

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

ES	11	NUMERO	471600	10	A1
	21				
	22	FECHA DE PRESENTACION	4-7-78		

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

PATENTE DE INVENCION

60	PRIORIDADES:	62	FECHA	63	PAIS
	61) NUMERO				
	P 27 31 175.7		9-7-77		Rep. Federal Alemana

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

64	TITULO DE LA INVENCION
	"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE PREPARADOS PIGMENTARIOS FACILMENTE DISTRIBUIBLES EN MEDIOS HIDROFILLOS E HIDROFOBOS"

71	SOLICITANTE (ES)	(HOE 77/F 135)
	HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT	

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
D-6230 Frankfurt/Main 80, República Federal Alemana

72	INVENTOR (ES)
	Dr. Erwin Dietz, Dr. Otto Fuchs, Robert Gutbrod, Adolf Kroh y Dr. Michael Maikowski.

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE	(P.- 68.607)
	DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ	

lfg

POOR QUALITY

1 La invención se refiere a un procedimiento para la preparación de preparados pigmentarios fácilmente dispersables, estables frente a la floculación.

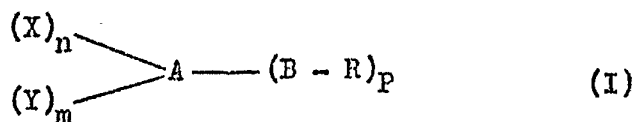
5 En la incorporación de pigmentos o de preparados pigmentarios en sistemas de pinturas, tintas para impresión y estampación y materiales sintéticos aparecen con frecuencia dificultades, ya que numerosos pigmentos en el medio de utilización correspondiente sólo pueden llevarse con un elevado esfuerzo y gasto de dispersión a una distribución fina con propiedades técnicas de utilización satisfactorias. Durante y después del proceso de dispersión pueden aparecer fenómenos de floculación, que conducen a alteraciones de viscosidad del medio de utilización, a alteraciones de matiz y a pérdidas de poder colorante, de poder cubriente, de brillo, de homogeneidad y de brillo inherente en los materiales coloreados.

15 Para mejorar las propiedades de pigmentos han sido descritos ya diferentes procedimientos. Así, por ejemplo, se trataron pigmentos con derivados de las moléculas de pigmentos, que han de mejorar la dispersabilidad de estos pigmentos. Si se incorporan pigmentos modificados de esta manera en un material sintético o en un sistema de aglutinantes los derivados de pigmentos solubles, coloreados vigorosamente, pueden emigrar a la superficie límite del sis-

1 tema, y colorear sustancias contiguas. Además tales deriva-  
 dos de pigmentos sólo pueden prepararse en condiciones de  
 reacción difíciles y con costos y gastos elevados debido a  
 la difícil solubilidad de los pigmentos. Debido a la colora-  
 5 ción intensa solamente son adecuados para la utilización en  
 el caso de pigmentos de igual color.

Según la invención estas dificultades se evitan  
 utilizando, para la modificación de los pigmentos, compues-  
 tos aromáticos con cadenas de carbono alifáticas, que son  
 10 esencialmente incoloras o solamente están coloreadas ligera-  
 mente, y que pueden prepararse fácilmente a partir de sus-  
 tancias bien accesibles.


Los compuestos aromáticos incoloros o sólo ligera-  
 mente coloreados, utilizados según la invención, con cade-  
 15 nas de carbono alifáticas poseen la fórmula I




En ella:

20 A significa sistemas de anillos aromáticos, homocíclicos o  
 heterocíclicos, con por lo menos 9 átomos de anillo y con  
 más de un anillo,

B significa un enlace directo o grupos de unión bivalentes,  
 preferentemente -O-, -NR'-, -S-, -CO-, -SO<sub>2</sub>-, -CR'R''-,

25 , o una combinación de estos grupos, tales como por  
 ejemplo -COO-, -O-CO-, -CO-NR'-NR'-CO-, -SO<sub>2</sub>-NR'-, -NR'-SO<sub>2</sub>-,

1 --NR'-CO-NR''-, -CO-NR'- o -CO-NR'-CH<sub>2</sub>-CO-NR''-, repre-  
sentando R' y R'' H o un radical alcohilo de cadena corta  
con 1 a 4 átomos de carbono,

R significan cadenas de carbono alifáticas con más de 5 áto-  
5 mos de carbono, especialmente radicales alcohilo, alquenilo  
o alcapolienilo con preferentemente 8 a 25 átomos de carbo-  
no, pudiendo estar enlazados entre sí varios radicales y/o  
pudiendo llevar los radicales alifáticos grupos hidroxilo o  
carboxilo,

10 X e Y, significan, independientemente entre sí, cualesquiera  
sustituyentes, tales como por ejemplo -R', halógeno,  
-OR', -NR'R'', -COOR', -CONR'R'', -NR'-CO-R'', -SO<sub>2</sub>NR'R'',  
-SO<sub>3</sub>M, -NO<sub>2</sub>, -CN, -CF<sub>3</sub>, representando R' y R'' H o un radical  
alcohilo de cadena corta con 1 a 4 átomos de carbono y  
15 representando M un equivalente de un catión desde monovalen-  
te a trivalente.

n y m significan, independientemente entre sí, 0, 1 ó 2 y p  
significa valores de 1 a 4, preferentemente 1 y 2.

20 Para los preparados pigmentarios según la inven-  
ción son adecuados pigmentos orgánicos, tales como por ejem-  
plo pigmentos azoicos, azaporfinas, quinacridonas, compues-  
tos de flavantrona, de antantrona y de pirantrona, deriva-  
dos de ácido naftalentetracarboxílico, de ácido perilente-  
tracarboxílico, de tioíndigo, de dioxazina y de tetracloro-  
25 isocindolinona, pigmentos barnizados tales como barnices de

1 Mg, de Ca, de Ba, de Al, de Mn y de Ni, de colorantes que contienen grupos ácidos, así como correspondientes mezclas de pigmentos.

5 Los compuestos I contenidos en los preparados pigmentarios según la invención pueden prepararse según procedimientos conocidos a partir de los compuestos de base aromáticos, preferentemente a partir de sus derivados con grupos reactivos, tales como por ejemplo -OH, -NHR', -SH, -COOR' -COCl y -SO<sub>2</sub>Cl mediante reacción con compuestos alcohólicos, preferentemente ácidos grasos y sus derivados, tales como por ejemplo cloruros de ácidos grasos, ésteres de ácidos grasos, anhídridos de ácidos grasos, aminas grasas, alcoholes grasos e isocianatos grasos. De los compuestos de base aromáticos han de mencionarse especialmente naftaleno, 10 antraceno, fenantreno, pireno, criseno, bifenilo, indol, quinoleína, acridina, carbazol, óxido de difenileno, sulfuro de difenileno, antraquinona, y sobre todo los correspondientes productos de sustitución, que llevan en el anillo grupos -OH, -SH, -NHR', -COOR', -COCl o -SO<sub>2</sub>Cl, que pueden 20 reaccionar con ácidos grasos o con sus derivados. De los numerosos ácidos grasos y de las mezclas naturales de ácidos grasos, así como de sus derivados han de mencionarse aquí solamente los representantes más importantes, tales como por ejemplo ácido caprílico, ácido cáprico, ácido láurico, 25 ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido

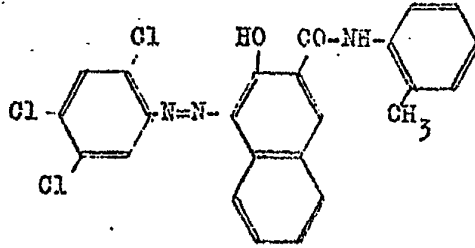
1 aráquico, ácido behénico, ácido palmitoleico, ácido oleico,  
ácido linoleico, ácido linolénico, ácido erúcico, ácido ri-  
cinoleico, ácidos grasos de aceite de coco, ácidos grasos  
5 de aceite de linaza, ácidos grasos de ricino, ácidos grasos  
de aceite de ricino, ácidos grasos de aceite de girasol,  
ácidos grasos de aceite de pino, así como los ésteres de  
ácidos grasos, cloruros de ácidos grasos, anhídridos de áci-  
dos grasos, alcoholes grasos, aminas grasas que pueden pre-  
pararse a partir de ellos, los isocianatos que pueden prepa-  
10 rarse a partir de las aminas grasas y los ácidos grasos oli-  
gomerizados que pueden prepararse a partir de los ácidos  
grasos insaturados. Además de los ácidos grasos han de men-  
cionarse también ácidos alcoholbenzoicos, alcoholanilinas,  
tales como por ejemplo dodecilanilina y ácidos resínicos y  
15 los derivados que pueden prepararse a partir de ellos.

