



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 321 978**

(51) Int. Cl.:
C09B 67/22 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(96) Número de solicitud europea: **06753464 .4**

(96) Fecha de presentación : **29.04.2006**

(97) Número de publicación de la solicitud: **1891163**

(97) Fecha de publicación de la solicitud: **27.02.2008**

(54) Título: **Agente colorante azul sobre la base de C.I. Pigment Blue 80.**

(30) Prioridad: **31.05.2005 DE 10 2005 024 722**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
15.06.2009

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
15.06.2009

(73) Titular/es: **Clariant Produkte (Deutschland) GmbH**
Brünigstrasse 50
65929 Frankfurt am Main, DE

(72) Inventor/es: **Kempter, Peter;**
Antes, Sven;
Graf, Herbert y
Meder, Magali

(74) Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

ES 2 321 978 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Agente colorante azul sobre la base de C.I. Pigment Blue 80.

5 El presente invento se refiere a una formulación pigmentaria sobre la base de un pigmento de bencimidazolona-dioxazina (C.I. Pigment Blue 80) y un agente dispersivo específico sobre la base de un Pigment Violet 23 (violeta) sustituido.

10 La formulación pigmentaria conforme al invento se puede emplear en barnices acuosos, altamente polares, sobre la base de poliuretanos, así como en barnices de resinas acrílicas con una alta proporción de materiales sólidos, pobres en disolventes. También se adecuan ciertos sistemas de barnices tomados de la clase de los barnices de resinas alquídicas y de melamina, y de los barnices de dos componentes sobre la base de resinas acrílicas reticulables con poliisocianatos. Otros sectores de aplicación son los barnices de efectos en el sector de los vehículos automóviles, barnices industriales, en particular filtros cromáticos, tintas para impresión por chorros de tinta (en inglés ink-jet),
15 tóneres y reveladores electrofotográficos, y tintas electrónicas (en inglés e-inks).

Las formulaciones pigmentarias constituyen unas combinaciones de pigmentos de base y de agentes dispersivos pigmentarios; que son unos pigmentos sustituidos con ciertos grupos eficaces específicamente. Los agentes dispersivos pigmentarios se añaden a los pigmentos, con el fin de facilitar el dispersamiento en los medios de aplicación, en particular para barnices, tintas de impresión y filtros cromáticos, y con el fin de mejorar las propiedades reológicas y colorísticas de los pigmentos. Se disminuye la viscosidad de los concentrados de agentes colorantes pigmentados en alto grado (en inglés *millbase* = base de elaboración y molienda) y se reduce la floculación de las partículas de pigmentos. De esta manera se pueden aumentar, por ejemplo, la fuerza cromática, la transparencia y el brillo. Esto es deseado en particular en el caso de barnices metálicos y filtros cromáticos (en inglés color filters).

25 En el caso de los filtros cromáticos se genera un imagen a pleno color mediante trasluz de puntos de imagen rojos, verdes y azules. Junto a los filtros cromáticos “transmisivos” (o “no emisivos”) (= al trasluz), existen también filtros cromáticos “reflectivos”, que pueden trabajar entonces eventualmente también con puntos de imagen amarillos, cian y magenta.

30 En el caso de los filtros cromáticos se diferencia entre filtros cromáticos para LCD (del inglés “liquid crystal display” = pantalla de cristales líquidos) con una AM (del inglés “active matrix” = matriz activa) y con una PM (del inglés “passive matrix” = matriz pasiva), correspondiendo una importancia especial a los filtros cromáticos de LCD-TFT (del inglés “thin film transistor” = transistor de película fina). Además de esto, los filtros cromáticos pueden pasar a emplearse también en el caso de MEMS (DMD) (del inglés “Micro-Electro-Mechanical Systems” (“Digital Micro Mirror Device”) = sistemas micro-electro-mecánicos (con un dispositivo de micro espejo digital), en papeles electrónicos así como otras adecuadas tecnologías de pantallas de presentación (en inglés displays).

40 Las pantallas de presentación de filtros cromáticos encuentran utilización en los sistemas electro-ópticos más diversos, tales como p.ej. en pantallas (de imagen) de monitores de mesa, en pantallas de ordenadores, en pantallas de ordenadores portátiles (en inglés “laptops, portable computers”), en PDA (en inglés “Personal Digital Assistants” = asistentes digitales personales) así como en monitores para teléfonos móviles, videocámaras, GPS (en inglés “global positioning systems” = sistemas de posicionamiento global) y otros monitores, así como, en general, en dispositivos de cristales líquidos y dispositivos de cargas interconectadas o acoplados por cargas (del inglés charge coupled devices), pantallas de plasma, o en pantallas electroluminiscentes y otras pantallas de presentación. Las citadas en último lugar pueden ser p.ej. unas pantallas ferroeléctricas activas (en inglés “twisted nematic” = nemáticas torsionadas) o pasivas (en inglés “supertwisted nematic” = nemáticas super torsionadas) o p.ej. unos diodos que emiten luz.

