



(19) INSTITUTO NACIONAL
DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL
PORTUGAL

(11) *Número de Publicação:* PT 94126 B

(51) *Classificação Internacional:* (Ed. 6)

C09B035/08 A

C09B067/22 B

C09D011/02 B

(12) *FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO*

<p>(22) <i>Data de depósito:</i> 1990.05.22</p> <p>(30) <i>Prioridade:</i> 1989.05.23 US 356040 1989.05.23 US 356045</p> <p>(43) <i>Data de publicação do pedido:</i> 1991.02.08</p> <p>(45) <i>Data e BPI da concessão:</i> 09/96 1996.09.06</p>	<p>(73) <i>Titular(es):</i> SUN CHEMICAL CORPORATION 222 BRIDGE PLAZA SOUTH, FORT LEE NEW JERSEY 07024 US</p> <p>(72) <i>Inventor(es):</i> RUSSEL J. SCHWARTZ US MANUEL Z. GREGORIO US ANTHONY C. ZWIRGZDAS US</p> <p>(74) <i>Mandatário(s):</i> ANTÓNIO JOÃO COIMBRA DA CUNHA FERREIRA RUA DAS FLORES 74 4/AND. 1294 LISBOA PT</p>
---	---

(54) *Epigrafe:* PROCESSO DE PREPARAÇÃO DE UMA TINTA DE IMPRESSÃO À BASE DE UM PIGMENTO DE DIAZOPIRAZOLONA OU DE DIARILETO MODIFICADO COM AZOMETINA

(57) *Resumo:*

TINTA; IMPRESSÃO; ACOPLAMENTO DE AZOMETINA; SAL DE TETRAZÓNIO; PIGMENTO; DI-AZOPIRAZOLONA; DIARILETO

[Fig.]

MEMÓRIA DESCRITIVA
DA
PATENTE DE INVENÇÃO
Nº 94 126

NOME: SUN CHEMICAL CORPORATION

EPÍGRAFE: "Processo de preparação de uma tinta de impressão à base de um pigmento de disazopirazolona ou de diarileto modificado com azometina"

INVENTORES: Russell J. Schwartz, Manuel Z. Gregorio, Anthony C. Zwirgzdas

Reivindicação do direito de prioridade (ao abrigo do artigo 4º da Convenção de Paris de 20 de Março de 1883):

Estados Unidos da América

23 de Maio de 1989

Nº 07/356,045; 07/356,040



"Processo de preparação de uma tinta de impressão à base de um pigmento de disazopirazolona ou de diarileto modificado com azometina"

para que

SUN CHEMICAL CORPORATION, pretende obter privilégio de invenção em Portugal

R E S U M O

O presente invento refere-se a um processo de preparação de uma tinta de impressão, caracterizado por compreender os passos de:

(a) formar um agente de acoplamento de azometina, por reacção de um polímero de óxido de alquilenos terminado por amina e uma acetanilida;

(b) formar um sal de tetrazônio, por reacção do componente disazo desejado com nitrito de sódio e ácido clorídrico;

(c) fazer reagir o sal de tetrazônio resultante do passo (b) com o acoplador desejado, na presença do agente de acoplamento de azometina resultante do passo (a), de modo a produzir-se um pigmento de disazopirazolona ou diarileto modificado com azometina; e

(d) misturar o pigmento de disazopirazolona ou diarileto modificado com azometina, com um veículo aquoso e/ou não aquoso, para produzir uma tinta de impressão.

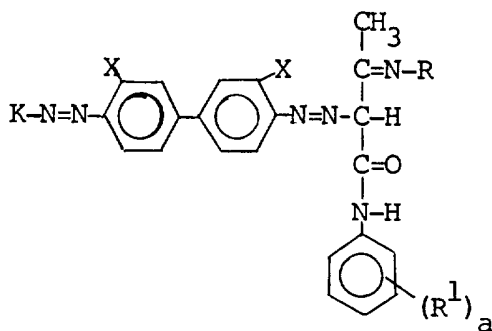
MEMÓRIA DESCRITIVA

O presente invento refere-se ao processo de preparação de pigmentos de diarileto e de disazopirazolona melhorados.

Os pigmentos de diarileto e de disazopirazolona representam tipos importantes de colorantes de nível geral.

Estes tipos de pigmentos são bem conhecidos na arte anterior e são extensivamente utilizados como colorantes para tintas à base de água e solventes, revestimentos, tintas para pintura, plásticos e similares à base de solvente e de água. No entanto, os pigmentos de diarileto e de disazopirazolona do presente invento exibem maior intensidade de coloração, tonalidades mais claras, menor reologia e brilho mais acentuado, comparados com pigmentos da arte anterior.