De los compuestos I se han acreditado para la pre-  
paración de los preparados pigmentarios según la invención  
especialmente las combinaciones de pigmento y compuestos I,  
en las que el sistema de anillo aromático del compuesto I  
20 está estructurado de manera igual o similar, como un sector  
parcial del sistema de anillo de la molécula orgánica del  
pigmento. Este principio de selección es explicado por me-  
dio de algunos ejemplos estructurales, sirviendo los ejem-  
plos estructurales solamente para ilustración y no signifi-  
25 cando de ningún modo restricción para las numerosas posibi-

1 lidades de combinación.

Se alcanzaron claras mejoras de las propiedades de preparados pigmentarios si en el caso de un pigmento rojo con la siguiente fórmula estructural

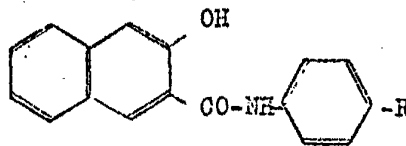
5



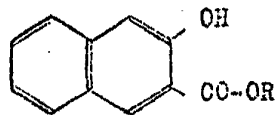
10

se añaden compuestos alcohilaromáticos con un anillo de naph taleno antes de, o durante, la preparación, tal como por ejemplo:

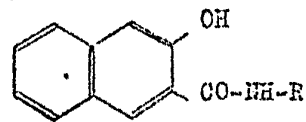
15



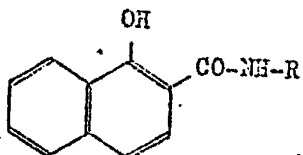
20



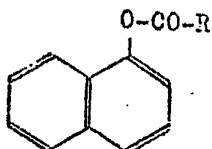
25



1



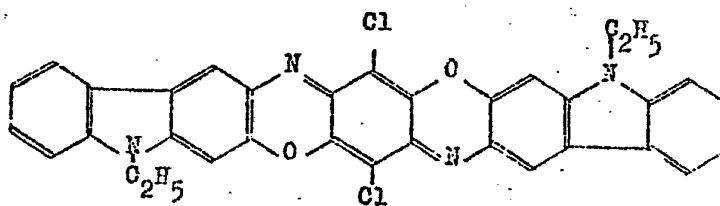
5



(R = radical hidrocarburo con 8 a 25 átomos de carbono).

En el caso de un pigmento violeta de la fórmula estructural

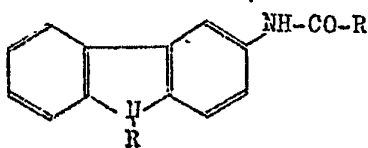
10



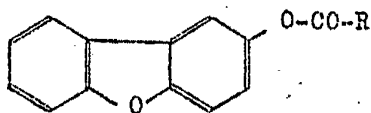
15

pueden utilizarse con éxito compuestos alcoholaromáticos con la siguiente estructura:

20



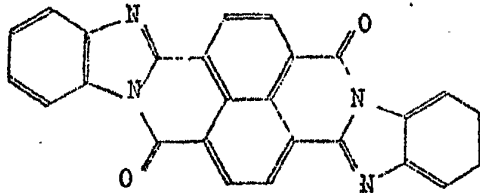
25



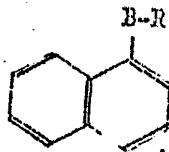
1 (R = radical hidrocarburo con 8 a 25 átomos de carbono,  
R' = H o radical alcohilo con 1 a 4 átomos de carbono).

En el caso de un pigmento naranja de la siguiente  
constitución

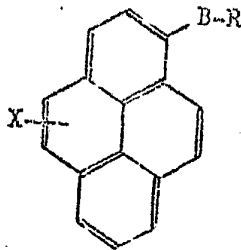
5



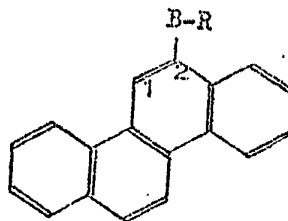
10 se han acreditado los compuestos alcohilaromáticos expues-  
tos:



15



20



25

1 (R = radical hidrocarburo con 8 a 25 átomos de carbono,  
B = grupo de unión bivalente tal como -NH-CO-, -CO-NH-,  
-CO-O-, -NH-CO-NH-, -CO-,  
5 X = H o un grupo funcional, tal como -NO<sub>2</sub>, -O-CH<sub>3</sub>).

5 El efecto de los compuestos I se basa probablen-  
te en la estructuración de capas de adsorción de estos com-  
puestos sobre las superficies de pigmentos, que impiden una  
aglomeración de las partículas de pigmentos. Condición pre-  
via para la estructuración de tales capas de adsorción es  
10 una buena accesibilidad de los sistemas de anillo aromáti-  
cos de las moléculas de pigmentos. Además, la adsorción de  
los compuestos I sobre la superficie de pigmentos puede ser  
afectada por medio de variación de los sustituyentes en el  
anillo aromático.

15 Preparados pigmentarios preferidos contienen refe-  
rido al pigmento 0,2 a 45% en peso, preferentemente 1 a 25%  
en peso de compuestos I. Estos preparados pigmentarios pue-  
den pasar a utilizarse en forma sólida, o pueden ser lleva-  
dos por medio de líquidos orgánicos a una forma desde líqui-  
da hasta pastosa, siendo posible una dilución en cualquier  
20 grado. Dispersiones pigmentarias preferidas contienen con  
elevado contenido de pigmentos y buenas propiedades reológi-  
cas, junto a pigmentos y compuestos I, 5 a 95% en peso de  
líquidos o soluciones orgánicas. El contenido de pigmentos  
25 de dispersiones preferidas puede oscilar, según la viscosi-

1 dad deseada, entre 1 y 70% en peso, preferentemente entre 5  
y 40% en peso. A diferencia de esto, preparados sólidos o  
pulverulentos preferidos contienen 70 a 99,8% en peso, pre-  
ferentemente 80 a 99% en peso, de pigmentos orgánicos.

5 Entre los líquidos orgánicos, que pueden emplear-  
se además de los compuestos I, se han acreditado los disol-  
ventes y líquidos, que se utilizan también en el sector de  
materiales sintéticos, de impresión y estampación y de pin-  
turas, y en los que son solubles los compuestos I. Como  
10 ejemplos de tales disolventes han de mencionarse:

Hidrocarburos aromáticos y alifáticos, tales como  
xileno, tolueno, éter de petróleo, trementina mineral, ci-  
clohexano, hidrocarburos halogenados, tales como cloruro de  
metileno, tricloroetileno, tricloroetano o clorobenceno, al-  
15 coholes, tales como etanol, butanol o ciclohexanol, ceto-  
nas, tales como etilmetilcetona o ciclohexanona, ésteres,  
tales como acetato de etilo y acetato de butilo, éteres y  
ésteres de glicoles, tales como etilglicol, butilglicol,  
etildiglicol, acetato de etildiglicol, hexildiglicol y ace-  
20 tato de etilenglicol, amidas de ácidos, tales como N-metil-  
pirrolidona y dimetilformamida, así como también mezclas de  
estos disolventes. Sin embargo pueden emplearse también  
aceites, tales como aceite de linaza, aceite de ricino y  
ácido oleico, o agentes plastificantes, tales como ftalato  
25 de dioctilo, ftalato de dibutilo y fosfato de trioleilo.

1 Los disolventes pueden contener también otras sustancias en  
solución o dispersión, por ejemplo aglutinantes, que se uti-  
lizan en sistemas de pinturas o de tintas para impresión o  
5 estampación, tales como resinas alquídicas, acrílicas, ni-  
trocelulósicas, urea-formaldehídicas, melamin-formaldehídi-  
cas y otras.