50 Además, los filtros cromáticos encuentran empleo en pantallas de paneles planos (en inglés flat panel displays), que reemplazan en grado creciente a las habituales pantallas de televisores de rayos catódicos, o que se pueden utilizar de una manera general como cuadros indicadores (de instrumentos) en un tamaño arbitrario para informaciones inmóviles y en movimiento.

55 Una estructura típica de filtros cromáticos para LCD se puede describir esquemáticamente de la siguiente manera: Entre dos placas de vidrio se encuentra una fina capa con cristales líquidos. La placa de vidrio superior tiene, junto a una serie de otros componentes funcionales adicionales, sobre la superficie externa los correspondientes puntos de imagen, p.ej. rojo, verde, azul (R,G,B, del inglés “red, green, blue”). Estos puntos de imagen están contorneados con un color negro para conseguir un mejor contraste, hacia el exterior los puntos de imagen R, G, B están protegidos por una adecuada capa de protección frente a influencias del entorno, tales como arañazos. La placa de vidrio inferior contiene todavía otros componentes funcionales tales como p.ej. un ITO (en inglés “indium tin oxide” = óxido de indio y estaño) y unos TFT (en inglés “Thin Film Transistors” = transistores de película fina), que sirven, entre otras cosas, para activar a los puntos de imagen Individuales.

65 Si a través de la placa de vidrio inferior se envía una luz adecuada (p.ej. una luz polarizada linealmente, que tiene una determinada longitud de onda), entonces el cristal líquido puede ser ajustado a “claro” u “oscuro” mediante una regulación electrónica (o a una etapa intermedia arbitraria).

ES 2 321 978 T3

Correspondientemente a ello, los puntos de imagen de filtros cromáticos son abastecidos con luz, y para el ojo humano resulta una correspondiente imagen que se basa en el sistema R, G, B, coloreada, en movimiento o inmóvil.

En el caso de los materiales para los filtros cromáticos se plantean unos requisitos muy especiales a los agentes colorantes empleados:

Como parámetros más importantes, que tienen que ser cumplidos, se pueden citar:

- una alta termoestabilidad: durante el proceso de producción de un filtro cromático se calientan las capas individuales que se han aplicado, de tal manera que la formulación pigmentaria tiene que soportar unas temperaturas de hasta 300°C durante un período de tiempo de hasta 1 hora;
- una buena dispersabilidad en sistemas de filtros cromáticos;
- unas bandas de absorción pendientes y estrechas de la capa de filtro cromático aplicada en cada caso;
- un alto contraste;
- una viscosidad buena y estable en el medio de los filtros cromáticos: Una viscosidad demasiado alta impide la distribución uniforme del líquido sobre el sustrato de vidrio y perjudica de esta manera a la calidad de la imagen;
- una inocuidad ecotoxicológica al realizar la elaboración;
- un comportamiento no floculante
- una superficie lo más lisa que sea posible (= no áspera) de los filtros cromáticos (pigmentados) que se han aplicado
- una estabilidad frente a ácidos (p.ej. para procedimientos de ataque corrosivo (en inglés etching))
- una solidez frente a los disolventes.

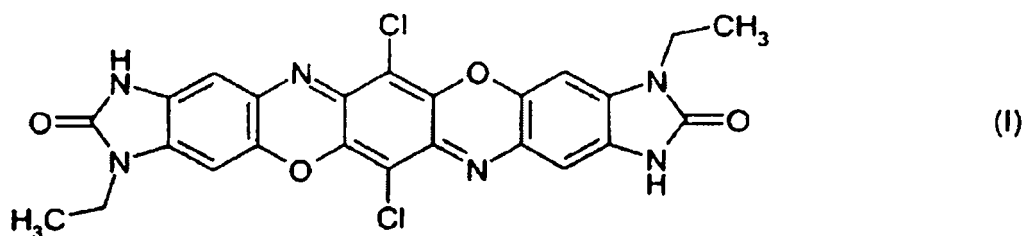
Los pigmentos y las formulaciones pigmentarias conocidos(as) no siempre cumplen todos los requisitos de la técnica. En particular, para pigmentos azules subsistía una necesidad de mejoramiento en lo que respecta a la fuerza cromática, la pureza del tono de color, la transparencia, la reología y el brillo.