As composições de pigmento melhorado do presente invento são obtidas por incorporação das novas composições de azometina, de interesse, no pigmento. Estas azometinas podem ser representadas pela fórmula:

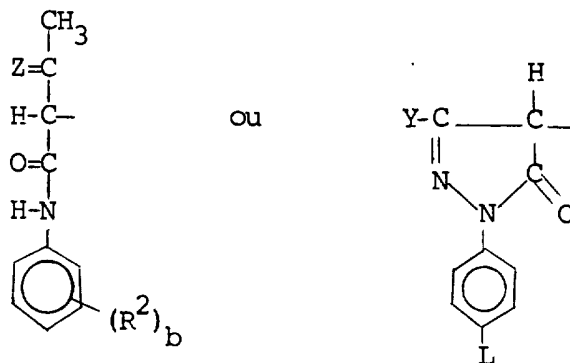


na qual: R é um polímero de óxido de alquilenos;

Cada R^1 é seleccionado independentemente dos outros de entre o grupo consistindo de CH_3 , OCH_3 , OCH_2CH_3 e Cl ;

a é um inteiro de 0 a 5;

X é seleccionado de entre o grupo consistindo de Cl , CH_3 e K é



nas quais: Cada R^2 é seleccionado independentemente dos outros de entre o grupo consistindo de CH_3 , OCH_3 , OCH_2CH_3 e Cl ;

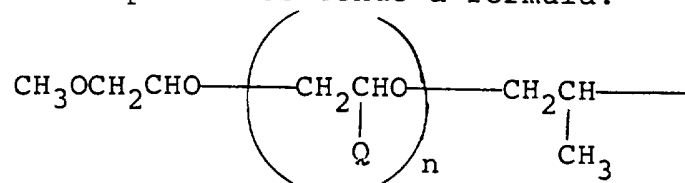
b é um inteiro de 0 a 5;

Z é seleccionado de entre o grupo consistindo de O e N-R;

Y é seleccionado de entre o grupo consistindo de CH_3 e COOC_2H_5 ; e

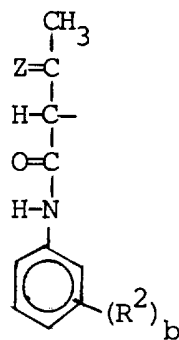
L é seleccionado de entre o grupo consistindo de CH_3 e H.

De preferência, o polímero de óxido de alquileno (ou oligómero) tem uma massa molecular média de cerca de 500 a cerca de 20 000 e a porção alquileno contém de 2 a 8 átomos de carbono. São especialmente preferidos os polímeros que têm uma massa molecular média de 1000 a 5000. A escolha preferida do polímero de óxido de alquileno inclui o polímero de óxido de etileno, o polímero de óxido de propileno e um copolímero de óxido de etileno e óxido de propileno, tais como os copolímeros tendo a fórmula:

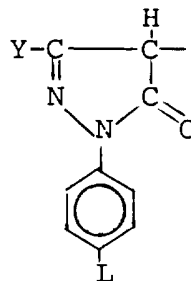


na qual: n é um inteiro de cerca de 4 a cerca de 200, preferencialmente de 4 a 60; e Q é seleccionado de entre o grupo consistindo de H e CH_3 .

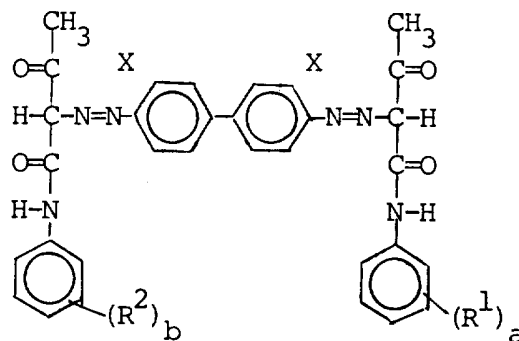
A azometina estará tipicamente presente na composição de pigmento numa quantidade de não mais do que cerca de 50% em peso, preferencialmente de 5 a 30% em peso, com base no peso da composição (i.e. pigmento mais azometina). No caso de um pigmento de diarileto, a azometina é tal que a porção "K" tem o valor:



No caso de um pigmento de disazopirazolona, a azometina é tal que a porção "K" tem o valor:

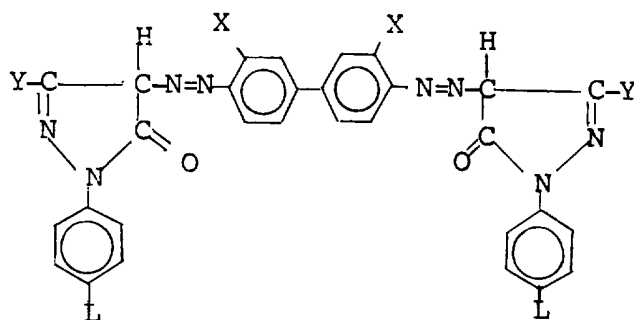


Os pigmentos de diarileto típicos têm a seguinte fórmula geral:



na qual X, R¹, R², a e b têm os significados apresentados acima.