La aplicación de los compuestos I sobre los pig-  
mentos pueden efectuarse de manera sencilla mediante adi-  
ción de los compuestos I y eventualmente de los otros compo-  
10 nentes durante la preparación de los pigmentos o en un pro-  
ceso de acabado subsiguiente. La preparación de los prepara-  
dos pigmentarios puede efectuarse sin embargo también me-  
diante un proceso de dispersión, y combinarse con un trata-  
miento para la formación de la distribución de tamaños de  
15 partículas y/o de la estructura cristalina de los pigmen-  
tos.

Los procesos de dispersión y desmenuzamiento se  
efectúan en función de la dureza de granos del pigmento uti-  
lizado, de manera conocida, por ejemplo con agitadores de  
20 diente de sierra (disolvedores), molinos de rotor y esta-  
tor, mezcladores rápidos de turbulencia, molinos de bolas,  
de arena o de perlas, en equipos amasadores o en mezclado-  
res de rodillos. Las dispersiones desde líquidas hasta pas-  
tosas, preparadas de esta manera, contienen el pigmento en  
25 forma finamente distribuida y pueden emplearse para cualquier

1 Fin, para el que se utilizan usualmente dispersiones. Si las  
dispersiones contienen disolventes volátiles, éstos pueden  
secarse y molerse según las necesidades, pudiendo obtenerse  
5 pigmentos fácilmente dispersables, estables frente a la flo-  
culación.

Los preparados pigmentarios reivindicados son ade-  
cuados para pigmentar, teñir y colorear materiales natura-  
les y sintéticos. Son especialmente valiosos para la prepa-  
ración de pinturas y tintas para impresión y estampación,  
10 así como para colorear materiales sintéticos y materiales  
de elevado peso molecular.

Una forma de realización especialmente preferida  
de la invención la constituyen dispersiones pigmentarias  
que contienen adicionalmente agentes tensioactivos y agua  
15 y/o editivos que retardan la desecación. Tales dispersiones  
son adecuadas también para la pigmentación de sistemas hi-  
drófilos.

Como agentes tensioactivos son adecuadas todas  
las sustancias tensioactivas aniónicas, catiónicas y no ca-  
20 tiónicas conocidas; son preferidos compuestos aniónicos y  
no iónicos. Se han acreditado especialmente agentes tensio-  
activos que poseen uno o varios radicales de hidrocarburo  
de cadena de magnitud media o larga. Del gran número de es-  
tos compuestos han de mencionarse solamente algunos repre-  
25 sentantes seleccionados, tales como por ejemplo alcohilsul-

1 Patos, alcohol sulfonatos, alcohol fosfatos, alcohol benceno-  
sulfonatos, especialmente laurilsulfato, estearilsulfato,  
5 dodecilsulfonatos, octadecilfosfatos y dodecibencenosulfo-  
natos, productos de condensación de ácido graso y taurina o  
de ácido hidroxietansulfónico, productos de alcoxilación de  
alcohol fenoles, alcoholes grasos, aminas grasas, ácidos gra-  
10 sos y amidas de ácidos grasos, especialmente productos de  
reacción de nonilfenol, dodecilfenol, alcohol laurílico, al-  
coholes grasos de coco, alcohol estearílico, alcohol oleíli-  
co, aminas grasas de coco, aminas grasas de sebo, estearil-  
amina, oleilamina, ácidos grasos de coco, ácido esteárico o  
ácido oleico con 2 a 100 moles, preferentemente 5 a 30 mo-  
15 les de óxido de etileno, productos de reacción de alcohol fe-  
noles etoxilados y de alcoholes grasos con ácido clorosulfó-  
nico y oxiclорuros de fósforo. En cuanto a agentes tensioac-  
tivos catiónicos entran en consideración sales amónicas cua-  
ternarias, tales como cloruro de hexadeciltrimetilamonio y  
de cloruro de dodecilpiridinio. Los agentes tensioactivos  
mencionados pueden utilizarse solos o como mezclas.

20 Si para la preparación de las dispersiones pigmentarias según la invención se emplean compuestos I y agentes tensioactivos con los mismos radicales o con los radicales alifáticos más similares que sean posibles, se obtienen dispersiones con propiedades especialmente buenas.

25 Como aditivos a las dispersiones pigmentarias que

1 Impiden o retardan la desecación de dichas dispersiones  
pigmentarias, son adecuados especialmente aquellos que son  
total o limitadamente miscibles con agua, tales como por  
ejemplo glicoles, glicoléteres, alcoholes polivalentes y  
5 amidas de ácidos, especialmente etilenglicol, propilengli-  
col, butilenglicol, hexilenglicol, dietilenglicol, dipropil-  
englicol, polietilenglicoles, polipropilenglicoles, etildi-  
glicol, glicerina, trimetilolpropano, formamida, y N-metil-  
pirrolidona. Estos aditivos pueden utilizarse solos o en  
10 mezcla entre sí o con agua.

Dispersiones pigmentarias preferidas, que contie-  
nen agentes tensioactivos, contienen, referido al peso, 5 a  
60% de pigmento, 0,1 a 7%, preferentemente 1 a 5%, de com-  
puestos I, 3 a 30%, preferentemente 5 a 20% de agentes ten-  
15 sioactivos aniónicos, catiónicos o no catiónicos, así como  
40 a 80% de agua y/o aditivos que retardan la desecación.  
Además las dispersiones pigmentarias contienen agentes de  
conservación y sustancias reductoras de la formación de es-  
puma.

20 Las dispersiones pigmentarias que contienen agen-  
tes tensioactivos se distinguen frente a dispersiones pig-  
mentarias habituales además por una excelente estabilidad  
frente a la floculación en numerosas pinturas en dispersión  
acuosas y especialmente en dispersiones de materiales sinté-  
25 ticos que contienen éteres celulósicos. Si para su prepara-

1 ción se emplean agentes tensioactivos, que son compatibles  
con sistemas de aglutinantes hidrófilos o hidrófobos, pue-  
den prepararse en medios hidrófobos e hidrófilos dispersio-  
nes pigmentarias estables frente a la floculación. Estos  
5 preparados permiten desarrollar durante el proceso de dis-  
persión todo el poder colorante y brillo inherente de los  
pigmentos y estabilizarlos en las dispersiones pigmentarias  
a lo largo de prolongados tiempos en almacenamiento. Además  
las dispersiones pigmentarias propiamente dichas poseen in-  
10 cluso con un elevado contenido de pigmento propiedades reo-  
lógicas excelentes, así como una aptitud para distribución  
especialmente fácil en los medios de utilización más diver-  
sos.

15 Del gran número de pinturas y tintas para impre-  
sión y estampación, así como de materiales sintéticos se se-  
leccionan 5 medios para ilustrar la idoneidad de los prepa-  
rados pigmentarios reivindicados. Sin embargo, esta selec-  
ción no significa ninguna restricción para las numerosas po-  
sibilidades de utilización en el sector de pinturas, impre-  
20 sión, estampación y materiales sintéticos.

A) Pasta para recubrimiento a base de poli(cloru-  
ro de vinilo), que contiene 1 parte de pigmento de rutilo es-  
tabilizado, 59,3 partes de un poli(cloruro de vinilo) en  
emulsión empastable con un índice K según DIN 53 726 de 72  
25 ((R)Hostalit P), 39,6 partes de ftalato de dioctilo y 0,1

1 partes de estabilizador.

5 B) Pintura para fachadas a base de un copolímero de viniltolueno y acrilato, que contiene 15 partes de pigmento de rutilo estabilizado, 34 partes de pigmentos de carga (predominantemente dolomita) 7 partes de un copolímero a base de acrilato y viniltolueno usual en el comercio, adecuado para pinturas de fachadas (<sup>(R)</sup>Pliolite VTAC-L), 14 partes de una solución al 10% de un copolímero a base de acrilato y viniltolueno, modificado, adecuado para pinturas de fachadas, usual en el comercio (Pliolite AC-3) en una mezcla de hidrocarburos aromáticos y alifáticos, así como 30 partes de una mezcla de agentes estabilizantes, cloroparafina y trementina mineral.