Fue un objetivo del presente invento poner a disposición un agente colorante altamente transparente con un tono de color azul rojizo, en particular para el empleo de barnices de efectos en la construcción de vehículos automóviles así como en barnices industriales, filtros cromáticos, tintas para impresión por chorros de tinta, tóneres y reveladores electrofotográficos y tintas electrónicas.

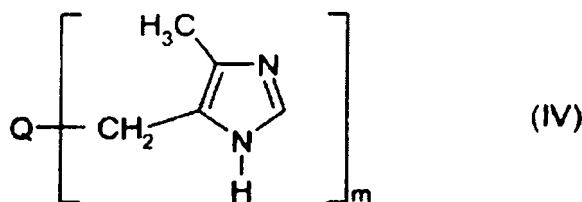
El problema planteado por esta misión se resolvió sorprendentemente mediante la formulación pigmentaria descrita a continuación.

Objeto del presente invento es una formulación pigmentaria, que está caracterizada por un cierto contenido de

a) un compuesto de bencimidazolona-dioxazina de la fórmula (I) como pigmento de base

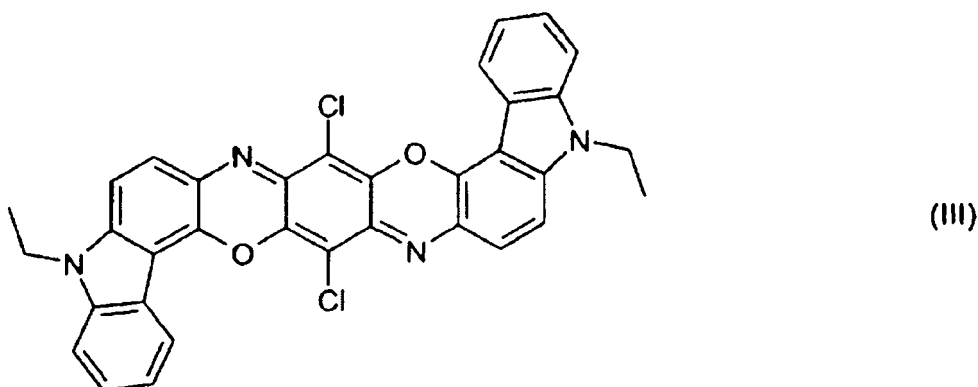


b) un compuesto de dioxazina de la fórmula general (IV) como agente dispersivo pigmentario



en la que

Q representa un radical de valencia m (m-valente) de un compuesto de la fórmula (III),



m es un número de 1 a 4, de manera preferida de 1 a 3, en particular de 1 a 2.

La formulación pigmentaria conforme al invento contiene convenientemente de 0,5 a 99% en peso, de manera preferida de 1 a 75% en peso, en particular de 2,5 a 50% en peso, de manera muy especialmente preferida de 5 a 30% en peso, de un agente dispersivo pigmentario de la fórmula (IV), referido al peso del pigmento de base de la fórmula (I).

El pigmento de la fórmula (I) se conoce como C.I. Pigment Blue 80 (documento de solicitud de patente alemana DE-A-44.42.291). El compuesto de la fórmula (IV) se conoce a partir del documento de patente europea EP-0.504.923 B1.

Objeto del invento es también un procedimiento para la preparación de una formulación pigmentaria conforme al invento, que está caracterizado porque el agente dispersivo pigmentario de la fórmula (IV) y el compuesto de bencimidazolona-dioxazina de la fórmula (I) se mezclan uno con otro, o se hacen actuar uno sobre otro en un momento arbitrario de su proceso de preparación.

De manera preferida, la formulación pigmentaria se prepara por molienda de los componentes en forma seca, en forma húmeda o en suspensión.

Por lo demás, constituye un procedimiento de preparación preferido la adición del agente dispersivo pigmentario al pigmento de bencimidazolona-dioxazina durante la molienda o inmediatamente antes de un acabado (en inglés finish).

Una tercera variante de preparación es la mezcla en una forma seca antes de llevar a cabo una pulverización.

Por ejemplo, los componentes secos se pueden mezclar en una forma de granulado o de polvo antes o después de una molienda; uno de los componentes se puede añadir al otro componente en una forma húmeda o seca, por ejemplo mediante mezcla de los componentes en forma de la torta de prensa húmeda.