Os pigmentos de disazopirazolona típicos têm a seguinte fórmula geral:



na qual X, Y e L têm os significados apresentados acima.

De preferência, o pigmento de diarileto é um pigmento tal como Pigmento Amarelo 12, Pigmento Amarelo 13, Pigmento Amarelo 14, Pigmento Amarelo 17, Pigmento Amarelo 83, Pigmento Amarelo 114, Pigmento Amarelo 126, Pigmento Amarelo 127, Pigmento Amarelo 176 e Pigmento Laranja 16. O pigmento de disazopirazolona é, de preferência, um pigmento tal como Pigmento Laranja 13, Pigmento Laranja 34, Pigmento Vermelho 37, Pigmento Vermelho 38, Pigmento Vermelho 41 e Pigmento Vermelho 42.

As tintas de impressão são facilmente preparadas a partir das composições de pigmento deste invento, incorporando o veículo aquoso e/ou não aquoso, desejado, no pigmento mais azometina, da maneira usual. Se se desejar, podem também ser incorporados surfactantes, ceras, resinas, diluentes, etc., típicos.

As novas azometinas do presente invento podem ser sintetizadas e subsequentemente adicionadas ao pigmento de diarileto ou de disazopirazolona desejado. Se este processo for empregue, a azometina deve ser adicionada à medida que o pigmento vai sendo preparado. No entanto, a abordagem preferível será uma que envolva os seguintes passos:

(a) Formação de um agente de acoplamento de azometina por reacção de um polímero de óxido de alquilenos com amina primária ter-

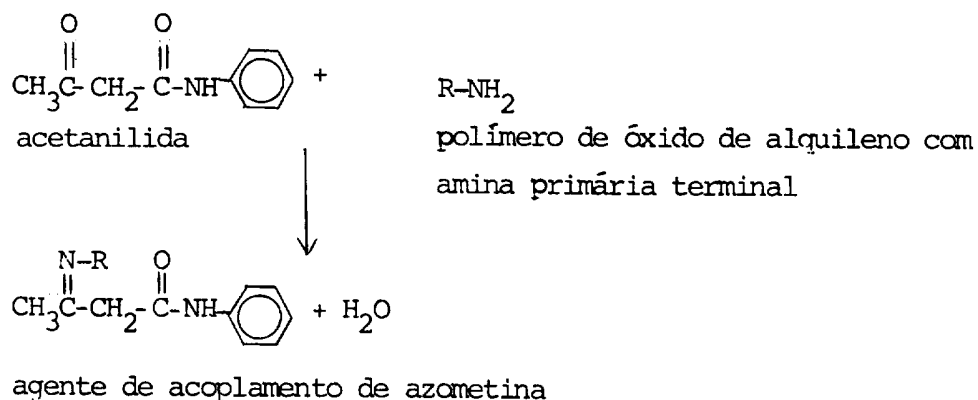
minal e uma acetanilida;

(b) Formação de um sal tetrazônio por reacção do componente diazo desejado com nitrito de sódio e ácido clorídrico;

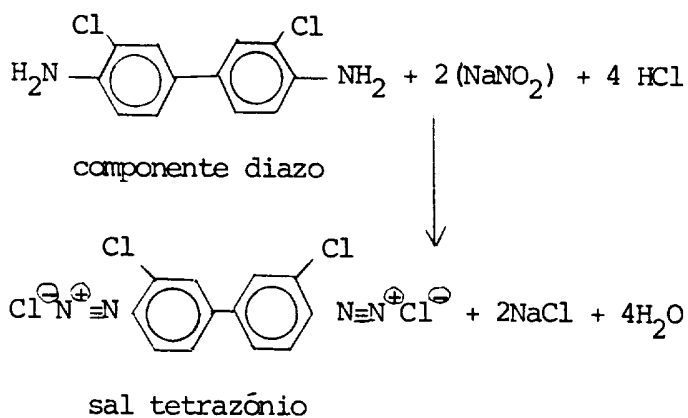
(c) Reacção do sal tetrazônio com o acoplador desejado em presença do agente de acoplamento de azometina de modo a produzir a azometina juntamente com o pigmento.