15 C) Barniz a base de resina alquídica de secado al aire, que contiene 30 partes de pigmento de rutilo estabilizado, 37,5 partes de resinas alquídicas largas en aceite a base de ácidos grasos vegetales, 32,5 partes de una mezcla de sustancias secantes, agentes estabilizantes, trementina mineral y aceite cristalino.

20 D) Pintura de dispersión a base de poli(acetato de vinilo), que contiene 20 partes de pigmento de rutilo estabilizado, 24 partes de pigmentos de carga (predominantemente dolomita), 40 partes de dispersión de poli(acetato de vinilo) (<sup>(R)</sup>Mowilith DM2HB) adecuada para pinturas de dispersión, usual en el comercio, y 0,16 partes de una me-

25

1 tilhidroxiethylcelulosa, que en una solución acuosa al 2% tiene a 20°C una viscosidad media de 2 Pas. Las restantes 15,84 partes corresponden a agua y a los usuales agentes estabilizantes.

5 E) Pintura de dispersión a base de resina acrílica, que contiene 20 partes de pigmento de rutilo estabilizado, 24 partes de pigmentos de carga (predominantemente dolomita), 40 partes de dispersión de resina acrílica (<sup>(R)</sup>Rhoplex AC 34), usual en el comercio, adecuada para  
10 pinturas de dispersión, así como 0,33 partes de una metilhidroxiethylcelulosa, que en solución acuosa al 2% tiene a 20°C una viscosidad media de 4 Pas. Las restantes 15,67 partes corresponden a agua y a los usuales agentes estabilizantes.

15 Para la comprobación de la idoneidad, los preparados pigmentarios líquidos, descritos en los ejemplos siguientes, se mezclan agitando con un agitador de paletas durante 5 minutos a 1.800 vueltas/minuto en uno o varios de los medios de ensayo. Dispersiones pigmentarias que con  
20 tienen agentes tensioactivos se mezclan agitando durante 3 minutos a mano con una varilla de vidrio, que está provista con una caperuza de caucho vulcanizado, en los medios de ensayo B a E. Preparados pigmentarios sólidos, si no se indica otra cosa, se mezclan agitando con un agitador de  
25 dicte de sierra (disolvedor) durante 30 minutos a una ve-

1 -locidad periférica de 24 metros/segundo en uno de los me-  
dios de ensayo. La concentración del preparado pigmenta-  
rio se elige de tal manera que en el medio de ensayo colo-  
reado A se obtiene una proporción de pigmento de  $TiO_2$  y  
5 pigmento de color de 25:1 y en el medio de ensayo B a E de  
50:1. A continuación se aplica el medio de ensayo sobre  
cartón estucado con un aparato extendedor de película.

Para la comprobación de la aptitud para distribu-  
ción o de la estabilidad frente a la floculación, en el ca-  
10 so de los medios de ensayo B a E una parte de la película  
se frota posteriormente con un pincel o con el dedo des-  
pués de una breve desecación. Si el preparado pigmentario  
sólo puede distribuirse difícilmente en el medio de ensayo  
o ha tenido lugar durante la mezcla con agitación un proce-  
15 so de floculación, se desaglomeran por lo menos en parte  
partículas de pigmentos aglomeradas mediante las fuerzas  
de cizallamiento ejercidas sobre la película. La superfi-  
cie frotada posteriormente está coloreada a continuación  
más vigorosamente que la superficie no tratada posterior-  
20 mente. Este ensayo de frotamiento es adecuado como método  
de ensayo sencillo para preparados pigmentarios.

En los ejemplos siguientes, las partes signifi-  
can partes en peso.

Ejemplo 1 a

25 En un amasador de artesa doble se amasan durante

1 1 hora 205 partes de C.I. Pigment Orange 43 (Colour Index  
nº 71.105) juntamente con 40 partes de N-3-pirenil-oleami-  
da y 185 partes de ftalato de dioctilo y a continuación se  
5 diluyen con 570 partes de ftalato de dioctilo para formar  
un preparado pigmentario capaz de fluir. Si este preparado  
se mezcla agitando en el medio de ensayo A, se aplica so-  
bre cartón brillante y se calienta durante 5 minutos a  
160°C, se obtiene una coloración brillante de color muy in-  
tenso.

10 Ensayo comparativo 1 b

Si en el ejemplo 1 a, las 40 partes de N-3-pire-  
nil-oleamida se reemplazan por 40 partes de ftalato de  
dioctilo, se obtienen coloraciones más turbias, que poseen  
un poder colorante esencialmente menor.

15 Ejemplo 2

Según el ejemplo 1 a se produce un preparado pig-  
mentario que contiene los siguientes componentes:

200 partes de C.I. Pigment Orange 43 (Colour In-  
dex nº 71.105), 30 partes de N-3-pirenil-oleamida y 770  
20 partes de fosfato de trioleilo. Este preparado pigmentario  
con buena capacidad para fluir puede distribuirse muy fá-  
cilmente en el medio de ensayo B. La superficie de la colo-  
ración frotada posteriormente no manifiesta ningún poder  
colorante más elevado que la superficie no tratada.

25 Ejemplo 3 a

1 Según el ejemplo 1 a se produce un preparado pigmentario que contiene los siguientes componentes:

5 138 partes de C.I. Pigment Orange 43 (Colour Index nº 71.105), 20 partes de N-3-pirenil-oleamida y 842 partes de un aducto de 2 moles de óxido de etileno con 1 mol de hexanol-(1). Si se mezcla agitando este preparado pigmentario capaz de fluir en el medio de ensayo B, se obtienen coloraciones de color intenso, que al frotarse posteriormente sólo permiten reconocer un aumento muy pequeño de poder colorante.

10 Ensayo comparativo 3 b

Si en el ejemplo 3 a, las 20 partes de N-3-pirenil-oleamida son reemplazadas por 20 partes de un aducto de 2 moles de óxido de etileno con 1 mol de hexanol-(1), se obtiene un preparado que puede distribuirse esencialmente peor en el medio de ensayo B, y sus coloraciones tienen un poder colorante claramente menor.

15 Ejemplo 4 a

20 100 partes de C.I. Pigment Orange 43 (Colour Index nº 71.105) se mezclan agitando en porciones en una solución de 10 partes de N-3-pirenil-oleamida en 890 partes de etanol. Esta mezcla se dispersa en un molino de bolas con mecanismo agitador con bolas de silicuarcita de 1 mm, hasta que se alcanza una finura de granos de  $<5 \mu$ . A continuación se seca esta dispersión a 50°C y se muele. Si el

25

1 -preparado pigmentario obtenido de esta manera se mezcla  
agitando con un disolventor en el medio de ensayo C, se ob-  
tienen ya después de un tiempo de agitación de 10 minutos  
coloraciones de color muy intenso sin motas y brillantes.  
5 Ni mediante frotamiento posterior de la película fácilmen-  
te desecada ni mediante una dispersión posterior subsi-  
guiente de 60 minutos de duración del medio de ensayo colo-  
reado en un molino puede aumentarse aún más el poder colo-  
rante.

10 Ensayo comparativo 4 b

Si en el ejemplo 4 a, las 10 partes de N-3-pire-  
nil-oleamida son reemplazadas por 10 partes de etanol, se  
obtiene un preparado pigmentario que con un disolventor só-  
lo puede distribuirse de manera extremadamente mala en el  
15 medio de ensayo C. Las coloraciones de color muy débil per-  
miten reconocer numerosas motas, que son provocadas por  
aglomerados no desmenuzados. La superficie frotada poste-  
riormente está coloreada de forma esencialmente más vigorosa  
que la superficie no tratada. Incluso después de una  
20 dispersión posterior, de 60 minutos de duración, del medio  
coloreado en un molino, las coloraciones tienen todavía al-  
gunas motas y un poder colorante claramente menor que las  
coloraciones del ejemplo 4 a.

Ejemplo 5 a

25 De igual manera a como en el ejemplo 4 a se pro-

1     duce un preparado pigmentario que contiene los siguientes  
componentes:

5             100 partes de C.I. Pigment Orange 43 (Colour In-  
dex nº 71.105), 10 partes de N-3-pirenil-lauramida y 890  
partes de butanol-(1). Esta dispersión puede incorporarse  
fácilmente en el medio de ensayo C, obteniéndose coloracio-  
nes brillantes, de color muy intenso, cuyo poder colorante  
no aumenta más al frotar de modo posterior. Si se seca y  
muele esta dispersión, se obtiene un preparado pigmentario  
10     en forma de polvo, que posee tan buenas propiedades como  
las del ejemplo 4 a.