La mezcla se puede efectuar, por ejemplo, mediante una molienda en una forma seca, en una forma húmeda, por ejemplo, mediante amasadura, o en suspensión, o mediante una combinación de estos procedimientos. La molienda se puede llevar a cabo mediando una adición de agua, disolventes, lejías o agentes auxiliares de molienda tales como una sal. Se prefiere en particular la molienda con perlas a un pH comprendido entre 7,0 y 12,0. El pigmento en bruto de bencimidazolona-dioxazina, que habitualmente resulta en forma de cristales gruesos al realizar la síntesis química, se desmenuza, por ejemplo mediante una molienda en seco o en húmedo. Las bencimidazolona-dioxazinas finamente

cristalinas, que se forman en este caso, son sometidas a un tratamiento posterior, por lo general designado como un acabado, por ejemplo en agua y/o en disolventes, y en la mayoría de los casos bajo una temperatura elevada, por ejemplo, hasta de 200°C, y eventualmente bajo una presión elevada. Por supuesto que el agente dispersivo pigmentario se puede añadir también en porciones parciales en diferentes momentos.

5

La formulación pigmentaria conforme al invento puede pasar a emplearse como una torta de prensa preferiblemente acuosa o como un granulado húmedo, por regla general se trata, no obstante, de sistemas sólidos con una constitución pulverulenta, capaz de corrimiento, o de granulados.

10

En el caso de la desecación de una formulación pigmentaria húmeda, se pueden pasar a emplear los equipos de desecación conocidos, tales como armarios de desecación, aparatos secadores de rueda de alabes, aparatos secadores basculantes (de bamboleo), aparatos secadores por contacto y en particular aparatos secadores giratorios de evaporación instantánea (en inglés spinline) y aparatos secadores por atomización. Mediante la elección de un equipo de desecación adecuado se pueden producir también unos polvos pobres en polvo y capaces de corrimiento, o unos

15

granulados. Las formulaciones pigmentarias conformes al invento pueden contener, junto al pigmento de bencimidazolona-dioxazina y al agente dispersivo pigmentario, todavía otros agentes auxiliares u otras sustancias aditivas usuales, tales como, por ejemplo, agentes tensioactivos, agentes dispersivos pigmentarios y no pigmentarios, materiales de carga, agentes de ajuste, resinas, ceras, agentes antiespumantes, agentes contra el polvillo, extendedores, agentes antiestáticos, agentes colorantes para el matizado, por ejemplo P.V. 23, agentes conservantes, agentes retardadores de la desecación, aditivos para la regulación de la reología, agentes humectantes, antioxidantes, agentes biocidas, absorbedores de UV y fotoestabilizadores, de manera preferida en una proporción de 0,1 a 60% en peso, en particular de 0,5 a 35% en peso, referida al peso total de la formulación pigmentaria.

25

Como agentes tensioactivos entran en consideración sustancias aniónicas o aniónicamente activas, catiónicas o catiónicamente activas, y no iónicas o anfóteras, o mezclas de estos agentes.

30

Como sustancias aniónicamente activas entran en consideración, por ejemplo, tauridas de ácidos grasos, N-metil-tauridas de ácidos grasos, isetionatos de ácidos grasos, alquil-fenil-sulfonatos, por ejemplo el ácido dodecil-benceno-sulfónico, alquil-naftaleno-sulfonatos, alquil-fenol-poliglicol-éter-sulfatos, (alcohol graso)-poliglicol-éter-sulfatos, (amida de ácido graso)-poliglicol-éter-sulfatos, alquil-sulfo-succinatos, semiésteres de ácidos alquénil-succínicos, (alcohol graso)-poliglicol-éter-sulfosuccinatos, alcano-sulfonatos, (ácido graso)-glutamatos, alquil-sulfosuccinatos, sarcosidas de ácidos grasos; ácidos grasos, por ejemplo los ácidos palmítico, esteárico y oleico; las sales de estas sustancias aniónicas y jabones, por ejemplo sales de metales alcalinos de ácidos grasos, ácidos nafténicos y ácidos resínicos, por ejemplo ácido abiético, resinas solubles en álcalis, por ejemplo resinas de maleato modificadas con colofonia y productos de condensación sobre la base de cloruro cianúrico, taurina, N,N'-dietilaminopropil-amina y p-fenilen-diamina. Se prefieren productos de condensación sobre la base de cloruro cianúrico, taurina, N,N'-dietilaminopropil-amina y p-fenilen-diamina.