As reacções seguintes ilustram o esquema reaccional geral envolvido nos passos (a) - (c):

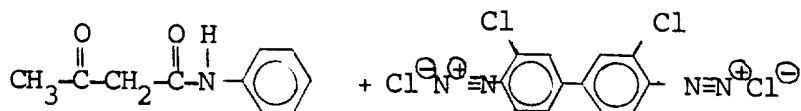
(a) Formação do agente de acoplamento de Azometina



(b) Formação do Sal tetrazônio

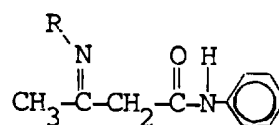


(c) Formação do Pigmento de diarileto modificado - Azometina

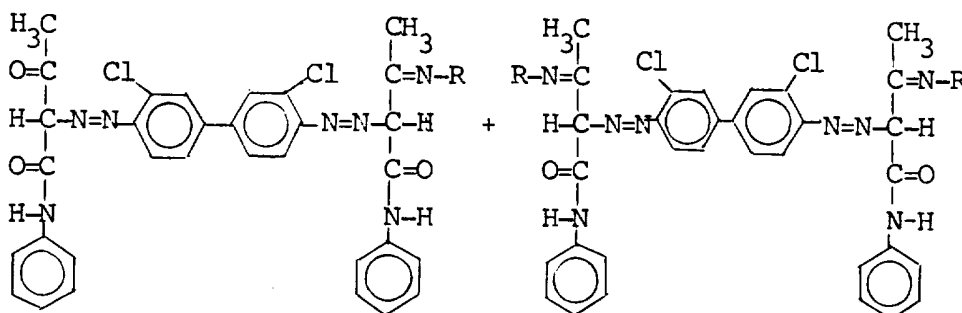


acoplador de acetanilida

sal tetrazônio



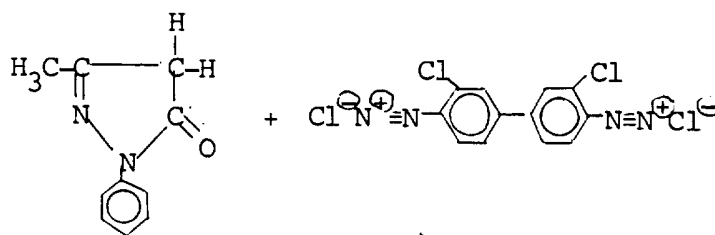
agente de acoplamento de azometina



pigmento de diarileto

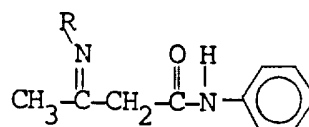
composição de matéria de azometina

(c) Formação do Pigmento modificado de disazopirazolona modificada - Azometina

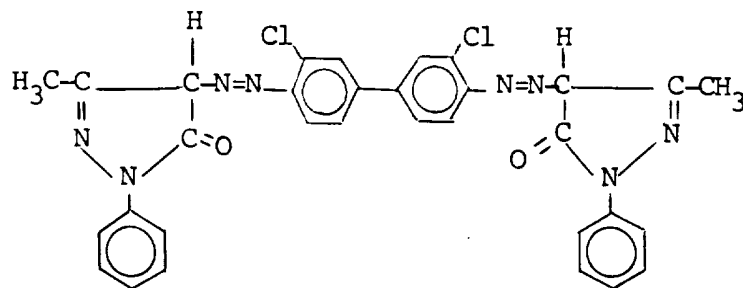


acoplador de pirazolona

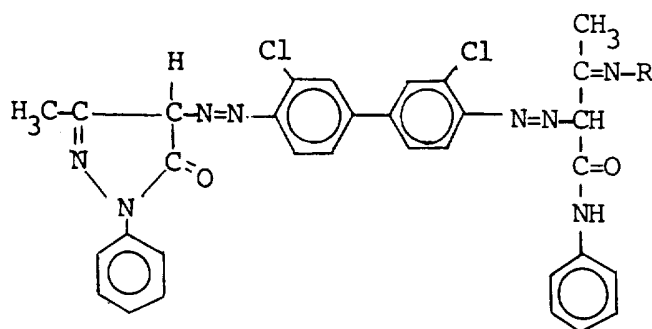
sal tetrazônio



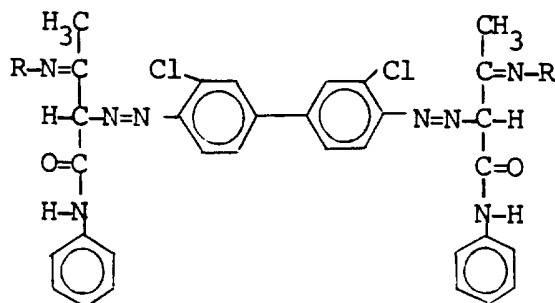
agente de acoplamento de azometina



Pigmento de disazopirazolona



composição de material de azometina



composição de material de azometina

No caso de pigmentos de diarileto, o sal tetrazônio é normalmente formado a partir da 3,3-diclorobenzidina ou da dianisidina e o acoplador é normalmente a acetoacetanilida, acetoacetanilidas substituídas ou misturas de várias acetoacetanilidas. Duma forma similar, para pigmentos de disazopirazolona, emprega-se o mesmo tipo de sal tetrazônio em conjunção com uma pirazolona, uma pirazolona substituída ou misturas de várias pirazolonas. O acoplador de azometina é, tipicamente, derivado de uma acetoacetanilida, tal como a acetoacetanilida, acetoaceto-2,4-xilida, acetoaceto-o-toluidi-

da, acetoaceto-o-anisidida ou acetoaceto-2,5-dimetoxi-4-cloroanilida.