Ejemplo 5 b

15             Se obtienen resultados casi tan buenos, si en el  
ejemplo 5 a se reemplazan 10 partes de N-3-pirenil-laurami-  
da por 10 partes de un producto de condensación de 1 mol  
de sulfocloruro de 3-pireno y 1 mol de oleilamina o un pro-  
ducto de condensación de 1 mol de 3,8-diaminopireno y 2 mo-  
les de cloruro de ácido oleico.

Ejemplo 6 a

20             Según el ejemplo 4 a se produce un preparado pig-  
mentario a base de los siguientes componentes:

25             100 partes de C.I. Pigment Orange 43 (Colour In-  
dex nº 71.105), 10 partes de amida de ácido N-oleil-piren-  
-3-carboxílico y 890 partes de acetato de n-butilo. El pre-  
parado pigmentario en forma de polvo, desecado y molido,

1 puede incorporarse fácilmente en el medio de ensayo C con  
un disolventor y conduce a coloraciones brillantes de color  
intenso, en las que las zonas frotadas posteriormente no  
manifiestan ningún poder colorante superior frente a la co  
5 loración no frotada.

Se obtienen resultados tan buenos, si análogamen  
te al ejemplo 6 a se producen preparados pigmentarios pul  
verulentos a base de las siguientes sustancias de partida:

10 Ejemplo 6 b

100 partes de C.I. Pigment Orange 43 (Colour In-  
dex nº 71.105), 10 partes de un derivado de pireno, que  
lleva en la posición 3 un radical  $-\text{NH}-\text{CO}-\text{CH}_2-\text{N}(\text{CH}_3)-\text{CO}-$   
-oleilo, y 890 partes de butanona-(2).

15

Ejemplo 6 c

100 partes de C.I. Pigment Orange 43 (Colour In-  
dex nº 71.105), 10 partes de un producto de condensación  
de 3-amino-pireno y ácido ricinolístico y 890 partes de buta-  
20 nol.

20

Ejemplo 7 a

100 partes de C.I. Pigment Orange 43 (Colour In-  
dex nº 71.105) se incorporan en porciones en una solución  
de 10 partes de un producto de condensación de 1 mol de  
25

25

1 3-aminopireno y 1 mol de ácido graso de ricino\* en 890  
partes de butilglicol y a continuación se dispersan en un  
molino de bolas con mecanismo agitador con bolas de sili-  
cuarcita de 1 mm, hasta que se obtiene una finura de gra-  
5 nos  $<5 \mu$ . La dispersión con buena capacidad para fluir pue  
de mezclarse fácilmente agitando en el medio de ensayo C,  
obteniéndose coloraciones brillantes, de color intenso, cu  
yas superficies frotadas posteriormente están coloreadas  
sólo un poco más vigorosamente que las superficies no tra-  
10 tadas.

#### Ejemplo 7 b

Se obtiene un preparado pigmentario con propieda  
des tan buenas como en el ejemplo 7 a, si según el ejemplo  
7 a se prepara una dispersión a base de los siguientes com-  
15 ponentes:

100 partes de C.I. Pigment Orange 43 (Colour In-  
dex nº 71.105), 10 partes de N-octadecil-N'-3-pirenil-urea  
y 890 partes de etilglicol.

#### Ejemplo 7 c

20 Se obtienen resultados de ensayo todavía mejores,  
si, tal como en el ejemplo 7 a, se produce un preparado pig

\*) En la reacción de condensación, que conduce al correspon-  
diente compuesto I, reaccionan los radicales de ácidos gra-  
sos entre sí mediante formación de aductos, de tal manera  
que en el producto de reacción utilizado los radicales de  
ácidos grasos están unidos por lo menos parcialmente entre  
25 sí.

1 pigmentario a base de 100 partes de C.I. Pigment Orange 43 (Colour Index nº 71.105), 10 partes de N-(8-nitro-3-pirenil)-oleamida y 890 partes de xileno.

Ejemplo 7 d

5. Propiedades comparables con el ejemplo 7 c las posee una dispersión, que se prepara análogamente al ejemplo 7 a y que junto a 100 partes de C.I. Pigment Orange 43 (Colour Index nº 71.105) contiene 10 partes de N-1-naftil-oleamida y 890 partes de éter de petróleo (intervalo de ebullición 60 a 90°C).

Ejemplo 8

15 Según el ejemplo 7 a se produce un preparado pigmentario a base de 100 partes de C.I. Pigment Orange 43 (Colour Index nº 71.105), 10 partes de N-2-crisenil-cleamida y 890 partes de 1,1,1-tricloroetano. La dispersión con buena capacidad de fluir puede mezclarse fácilmente agitando en el medio de ensayo B, obteniéndose coloraciones brillantes, de color intenso. Las superficies frotadas posteriormente no manifiestan ningún poder colorante superior frente a las superficies no tratadas.

Ejemplo 9

20 Según el ejemplo 7 a se prepara una dispersión pigmentaria a base de 150 partes de C.I. Pigment Orange 43 (Colour Index nº 71.105), 15 partes de un producto de condensación de 3-aminopireno y ácido nafténico y 835 partes

1 de xileno. El preparado pigmentario capaz de fluir conduce en el medio de ensayo C a coloraciones brillantes, de color intenso, cuyo poder colorante sólo puede aumentarse imperceptiblemente mediante raspado posterior.

5 Ejemplo 10

Análogamente al ejemplo 7 a se produce un preparado pigmentario a base de 10 partes de 2,9-dimetil-quinacridona, 10 partes de un producto de condensación a base de 1 mol de la sal sódica de ácido 1-amino-naftalen-4-sulfónico y 1 mol de cloruro de ácido oleico y 890 partes de N-metil-pirrolidona. La dispersión pigmentaria con buena capacidad de fluir y ligeramente tixótrona puede mezclarse muy fácilmente agitando en los medios de ensayo B y C. En este caso se obtienen coloraciones brillantes de color muy intenso cuyo poder colorante no puede aumentarse mediante frotamiento posterior.

15 Ejemplo 11

De igual manera a como en el ejemplo 7 a se prepara una dispersión a base de 100 partes de C.I. Pigment Yellow 83 (Colour Index nº 21.108), 10 partes de un producto de reacción de 1 mol de 3,3'-dicloro-4,4'-diamino-difenilo con 1 mol de cloruro de acetilo y 1 mol de cloruro de ácido oleico, 80 partes de dimetilformamida y 810 partes de etanol. La dispersión capaz de fluir puede mezclarse muy fácilmente agitando en el medio de ensayo B. Las coloraciones ma

1 nifiestan un poder colorante elevado y brillo inherente.  
Las zonas frotadas posteriormente no permiten reconocer nin-  
gún poder colorante superior frente a las superficies no  
tratadas.

5 Ejemplo 12

150 partes de C.I. Pigment Violet 23 (Colour In-  
dex nº 51.319), que ha sido modificado en el acabado con 7%  
en peso de N-(9-etil-3-carbazil)-oleamida, se amasan junta-  
mente con 90 partes de ftalato de dioctilo durante 1 hora  
10 en un amasador de doble artesa y a continuación se diluyen  
con 760 partes de ftalato de dioctilo para formar un prepa-  
rado pigmentario capaz de fluir. Si se mezcla este prepara-  
do agitando en el medio de ensayo A, se extiende sobre car-  
tón brillante y se calienta a 160°C durante 5 minutos, se  
15 obtiene una coloración brillante, de color muy intenso.

Ejemplo 13 a

Según el ejemplo 7 a se produce un preparado pig-  
mentario a base de 100 partes de C.I. Pigment Violet 23 (Co-  
lour Index nº 51.319), 10 partes de un producto de condensa-  
20 ción de óxido de 3-hidroxi-difenileno y cloruro de ácido  
oleico y 890 partes de butanol. La dispersión con buena ca-  
pacidad de fluir puede mezclarse fácilmente agitando en el  
medio de ensayo C y conduce a coloraciones brillantes, de  
25 color intenso, cuyas superficies frotadas posteriormente só-  
lo están coloreadas un poco más intensamente que las super-

1 ficias no tratadas posteriormente.