40

Como sustancias catiónicamente activas entran en consideración por ejemplo sales cuaternarias de amonio, compuestos oxialquilados de aminas grasas, poli(oxialquilen)aminas, poliaminas oxialquiladas, (amina grasa)-poliglicol-éteres, aminas primarias, secundarias o terciarias, por ejemplo, alquil-aminas, cicloalquil-aminas o alquil-aminas ciclizadas, en particular aminas grasas, di- y poliaminas derivadas de aminas grasas o de alcoholes grasos, y sus compuestos oxialquilados, imidazolininas derivadas de ácidos grasos, compuestos o resinas poliaminoamídicos/as o poliamínicos/as, con un índice de amina comprendido entre 100 y 800 mg de KOH por gramo del compuesto poliaminoamídico o poliamínico, y sales de estas sustancias catiónicamente activas, tales como por ejemplo acetatos o cloruros.

45

Como sustancias no ionógenas y anfóteras entran en cuestión por ejemplo carboxi-glicinatos de aminas grasas, óxidos de aminas, poliglicol-éteres de alcoholes grasos, ésteres poliglicólicos de ácidos grasos, betaínas, tales como (amida de ácido graso)-N-propil-betaínas, ésteres con ácidos fosfóricos de alcoholes alifáticos y aromáticos, alcoholes grasos o poliglicol-éteres de alcoholes grasos, compuestos etoxilados de amidas de ácidos grasos, aductos de alcoholes grasos y óxidos de alquilenos, y alquilfenol-poliglicol-éteres.

50

Por el concepto de agentes dispersivos no pigmentarios se entienden de manera preferida unas sustancias que estructuralmente no se derivan de pigmentos orgánicos. Ellos se añaden como agentes dispersivos o bien ya al realizar la preparación de pigmentos, pero con frecuencia también al realizar la incorporación de los pigmentos en los medios de aplicación que se han de teñir, por ejemplo al realizar la producción de barnices o tintas de impresión por dispersamiento de los pigmentos en los agentes aglutinantes correspondientes. Ellos pueden ser sustancias poliméricas, por ejemplo poliolefinas, poliésteres, poliéteres, poliamidas, poliiminas, poliacrilatos, poliisocianatos, copolímeros de bloques a base de los mismos, copolímeros a base de los correspondientes monómeros o polímeros de una clase, que han sido modificados con unos pocos monómeros de otra clase distinta. Estas sustancias poliméricas llevan grupos de anclaje polares tales como por ejemplo grupos hidroxilo, amino, imino y amonio, grupos de ácidos carboxílicos y carboxilatos, grupos de ácidos sulfónicos y sulfonatos o grupos de ácidos fosfónicos y fosfonatos, y pueden también estar modificados con sustancias aromáticas no pigmentarias. Pueden ser agentes dispersivos no pigmentarios, además, también sustancias aromáticas, que no se derivan de pigmentos orgánicos, que están modificadas químicamente con grupos funcionales. Tales agentes dispersivos no pigmentarios son conocidos para un experto en la especialidad y en parte son obtenibles en el comercio (p.ej. Solsperser®, de Avecia; Disperbyk®, de Byk-Chemie, Efka®, de Efka). Se

60

65

deben de mencionar a continuación de manera representativa algunos tipos, pero pueden pasar a emplearse sin embargo en principio otras sustancias arbitrarias que se han descrito, por ejemplo productos de condensación de isocianatos y alcoholes, di- o polioles, aminoalcoholes o di- o poliaminas, polímeros de ácidos hidroxi-carboxílicos, copolímeros de monómeros olefínicos o monómeros vinílicos, y ácidos y ésteres de ácidos carboxílicos etilénicamente insaturados, polímeros que contienen uretanos de monómeros etilénicamente insaturados, poliésteres modificados con uretanos, productos de condensación sobre la base de halogenuros cianúricos, polímeros que contienen compuestos nitroxílicos, poli(éster-amidas), poliamidas modificadas, polímeros acrílicos modificados, agentes dispersivos con una estructura a modo de peine a base de poliésteres y polímeros acrílicos, ésteres de ácidos fosfóricos, polímeros que se derivan de triazina, poliéteres modificados, o agentes dispersivos que se derivan de sustancias aromáticas no pigmentarias. En tal caso estas estructuras fundamentales son modificadas adicionalmente múltiples veces, por ejemplo por reacción química con otras sustancias, que llevan grupos funcionales, o mediante formación de sales.