Os seguintes exemplos ilustram a preparação das novas composições de azometina e de diarileto modificado de azometina e de pigmento de disazopirazolona do presente invento.

Exemplo 1

Preparou-se a 3,3'-diclorobenzidina (DCB) tetrazotada adicionando 21,7 partes de 3,3'-diclorobenzidina a 39,8 partes de HCl a 20% Be e 140 partes de uma mistura de gelo/água com agitação constante, para formar uma suspensão homogênea. A esta suspensão adicionaram-se 32,6 partes de nitrito de sódio a 38% e manteve-se a agitação por 1 hora a uma temperatura de 0 - 5°C. Destruuiu-se então o excesso de ácido nitroso por adição de, aproximadamente, 0,5 partes de ácido sulfâmico.

Preparou-se uma suspensão fina de acetoacetanilida (AAA) adicionando 31,7 partes de AAA a 400 partes de H₂O e 33,6 partes de NaOH aquoso a 50%, e agitou-se a mistura até que todo o AAA se dissolveu. Ajustou-se a temperatura da solução a 0 - 5°C com adição de gelo e subseqüentemente precipitou-se o AAA por adição lenta de 38,5 partes de ácido acético a 70%.

Preparou-se um componente de acoplamento de azometina adicionando 1,2 partes de AAA a 13,5 partes de um polímero com amina primária terminal consistindo de 70% de óxido de etileno e 30% de óxido de propileno e tendo uma massa molecular média de 2000 ("Jeffamine M-2070", Texaco Chemical Corp.) e aquecendo a mistura a 100 - 105°C com agitação. Após 1 hora a reação completou-se como evidenciado pelo desaparecimento da banda de absorção da cetona no espectro de IV (aproximadamente a 1673 cm⁻¹). Adicionou-se a azometina resultante à suspensão de AAA imediatamente antes do acoplamento com o DCB tetrazotado.

Realizou-se, então, o acoplamento adicionando a DCB tetrazotada à suspensão de AAA durante um período de 1 hora. Manteve-se a agitação até não permanecer qualquer excesso de tetrazo e, então,

aqueceu-se a pasta a 90 - 95°C, agitou-se 15 minutos, filtrou-se, lavou-se e secou-se num forno a 60°C.

Realizou-se a avaliação adicionando 25 partes do pigmento a 75 partes de um veículo de tinta à base de água contendo uma resina acrílica de grau comercial ("Joncryl 67", S.C.Johnson) e 300 partes de esferas de aço inoxidável de 1/8 de polegada. Colocou-se a mistura num misturador de tinta "Red Devil" durante 30 minutos, para produzir uma base moída. A viscosidade da base moída era aproximadamente metade da de uma base moída de pigmento Amarelo 12 convencional. Prepararam-se tintas flexo à base de água, tratando as bases moídas para um conteúdo de pigmento de 9,0% com veículo adicional. O pigmento produziu uma tinta que era aproximadamente 20% mais forte, mais brilhante e mais transparente que as tintas preparadas a partir do Pigmento Amarelo 12 convencional.

Exemplo 2

Repetiu-se o exemplo 1 excepto que se usaram 32,7 partes de acetoaceto-o-toluidido (AAOT) em vez de AAA. O pigmento Amarelo 14 resultante quando avaliado como no exemplo 1, deu resultados similares versus um Pigmento Amarelo 14 convencional.

Exemplo 3

Seguiu-se o procedimento do exemplo 1 excepto que se adicionaram a suspensão de AAA precipitado e o acoplador de azometina à solução de tetrazo. Os resultados foram similares aos do exemplo 1.

Exemplo 4

Seguiu-se o procedimento do exemplo 2 excepto que se converteu o produto num bolo prensado com 50% de sólidos, e se avaliou por utilização de um moinho de projecteis em vez do misturador de tinta, para dispersar o pigmento. A tinta resultante mostrou um aumento de brilho, força e transparência comparada com um pigmento Amarelo 14 convencional.

- 11 -

Exemplo 5

Obtiveram-se, DCB tetrazotado, uma suspensão fina de AAA e um componente de acoplamento de azometina, pelo procedimento do exemplo 1. Realizou-se então o acoplamento adicionando, simultânea e separadamente, DCB tetrazotado e componente de acoplamento de azometina à suspensão de AAA durante um período de 1 hora. Manteve-se a agitação até que não permaneceu qualquer excesso de tetrazo, e então, aqueceu-se a pasta a 90 - 95°C, agitou-se durante 15 minutos, filtrou-se, lavou-se e secou-se num forno a 60°C.

