 1 parte de flavantrona pigmentaria, 2 partes de la solución al 50% descrita en el ejemplo 13, 0,2 partes del agente fluidificante preparado según el ejemplo 50 y 6,8 partes de xileno, se moltura con bolas durante 16 horas para dar una dispersión fluida del pigmento que resulta adecuada para emplearse en pintura industrial.

Las sales amónicas sustituidas de ácido 4,4'-bis-(4-anilino-6-β-hidroxi-etilamino-s-triazin-2-ilamino)-estilbeno-2,2'-disulfónico con las aminas indicadas en los ejemplos 52 a 63 ofrecidos a continuación, se preparan por neutralización del ácido estilbenosulfónico con la cantidad equivalente de la amina mostrada. Las sales amónicas así preparadas se incorporan en dispersiones en las proporciones mostradas en los ejemplos 64 a 75 empleando el método del ejemplo 13.

Las dispersiones fueron en cada caso más fluidas que las dispersiones equivalentes de las cuales se omitió la sal amónica sustituida.

<u>Ejemplo</u>	<u>Amina</u>
20	52 butilamina
	53 dibutilamina
	54 octilamina
	55 t-octilamina
	56 2-etilhexilamina
25	57 N,N'-di-o-tolilguanidina
	58 3-octadecilaminopropilamina
	59 morfolina
	60 piperidina
	61 ciclohexilamina
30	62 N,N-dimetilciclohexilamina
	63 La amina preparada de acuerdo con el ejemplo 1 de la patente británica No. 1.373.660.

Ej.	Pigmento y cantidad del mismo	Agente dispersante y cantidad del mismo	Agente fluidificante y cantidad del mismo	Líquido orgánico y cantidad del mismo
64	1 parte de flavantrona	2 partes de solución al 50% descrita en el ejemplo 13	0,2 partes de agente fluidificante preparado según el ejemplo 52	6,8 partes de xileno
65	"	"	" 53	"
66	"	"	" 54	"
67	"	"	" 55	"
68	"	"	" 56	"
69	"	"	" 57	"
70	"	"	" 58	"
71	"	"	" 59	"
72	"	"	" 60	"
73	"	"	" 61	"
74	"	"	" 62	"
75	"	"	" 63	"

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.

REIVINDICACIONES

5 1.- Procedimiento para preparar una sal amónica
sustituída de un ácido N,N'-disustituído-diaminoestilbeno-
sulfónico, útil como agente fluidificante, en donde existe
al menos un radical orgánico, conteniendo por lo menos 2
átomos de carbono, unido al átomo de nitrógeno del ión amonio
sustituído; caracterizado porque comprende neutralizar el
ácido estilbenosulfónico con la amina adecuada o hidróxido de
amónio sustituido adecuado; o reaccionar una sal de metal al-
10 calino del ácido estilbenosulfónico con el haluro de amonio
sustituido adecuado.

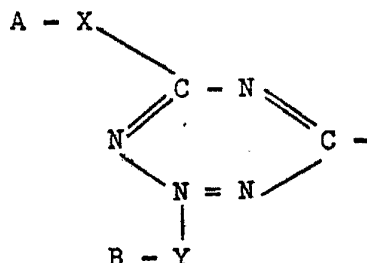
2.- Procedimiento según la reivindicación 1,
caracterizado porque el ión amonio sustituido contiene al
menos 12 átomos de carbono.

15 3.- Procedimiento según la reivindicación 1,
caracterizado porque el ión amonio sustituido contiene de
25 a 40 átomos de carbono.

20 4.- Procedimiento según cualquiera de las rei-
vindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el ion amonio susti-
tuído contiene 3 ó 4 cadenas orgánicas.

5.- Procedimiento según la reivindicación 4, ca-
racterizado porque al menos una de las cadenas es alquilo o
alquenilo conteniendo al menos 16 átomos de carbono.

25 6.- Procedimiento según cualquiera de las rei-
vindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el ácido N,N'-disus-
tituido-diaminoestilbeno-sulfónico comprende un único ácido
diaminoestilbenosulfónico sustituido en cada grupo amino por
un radical 4:6-disustituido-triazin-2-ilo de fórmula:



5 en la que X e Y independientemente son -S-, -O-, -NH- ó -NR., en donde R es alquilo; A es fenilo opcionalmente sustituido; y B es fenilo opcionalmente sustituido, alquilo opcionalmente sustituido o cuando Y es NR-, Y y B pueden formar conjuntamente un anillo aromático o alifático opcionalmente sustituido, a condición de que ambos A y B estén libres de grupos ácido sulfónico.

10 7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el ácido N,N'-disustituido-diaminoestilbeno-sulfónico, comprende una cadena de dos o más unidades ácido diaminoestilbenosulfónico enlazadas conjuntamente por radicales triazinileno y terminadas en cualquier extremo por un radical triazin-2-ilo 4,6-disustituido como anteriormente se ha definido.

15 8.- Procedimiento para preparar una dispersión de un pigmento policíclico de colorante a la tina en un líquido orgánico conteniendo un agente dispersante polimérico o resinoso y un agente fluidificante como anteriormente se ha definido.

20 9.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque el pigmento es flavantrona, indantrona o dibromoantatrona.

10.- Procedimiento según la reivindicación 8,