Ejemplo 13 b

5 Se obtiene una dispersión con propiedades todavía mejores, si en el ejemplo 13 a se reemplazan 10 partes del producto de condensación de óxido de 3-hidroxi-difenileno y cloruro de ácido oleico por 10 partes de N-(9-etil-3-carbazil)-oleamida.

Ejemplo 14 a

10 De igual manera a como en el ejemplo 7 a se prepara una dispersión pigmentaria a base de 150 partes de C.I. Pigment Red 112 (Colour Index nº 12.370), 15 partes de amida de ácido N-oleil-2-hidroxi-2-naftoico y 835 partes de butanol. Esta dispersión posee buenas propiedades reológicas y una capacidad fácil de distribución en el medio de ensayo C. La superficie frotada posteriormente de la coloración de color intenso sólo está coloreada un poco más intensamente que la superficie no tratada posteriormente.

15 Ejemplo 14 b

20 Se obtienen dispersiones con propiedades tan buenas, si en el ejemplo 14 a se reemplazan 15 partes de amida de ácido N-oleil-2-hidroxi-3-naftoico por la misma cantidad de productos de condensación de ácido 2-hidroxi-3-naftoico y dodecilanilina o alcohol oleílico, o de ácido 1-hidroxi-2-naftoico y oleilamina o de 1-naftol y cloruro de ácido 25 oleico.

1 Ejemplo 15

200 partes de C.I. Pigment Orange 43 (Colour Index nº 71.105) se amasan durante 1 hora en cada caso con 35 partes de compuestos de pireno, que llevan en la posición 3 los sustituyentes descritos en la tabla siguiente y aproximadamente 130 partes de en total 180 partes de un aducto de 10 moles de óxido de etileno con 1 mol de nonilfenol. Estas masas amasadas se diluyen a continuación con las partes restantes del aducto de 10 moles de óxido de etileno con 1 mol de nonilfenol, 385 partes de etilenglicol, 198 partes de agua y 2 partes de agente de conservación para formar dispersiones pigmentarias, cuyas propiedades están expuestas igualmente en la tabla siguiente. A las propiedades reológicas de las dispersiones así como a las estabilidades frente a la floculación en los medios de ensayo se asignan calificaciones de 1 a 6: 1 = excelente, 2 = muy bien, 3 = bien, 4 = regular, 5 = mal, 6 = muy mal.

20

25

20048

Ejemplo n.º 15	Sustituyentes en el anillo de pireno	Propiedades reológicas de la dispersión pigmentaria	Estabilidad frente a la floculación en el medio E	Estabilidad frente a la floculación en el medio C
a	-NH-CO-laurilo	4 (tixótropo)	3	3
b	-NH-CO-estearilo	3 (ligeramente tixótropo)	2	3
c	-NH-CO-oleilo	1	1	2
d	-NH-CO-erucilo	3 (ligeramente tixótropo)	2	2
e	-NH-CO-(radical de ácido nafténico)*	1	1	2
f	-NH-CO-(radical de ácidos grasos de aceite de linaza)*	2	1	2
g	-NH-CO-(radical de ácidos grasos de ricino)*	1	1	2
h	-NH-CO-(radical de ácidos grasos de aceite de pino)*	1	1	3
i	-NH-CO-(radical de ácidos grasos de aceite de ricino)*	2	1	3
k	-NH-CO-(radical de ácidos grasos de coco)*	3 (ligeramente tixótropo)	1	3
l	-NH-CO-sebacilo	3 (ligeramente tixótropo)	3	3
m	-NH-CO-CH <sub>2</sub> -N(CH <sub>3</sub> )-CO-oleilo	1	1	3
n	-NH-CO-NH-octadecilo	4 (tixótropo)	2	3

Ejemplo nº 15	Sustituyentes en el anillo de pireno	Propiedades reológicas de la dispersión pigmentaria	Estabilidad frente a la floculación en el medio E	Estabilidad frente a la floculación en el medio C
o	-CO-estearilo	3 (ligeramente tixótropro)	2	3
p	-CO-NH-oleilo	1	2	2
q	-CO-O-oleilo	2	2	3
r	3-NH-CO-oleilo y 8-NO <sub>2</sub>	4 (ligeramente tixótropro)	2	2
s	3-NH-CO-oleilo y 8-NH-CO-oleilo	1	1	2
t	--NH <sub>2</sub>	5 (tixótropro)	5	5

\* Los radicales hidrocarburos alifáticos de las mezclas naturales de ácidos grasos se designan en la tabla brevemente como radicales de ácidos grasos. En las reacciones de ácidos grasos insaturados para formar los correspondientes compuestos alcoholaromáticos pueden resultar productos cuyos radicales de ácidos grasos están unidos entre sí mediante una formación de aductos. Esta formación de aductos aparece principalmente en los derivados que contienen un radical de ácidos grasos de aceite de pino, de ricino o de aceite de linaza.

1 Si en el ejemplo 15 c se reemplazan 35 partes del  
compuesto de pirono por 35 partes de una mezcla de 3-amino-  
pireno y ácido oleico en la proporción molar de 1:1 o por  
5 35 partes de ácido oleico o por 35 partes de etilenglicol,  
se obtienen dispersiones que poseen estabilidades frente a  
la floculación y propiedades reológicas tan malas como la  
dispersión del ejemplo 15 t.

En el caso de las coloraciones del ejemplo 15 el  
poder colorante y el brillo inherente aumentan según las es-  
10 tabilidades a la floculación y alcanzan su máximo en los  
ejemplos 15 c a 15 g.

#### Ejemplo 16

200 partes de C.I. Pigment Orange 43 (Colour In-  
dex n<sup>o</sup> 71.105) se amasan durante 1 hora con 40 partes de  
15 N-2-crisenil-oleamida, 100 partes de la sal sódica de un  
producto de condensación de ácido oleico y metiltaurina, 20  
partes de lauril-sulfato de sodio, 180 partes de etilengli-  
col y 80 partes de agua y después de esto se diluyen con  
260 partes de etilenglicol, 118 partes de agua y 2 partes  
20 de agente de conservación para formar una dispersión pigmen-  
taria con buena capacidad para fluir, que posee una buena  
estabilidad frente a la floculación en los medios de ensayo  
B y C.

#### Ejemplo 17

25 200 partes de C.I. Pigment Orange 43 (Colour In-

1 dex nº 71.105) se dispersan durante 1 hora en la amasadora  
de doble artesa con adición de 30 partes de N-2-crisenil-  
-oleamida y 120 partes de un aducto de 8 moles de óxido de  
etileno con 1 mol de alcohol oleílico. A continuación el ma-  
5 terial amasado se diluye mediante adición de 40 partes de  
un aducto de 8 moles de óxido de etileno con 1 mol de alco-  
hol oleílico, 410 partes de etilenglicol, 198 partes de  
agua y 2 partes de agente de conservación para formar una  
dispersión con buena capacidad para fluir, que no manifies-  
10 ta ni los mínimos fenómenos de floculación al mezclarse agi-  
tando en los medios de ensayo D y B. Las coloraciones se  
distinguen por un brillo inherente y un poder colorante ele-  
vados.

Se obtienen resultados casi tan buenos, si en el  
15 ejemplo 17 se reemplazan 160 partes del aducto de 8 moles  
de óxido de etileno con 1 mol de alcohol oleílico por 55  
partes de un aducto de 5 moles de óxido de etileno con 1  
mol de alcohol oleílico y 105 partes de un aducto de 15 mo-  
les de óxido de etileno con 1 mol de alcohol estearílico o  
20 por 160 partes de un aducto de 10 moles de óxido de etileno  
con 1 mol de oleilamina, o si se reemplazan 410 partes de  
etilenglicol por 410 partes de propilenglicol. Si, en cam-  
bio, 30 partes de N-2-crisenil-oleamida se reemplazan por  
30 partes de un aducto de 8 moles de óxido de etileno con 1  
25 mol de alcohol oleílico, se obtiene una dispersión con ma-

1 Las propiedades de fluidez, que manifiesta claros fenómenos de floculación al mezclarse agitando en los medios D y B, y cuyas coloraciones son claramente de color más débil y más turbias que las del ejemplo 17.