Realizou-se a avaliação adicionando 25 partes da preparação do pigmento a 75 partes de um veículo de tinta para publicação de gravuras contendo resinato Zn/Ca, tolueno, e lecitina, e 150 partes de bolas de aço inoxidável de 1/8 de polegada. Colocou-se a mistura num misturador de tinta "Red Devil" durante 30 minutos para produzir uma base moída. Obteve-se uma tinta acabada por diluição da base moída com veículo adicional a uma viscosidade standard (30 segundos através de #1 Zahn Cup). A preparação de pigmento produziu uma tinta que era 30% mais forte, mais brilhante, e mais transparente do que um pigmento não tratado. A preparação de pigmento era menor em viscosidade da base moída e mais verde na avaliação de cor versus um Amarelo 12 convencional tratado com amina.

Exemplo 6

Seguiu-se o procedimento do exemplo 1 excepto que se usaram 20,9 partes de o-dianisidina em vez de 21,7 partes de 3,3'-diclorobenzidina para produzir 62,2 partes de Pigmento Laranja 16.

Realizou-se a avaliação numa tinta para gravura de embalagem, tipo C, adicionando 25 partes de pigmento a 75 partes de um veículo moído baseado em RS-nitrocelulose com 300 partes de esferas de aço inoxidável de 1/8 de polegada. Colocou-se a mistura num misturador de tinta "Red Devil" durante 30 minutos para produzir uma base moída, à qual se adicionaram 180 partes de uma solução de resina maleica típica contendo tolueno e álcool isopropílico, para

baixar o teor. Ajustou-se, então, a tinta a uma viscosidade de impressão (22 segundos através de um #2 Zahn Cup) por adição de acetato de isopropilo. Comparada com uma tinta feita a partir de Laranja 16 preparado convencionalmente, a tinta do presente invento era 30% mais forte, mais brilhante, mais transparente, e menor em reologia. Para demonstrar a versatilidade do invento, apreciaram-se também estes pigmentos numa tinta flexográfica à base de água de acordo com o processo do exemplo 1. O Laranja 16 do presente invento era novamente mais forte, mais brilhante e mais transparente que o Laranja 16 não tratado.

Exemplo 7

Seguiu-se o procedimento do exemplo 1 excepto que se usaram 46,5 partes de acetoaceto-2,5-dimetoxi-4-cloroanilina em vez das 31,7 partes de acetoacetanilida, para produzir 82,1 partes de pigmento Amarelo 83. Apreciou-se o material resultante como no exemplo 6, versus um Amarelo 83 não tratado; o primeiro era consideravelmente mais forte, mais brilhante e mais transparente, tanto em tintas à base de solvente como em tintas à base de água.

Exemplo 8

Seguiu-se o procedimento do exemplo 1 excepto que se usaram 15,8 partes de acetoacetanilida e 17,0 partes de acetoaceto-p-toluidido em vez das 31,7 partes da acetoacetanilida para se produzirem 64,5 gramas de Pigmento Amarelo 114. Relativamente a uma amostra de Pigmento Amarelo 114 não tratada, a preparação de pigmento do exemplo mostrou acentuados brilho, força, transparência e reologia, tanto em tintas flexográficas à base de água como em tintas flexográficas à base de solvente.

Como se pode ver nos exemplos 1-8 anteriores, os pigmentos de diarileto modificados obtiveram propriedades significativamente melhoradas. Especificamente, os pigmentos de diarileto modificados caracterizam-se por uma baixa viscosidade, em adição a força, brilho e transparência melhorados.

Os pigmentos de diarileto modificados podem utilizar-se em todas as aplicações onde se utilizam os pigmentos de diarileto. São especialmente úteis em tintas flexográficas à base de água, tintas para gravura à base de água, novas tintas à base de água e em qualquer revestimento à base de água onde se utilizam os pigmentos de diarileto. São também úteis em tintas à base de solvente, incluindo tintas flexográficas de solvente, tintas para publicação de gravuras, várias tintas para gravura de embalagem à base de solvente, e revestimentos à base de solvente onde se utilizam os pigmentos de diarileto.

Exemplo 9

Preparou-se 3,3'-diclorobenzidina (DCB) tetrazotada adicionando 17,5 partes de DCB a 100 partes de uma mistura de gelo/água e 32,1 partes de HCl a 20°C, com agitação constante, para formar uma suspensão homogênea. Adicionaram-se então a esta suspensão 35,7 partes de uma solução aquosa de nitrito de sódio a 28% e manteve-se a agitação por 1 hora a uma temperatura de 0 - 5°C. Após uma hora, destruiu-se o excesso de ácido nitroso com a adição de aproximadamente 0,5 partes de ácido sulfâmico.

Preparou-se uma suspensão fina de 1-fenil-3-metil-5-pirazolona (PMP) adicionando 25,2 partes de PMP a 400 partes de H₂O e 13,1 partes de hidróxido de sódio aquoso a 50%, e agitou-se a mistura até que todo o PMP se dissolveu. Precipitou-se então o PMP por adição lenta de 15 partes de ácido acético a 70%.

Preparou-se um componente de acoplamento de azometina (I) adicionando 0,7 partes de acetoacetanilida (AAA) a 7,9 partes do mesmo polímero com amina terminal que se empregou no exemplo 1, e aquecendo a mistura a 100 - 105°C com agitação. Após uma hora, completou-se a reação como evidenciado pelo desaparecimento da banda de absorção da cetona no espectro de IV a 1673 cm⁻¹.

Conseguiu-se então a formação da composição do pigmento Laranja 13 do presente invento por adição simultânea do DCB tetrazotada e do composto de azometina (I) à suspensão de PMP durante

um período de 70 minutos. Manteve-se a agitação até que não permaneceu qualquer excesso de DCB tetrazotada, e aqueceu-se, então a pasta a 90 - 95°C, agitou-se durante mais 15 minutos, filtrou-se, lavou-se e secou-se num forno a 60°C, para dar 51,0 partes de uma composição de pigmento Laranja 13.

Realizou-se a avaliação adicionando 25 partes do pigmento a 75 partes de um veículo de tinta à base de água contendo uma resina acrílica de grau comercial ("Joncryl 67", S.C.Johnson) e 300 partes de bolas de aço inoxidável de 1/8 polegada. Colocou-se a mistura num misturador de tinta "Red Devil" durante 30 minutos, para produzir uma base moída. A viscosidade da base moída era aproximadamente metade da de uma base moída de um pigmento Laranja 13 convencional. Prepararam-se tintas flexo à base de água tratando as bases moídas para um conteúdo de pigmento de 9,0% com veículo adicional. O pigmento produziu uma tinta que era aproximadamente 30% mais forte, mais brilhante e mais transparente do que as tintas preparadas a partir do Pigmento Laranja 13 convencional.

Para demonstrar a versatilidade do invento, realizou-se também a avaliação numa tinta para gravura de embalagem, tipo C, adicionando 25 partes de pigmento a 75 partes de um veículo moído baseado em RS-nitrocelulose com 300 partes de bolas de aço inoxidável de 1/8 polegada. Colocou-se a mistura num misturador de tinta "Red Devil" durante 30 minutos para produzir uma base moída, à qual se adicionaram 180 partes de uma solução de resina maleica típica contendo tolueno e álcool isopropílico para baixar o teor. Ajustou-se então a tinta à viscosidade de impressão (22 segundos através de # 2 Zahn Cup) por adição de acetato de isopropilo. Comparada com uma tinta feita a partir de Laranja 13 preparado convencionalmente, a tinta do presente invento era 30% mais forte, mais brilhante, mais transparente, e menor em reologia.

Exemplo 10

Repetiu-se o procedimento do exemplo 9 excepto que se usaram 26,5 partes de 1-(p-tolil)-3-metil-5-pirazolona em vez de 25,2

partes de 1-fenil-3-metil-5-pirazolona, para produzir 53,0 partes de uma composição de pigmento Laranja 34.

A avaliação desta composição de pigmento em ambos os sistemas de tinta flexo/^{a base}de água e de tinta para gravura de embalagem, tipo C, do exemplo 9 produziu melhoramentos similares sobre um Laranja 34 convencional preparado sem as azometinas deste invento.

Exemplo 11

Preparou-se o-dianisidina (ODA) tetrazotada adicionando 19,5 partes de ODA a 100 partes de uma mistura de gelo/água e 37,1 partes de HCl a 20°C, com agitação constante para formar uma suspensão homogênea. A esta suspensão adicionaram-se 12,1 partes de nitrito de sódio e manteve-se a agitação durante 90 minutos a uma temperatura de 0 - 5°C. O ácido nitroso que permaneceu eliminou-se com adição de aproximadamente 0,5 partes de ácido sulfâmico.

Preparou-se uma suspensão fina de 1-(p-tolil)-3-metil-5-pirazolona (PTMP) de acordo com o procedimento do exemplo 1 utilizando 30,8 partes da PTMP, 600 partes de água, 15,0 partes de hidróxido de sódio aquoso a 50% e 17,0 partes de ácido acético a 70%.

Conseguiu-se então a formação de um pigmento melhorado vermelho 37, por adição simultânea do ODA tetrazotado e de 9,4 partes de composto de azometina (I) à suspensão de PTMP durante um período de 70 minutos, mantendo um pH de 5,2 - 5,6 por adição de hidróxido de sódio aquoso diluído. Manteve-se a agitação até que não permaneceu qualquer excesso de ODA tetrazotado, e então aqueceu-se a pasta a 90 - 95°C, agitou-se durante mais 5 minutos, arrefeceu-se a 70°C, filtrou-se, lavou-se com água e secou-se num forno a 60°C para dar 61 partes de uma composição de Pigmento Vermelho 37.