5 Ejemplo 18

Según el ejemplo 17 se prepara una dispersión a base de los siguientes componentes:

- 200 partes de C.I. Pigment Orange 43 (Colour Index nº 71.105),
- 10 35 partes de N-1-naftil-oleamida,
- 180 partes de un aducto de 10 moles de óxido de etileno con 1 mol de alcohol oleílico,
- 385 partes de etilenglicol,
- 198 partes de agua y
- 15 2 partes de agente de conservación.

Esta dispersión se distingue por buenas propiedades reológicas, muy buena estabilidad a la floculación en los medios de ensayo D y E y por coloraciones brillantes, de color intenso.

20 Ejemplo 19

En una amasadora de doble artesa se amasan durante 1 hora 200 partes de C.I. Pigment Violet 23 (Colour Index nº 51.319) con 20 partes de un producto de condensación de óxido de 3-hidroxi-difenileno y cloruro de ácido oleico y 135 partes de un aducto de 10 moles de óxido de etileno

1 con 1 mol de alcohol oleílico, y a continuación se diluyen  
con 25 partes de un aducto de 10 moles de óxido de etileno  
con 1 mol de alcohol oleílico, 420 partes de etilenglicol,  
5 198 partes de agua y 2 partes de agente de conservación pa-  
ra formar una dispersión con buena capacidad para fluir,  
que posee buenas estabilidades frente a la floculación en  
los medios de ensayo D y E.

Se obtienen dispersiones con propiedades todavía  
mejores, si en el ejemplo 19 se reemplazan 20 partes del  
10 producto de condensación de óxido de 3-hidroxi-difenileno y  
de cloruro de ácido oleico por productos de condensación de  
2-amino-carbazol o 3-amino-carbazol y cloruro de ácido olei-  
co.

#### Ejemplo 20

15 315 partes de C.I. Pigment Violet 23 (Colour In-  
dex nº 51.319), al que se ha añadido durante el acabado 10%  
en peso de N-(9-etil-3-carbazil)-oleamida, se mezclan en  
porciones agitando en una solución de 60 partes de un aduc-  
to de 100 moles de óxido de etileno con 1 mol de nonilfenol,  
20 60 partes de un aducto de 30 moles de óxido de etileno con  
1 mol de nonilfenol, 280 partes de formamida, 283 partes de  
agua y 2 partes de agente de conservación. Esta mezcla se  
muele en un molino de bolas con mecanismo agitador con bolas  
de silicuarcita de 1 mm, hasta que se alcanza una finura de  
25 granos  $< 2 \mu$ . La dispersión obtenida de esta manera se dis-  
tingue por propiedades reológicas y estabilidades frente a

1 la floculación muy buenas en los medios de ensayo D y E.

Ejemplo 21

5 En una amasadora de doble artesa se dispersan durante 1 hora 270 partes de C.I. Pigment Violet 23 (Colour Index nº 51.319), al que se ha añadido durante el acabado 10% en peso de N-(9-etil-3-carbazil)-oleamida, con 80 partes de un aducto de 15 moles de óxido de etileno con 1 mol de para-bencil-orto-fenilfenol, 20 partes de la sal sódica del semiéster de ácido sulfúrico de un aducto de 5 moles de  
10 óxido de etileno con 1 mol de nonilfenol, 30 partes de glicerina y 20 partes de agua. Esta masa amasada se diluye después de esto con 80 partes de glicerina, 210 partes de etilenglicol, 288 partes de agua y 2 partes de agente de conservación para formar una dispersión que posee propiedades reo-  
15 lógicas excelentes y estabilidades frente a la floculación muy buenas en los medios de ensayo D y E.

Ejemplo 22

20 Según el ejemplo 21 se prepara una dispersión que contiene los componentes siguientes: 250 partes de C.I. Pigment Violet 23 (Colour Index nº 51.319), al que se ha añadido durante el acabado 10% en peso de N-(9-etil-3-carbazil)-oleamida, 90 partes de un aducto de 15 moles de óxido de etileno con 1 mol de alcohol oleílico, 280 partes de etilenglicol, 90 partes de hexilenglicol, 288 partes de agua y 2  
25 partes de agente de conservación. Esta dispersión posee ex-

1 celentes propiedades reológicas y estabilidades frente a la  
floculación en los medios de ensayo D y E. Además, las colo-  
raciones se distinguen por elevados poderes colorantes y  
brillo inherente.

5 Ejemplo 23

300 partes de C.I. Pigment Yellow 83 (Colour In-  
dex nº 21.108) se amasan en una amasadora de doble artesa  
con 20 partes de un producto de reacción de 1 mol de 3,3'-  
10 -dicloro-4,4'-diamino-difenilo con 1 mol de cloruro de ace-  
tilo y 1 mol de cloruro de ácido oleico, 40 partes de N-me-  
tilpirrolidona, 100 partes de un aducto de 10 moles de óxi-  
do de etileno con 1 mol de alcohol oleílico y 90 partes de  
etilenglicol y después de esto se diluyen con 180 partes de  
15 etilenglicol, 268 partes de agua y 2 partes de agente de  
conservación. La dispersión preparada de esta manera, con  
buena capacidad para fluir y ligeramente tixótrona posee  
una estabilidad frente a la floculación muy buena en los me-  
dios de ensayo D y B.

Se obtienen resultados tan buenos, si en el ejem-  
20 plo 23 se reemplazan 20 partes del producto de reacción de  
1 mol de 3,3'-dicloro-4,4'-diamino-difenilo por 1 mol de  
cloruro de acetilo y 1 mol de cloruro de ácido oleico con  
20 partes de un producto de reacción de 1 mol de 3,3'-dime-  
til-4,4'-diamino-difenilo con 1 mol de cloruro de acetilo y  
25 1 mol de cloruro de ácido oleico y 270 partes de etilengli-

1 col con 270 partes de dietilenglicol.

Ejemplo 24

5 En una amasadora de doble artesa se amasan duran-  
te 1 hora 180 partes de 2,9-dimetilquinacridona con 40 par-  
tes de un producto de condensación de la sal sódica de áci-  
do 1-naftilamin-4-sulfónico y cloruro de ácido oleico, 40  
partes de un aducto de 10 moles de óxido de etileno con 1  
mol de alcohol oleílico y 40 partes de dietilenglicol. La  
masa amasada se diluye mediante adición de 80 partes de un  
10 aducto de 10 moles de óxido de etileno con 1 mol de alcohol  
oleílico, 320 partes de dietilenglicol, 298 partes de agua  
y 2 partes de agente de conservación para formar una disper-  
sión con muy buena capacidad para fluir, ligeramente tixó-  
tropa, que posee una estabilidad frente a la floculación  
buena en el medio de ensayo C y excelente en el medio de en-  
15 sayo D y conduce a coloraciones brillantes y de color inten-  
so.

Ejemplo 25

20 400 partes de C.I. Pigment Blue 15:3 (Colour In-  
dex n.º 74.160) se amasan durante 1 hora juntamente con 20  
partes de N-(9-etil-3-carbazil)oleamida, 100 partes de un  
aducto de 10 moles de óxido de etileno con 1 mol de alcohol  
oleílico, 20 partes de la sal sódica de ácido dodecibenze-  
nosulfónico y 85 partes de etilenglicol y después de esto  
25 se diluyen con 175 partes de etilenglicol, 198 partes de

1 agua y 2 partes de agente de conservación. De esta manera  
se obtiene una dispersión con buenas propiedades reológicas.  
Las coloraciones brillantes y de color intenso manifiestan  
en el medio de ensayo C una estabilidad frente a la flocula  
5 ción buena y en el medio de ensayo E una excelente.