A avaliação desta composição de pigmento em ambos os sistemas de tinta flexo/^{a base}de água e de tinta para gravura de embalagem, tipo C, do exemplo 9 produziu melhoramentos similares sobre um Pigmento Vermelho 37 preparado sem o composto de azometina do presente invento.

Exemplo 12

Repetiu-se o procedimento do exemplo 11 excepto que se usaram 28,4 partes de 1-fenil-3-metil-5-pirazolona (PMP) em vez de 1-(p-tolil)-3-metil-5-pirazolona (PTMP) para produzir 58,0 partes do Pigmento Vermelho 41 similarmente melhorado.

Exemplo 13

Repetiu-se o procedimento do exemplo 9 excepto que se usou um componente de acoplamento de azometina preparado a partir de 0,7 partes de acetoacetanilida e 7,9 partes de um polímero com amina primária terminal consistindo de 95% de óxido de propileno e 5% de óxido de etileno e tendo uma massa molecular média de 2000 ("Jeffamine M 2005", Texaco Chemical Corporation), para produzir 51,0 partes de uma composição de pigmento Laranja 13 tendo um brilho e uma transparência melhorados, numa tinta para gravura de embalagem, tipo C, comparada com o Laranja 13 do exemplo 9.

Exemplo 14

Repetiu-se o procedimento do exemplo 13 excepto que se adicionaram 12,0 partes de colofônia à pasta de pigmento, a 90 - 95°C, antes da filtração. A composição de pigmento Laranja 13 resultante mostrou força e capacidade de dispersão grandemente acentuadas para a coloração do policloreto de vinilo (PVC).

Enquanto se mostraram certas concretizações e detalhes representativos, com o propósito da ilustração do invento, será claro para os peritos na arte que podem fazer-se neles várias modificações sem desvios ao espírito e âmbito do invento.

R E I V I N D I C A Ç Õ E S

1 - Processo de preparação de uma tinta de impressão, caracterizado por compreender os passos de:

(a) formar um agente de acoplamento de azometina, por reacção de um polímero de óxido de alquilenos terminado por amina e uma acetanilida;

(b) formar um sal de tetrazônio, por reacção do componente disazo desejado com nitrito de sódio e ácido clorídrico;

(c) fazer reagir o sal de tetrazônio resultante do passo (b) com o acoplador desejado, na presença do agente de acoplamento de azometina resultante do passo (a), de modo a produzir-se um pigmento de disazopirazolona ou diarileto modificado com azometina; e

(d) misturar o pigmento de disazopirazolona ou diarileto modificado com azometina, com um veículo aquoso e/ou não aquoso, para produzir uma tinta de impressão.

2 - Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o polímero de óxido de alquilenos ter um peso molecular médio de cerca de 500 a cerca de 20 000 e a porção alquilenos conter 2 a 8 átomos de carbono.

3 - Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado por o polímero ter um peso molecular médio de 1000 a 5000.

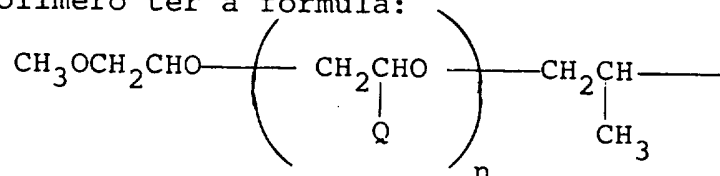
4 - Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado por o polímero de óxido de alquilenos ser um polímero de óxido de etileno.

5 - Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado por o polímero de óxido de alquilenos ser um polímero de óxido de propileno.

6 - Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado por o polímero de óxido de alquilenos ser um copolímero de óxi-

do de etileno e óxido de propileno.

7 - Processo de acordo com a reivindicação 6, caracterizado por o copolímero ter a fórmula:



na qual: n é um inteiro de cerca de 4 a cerca de 200, e Q é seleccionado entre o grupo consistindo de H e CH₃.

8 - Processo de acordo com a reivindicação 7, caracterizado por n ser de 4 a 60.

9 - Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o pigmento de diarileto ser seleccionado entre o grupo consistindo em Pigmento Amarelo 12, Pigmento Amarelo 13, Pigmento Amarelo 14, Pigmento Amarelo 17, Pigmento Amarelo 83, Pigmento Amarelo 114, Pigmento Amarelo 126, Pigmento Amarelo 127, Pigmento Amarelo 176 e Pigmento Cor-de-Laranja 16.

10 - Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o pigmento de disazopirazolona, ser seleccionado do grupo consistindo nos seguintes pigmentos: Pigmento Cor-de-Laranja 13, Pigmento Cor-de-Laranja 34, Pigmento Vermelho 37, Pigmento Vermelho 38, Pigmento Vermelho 41 e Pigmento Vermelho 42.

Lisboa, 22 MAI 1920

Por SUN CHEMICAL CORPORATION

- O AGENTE OFICIAL -

© ADJUNTO

André Fissar Rafael