#### Ejemplo 26

Según el ejemplo 25 se prepara una dispersión que  
contiene los siguientes componentes:

10 400 partes de C.I. Pigment Red 112 (Colour Index  
nº 12.370), 20 partes de un producto de condensación de 1  
mol de ácido 2-hidroxi-3-naftoico y 1 mol de oleilamina,  
100 partes de un aducto de 10 moles de óxido de etileno con  
1 mol de alcohol oleílico, 240 partes de etilenglicol, 238  
partes de agua y 2 partes de agente de conservación. Esta  
15 dispersión se distingue por propiedades de fluidez muy buenas,  
elevada estabilidad a la floculación en los medios de  
ensayo B y E y coloraciones brillantes, de color intenso.  
Se obtienen dispersiones con propiedades casi tan buenas,  
si en el ejemplo 25 se reemplazan 20 partes del producto de  
20 condensación de 1 mol de ácido 2-hidroxi-3-naftoico y 1 mol  
de oleilamina por productos de condensación de ácido 2-hi-  
droxi-3-naftoico y alcohol oleílico o dodecilanilina, ácido  
1-hidroxi-2-naftoico y oleilamina, 1-naftol, 2-naftol o  
1-naftilamina y cloruro de ácido oleico.

25

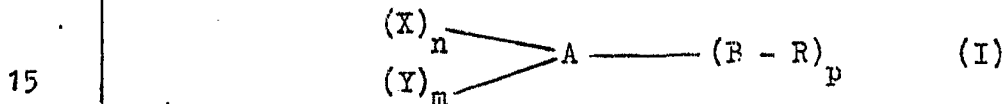
20048

1

REIVINDICACIONES

5 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10 13.- Procedimiento para la preparación de preparados pigmentarios fácilmente distribuibles en medios hidrófilos e hidrófobos, caracterizado porque un pigmento orgánico en fina distribución, se pone en contacto con un compuesto aromático incoloro sólo ligeramente coloreado de la fórmula I




20 en la que A es un sistema de anillo aromático con por lo menos 9 átomos de anillo y más de un anillo, B es un enlace directo o grupos de enlace bivalentes, R son cadenas de carbono alifáticas con más de 5 átomos de carbono, que pueden llevar grupos hidroxilo y/o carboxilo, X e Y son, independientemente entre sí, cualesquiera sustituyentes, n y m son, independientemente entre sí, 0, 1 ó 2, y p es 1 a 4, hasta que las partículas de pigmento estén envueltas por el compuesto de la fórmula I y presenten propiedades hidrófilas e hidrófobas.

25

07068

1                    2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, ca  
racterizado porque en el compuesto de la fórmula I el siste  
ma aromático de anillo está estructurado de manera igual o  
similar como una parte del sistema aromático de anillo de  
5                    la molécula de pigmento.

                    3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª  
y 2ª, caracterizado porque en el compuesto de la fórmula  
I B representa -O-, -NR'-, -S-, -CO-, -SO<sub>2</sub>-, -CR'R"-, ,  
o una combinación de estos grupos, representando R' y R",  
10                    independientemente entre sí, H o un radical alcohilo de ca  
dena corta con 1 a 4 átomos de carbono.

                    4ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª  
a 3ª, caracterizado porque en el compuesto de la fórmula I  
B contiene una agrupación carboxamida, sulfonamida, éster o  
15                    urea.

                    5ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª  
a 4ª, caracterizado porque en el compuesto de la fórmula I  
X e Y son, independientemente entre sí, -R', halógeno, -OR'  
-NR'R", -COR', -CONR'R", -SO<sub>2</sub>NR'R", -NR'-CO-R", -NO<sub>2</sub>, -CN,  
20                    -CF<sub>3</sub> o -SO<sub>3</sub>M, representando M un equivalente de un catión  
desde monovalente hasta trivalente.

                    6ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª  
a 5ª, caracterizado porque en el compuesto de la fórmula I  
X e Y son, independientemente entre sí, grupos metilo, eti  
25                    lo, cloro, hidroxilo, acilamino o sulfonato.

07068

POOR  
QUALITY

1                   7<sup>a</sup>.- Procedimiento según las reivindicaciones 1<sup>a</sup>  
a 6<sup>a</sup>, caracterizado porque en el compuesto de la fórmula I  
R consta de radicales alcohilo, alquenilo o alcapolienilo  
5                   con 8 a 25 átomos de carbono, pudiendo estar unidos entre  
sí varios de estos radicales alifáticos mediante formación  
de aductos.

                  8<sup>a</sup>.- Procedimiento según las reivindicaciones 1<sup>a</sup>  
a 7<sup>a</sup>, caracterizado porque el compuesto de la fórmula I se  
puede obtener mediante reacción de aminas, alcoholes o áci-  
10                  dos carboxílicos aromáticos con ácidos grasos o sus deriva-  
dos.

                  9<sup>a</sup>.- Procedimiento según las reivindicaciones 1<sup>a</sup>  
a 8<sup>a</sup>, caracterizado porque los preparados pigmentarios em-  
pleados contienen adicionalmente un líquido orgánico.

15                  10<sup>a</sup>.- Procedimiento según las reivindicaciones 1<sup>a</sup>  
a 9<sup>a</sup>, caracterizado porque los preparados pigmentarios em-  
pleados contienen adicionalmente como líquido orgánico un  
líquido orgánico no volátil o difícilmente volátil.

                  11<sup>a</sup>.- Procedimiento según las reivindicaciones 1<sup>a</sup>  
20                  a 10<sup>a</sup>, caracterizado porque los preparados pigmentarios em-  
pleados contienen adicionalmente como líquidos orgánicos  
plastificantes, aceites o aductos de óxido de alcoholeno.

                  12<sup>a</sup>.- Procedimiento según las reivindicaciones 1<sup>a</sup>  
25                  a 11<sup>a</sup>, caracterizado porque los preparados pigmentarios em-  
pleados contienen adicionalmente como líquidos orgánicos di

1 - solventes orgánicos desde mediana a fácilmente volátiles.

5 13ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª a 9ª y 12ª, caracterizado porque los preparados pigmentarios empleados contienen como disolventes orgánicos desde mediana a fácilmente volátiles hidrocarburos alifáticos, hidrocarburos aromáticos eventualmente halogenados, alcoholes, cetonas, éteres, ésteres o amidas de ácidos.

10 14ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª a 8ª, caracterizado porque los preparados pigmentarios empleados contienen adicionalmente agentes tensioactivos así como agua y/o aditivos que retardan la desecación.

15 15ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª a 8ª y 14ª, caracterizado porque los preparados pigmentarios empleados contienen adicionalmente agentes tensioactivos y líquidos que retardan la desecación.

16ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 14ª y 15ª, caracterizado porque los agentes tensioactivos son aniónicos y/o no iónicos.

20 17ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 14ª a 16ª, caracterizado porque los agentes tensioactivos llevan cadenas de carbono con más de 7 átomos de carbono.

25 18ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 14ª a 17ª, caracterizado porque los preparados pigmentarios empleados contienen como aditivos que retardan la desecación alcoholes y/o amidas de ácidos polivalentes.

1 19ª.- Procedimiento según las reivindicaciones  
14ª a 18ª, caracterizado porque los preparados pigmentarios  
empleados contienen adicionalmente agentes de conservación.

5 20ª.- Procedimiento según las reivindicaciones  
14ª a 19ª, caracterizado porque los preparados pigmentarios  
empleados contienen adicionalmente agentes desespumantes.

10 21ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,  
caracterizado porque el compuesto de la fórmula I se añade  
durante la preparación del pigmento o en un proceso de aca-  
bado subsiguiente.

15 22ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,  
caracterizado porque el pigmento orgánico se somete en pre-  
sencia de un compuesto de la fórmula I a un proceso mecáni-  
co de distribución fina, hasta que las partículas de pigmen-  
to están envueltas por el compuesto de la fórmula I y se co-  
tiene de esta manera una dispersión estable.

20 23ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,  
caracterizado porque se utiliza, referido al pigmento, 0,2  
a 45% en peso del compuesto de la fórmula I.

20 24ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,  
caracterizado porque se utiliza, referido al pigmento, 1 a  
25% en peso del compuesto de la fórmula I.

25 25ª.- Procedimiento para la preparación de prepa-  
rados pigmentarios fácilmente distribuibles en medios hidró-  
filos e hidrófobos.

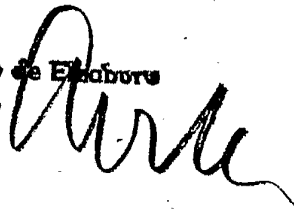
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de cuarenta y cinco hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 04.JUL.1978

P.A.

**Alberto de Elcáburu**  
Por Poder,



07068

F C M