Los grupos aniónicos de los agentes dispersivos no pigmentarios y pigmentarios, empleados como agentes auxiliares, de los agentes tensioactivos o de las resinas también pueden ser enlacados, por ejemplo, por medio de iones de Ca, Mg, Ba, Sr, Mn o Al o por medio de iones cuaternarios de amonio.

Por materiales de carga o respectivamente extendedores se entienden un gran número de sustancias de acuerdo con las normas DIN 55943 y DIN EN 971-1, por ejemplo los diferentes tipos de talco, caolín, mica, dolomita, carbonato de calcio (cal), sulfato de bario o dióxido de titanio. En este caso, se ha acreditado la adición de la formulación pigmentaria que se ha secado, especialmente antes de la pulverización.

Objeto del invento es también la utilización de la formulación pigmentaria conforme al invento para la pigmentación de materiales orgánicos de alto peso molecular, por ejemplo de materiales sintéticos, resinas, barnices, barnices en polvo, agentes colorantes para pinturas, materiales para electretos, tintas de impresión y simientes, pero en particular para barnizados de efectos, barnices para automóviles, barnices industriales, filtros cromáticos, tintas para impresión por chorros de tinta, tóneres y reveladores electrofotográficos y tintas electrónicas.

Materiales orgánicos de alto peso molecular, que pueden ser pigmentados con la formulación pigmentaria conforme al invento, son, por ejemplo, compuestos de celulosas, tales como, por ejemplo, éteres y ésteres de celulosas, tales como etil-celulosas, nitro-celulosas, acetatos de celulosas o butiratos de celulosas, agentes aglutinantes naturales, tales como, por ejemplo, ácidos grasos, aceites grasos, resinas y sus productos de transformación, o resinas artificiales, tales como policondensados, poliaductos, polímeros y copolímeros, tales como, por ejemplo, aminoplastos, en particular resinas de formaldehído y urea o melamina, resinas alquídicas, resinas acrílicas, fenoplastos y resinas fenólicas, tales como novolacas o resoles, resinas de urea, compuestos polivinílicos, tales como poli(alcoholes vinílicos), poli(vinil-acetales), poli(acetatos de vinilo) o poli(vinil-éteres), policarbonatos, poliolefinas, tales como un poliestireno, un poli(cloruro de vinilo), un polietileno o un polipropileno, poli(met)acrilatos y sus copolímeros, tales como poli(ésteres de ácido acrílico) o poli(acrilonitrilos), poliamidas, poliésteres, poliuretanos, resinas de cumarona e indeno y de hidrocarburos, resinas epoxídicas, resinas artificiales insaturadas (poliésteres, acrilatos) con los diferentes mecanismos de endurecimiento, ceras, resinas de aldehídos y cetonas, una goma (= un caucho vulcanizado), un caucho y sus derivados y latexes, caseína, siliconas y resinas de siliconas, individualmente o en mezclas. En este caso, carece de importancia que los mencionados compuestos orgánicos de alto peso molecular se presenten como masas plásticas, como masas fundidas o en forma de soluciones de hilatura, dispersiones, barnices, pinturas o tintas de impresión. Según sea la finalidad de utilización, se manifiesta como ventajoso utilizar las formulaciones pigmentarias de acuerdo con el invento como una mezcla preparada (en inglés "blend") o en forma de preparaciones o dispersiones.

Objeto del presente invento es, por lo tanto, también un material orgánico de alto peso molecular, que contiene una proporción eficaz colorísticamente de una formulación pigmentaria conforme al invento.

Referido al material orgánico de alto peso molecular, que se debe de pigmentar, la formulación pigmentaria conforme al invento se emplea en la mayoría de los casos en una proporción de 0,01 a 30% en peso, de manera preferida de 0,1 a 15% en peso.

Los tonos de colores azules rojizos de las formulaciones pigmentarias conformes al invento son muy especialmente bien adecuados para el conjunto de colores de filtros cromáticos rojo-verde-azul (R,G,B). Estos tres colores se presentan unos junto a otros como puntos de color separados, y al ser iluminados al trasluz desde detrás, forman una imagen a pleno color.

Típicos agentes colorantes para el punto de color rojo son pigmentos de pirrolopirrrol, quinacridona y pigmentos azoicos, tales como p.ej. P.R. 254, P.R. 209, P.R. 175 y P.O. 38, individualmente o mezclados. Para el punto de color verde se emplean típicamente agentes colorantes de ftalocianinas, tales como p.ej. P.G.36 y P.G.7. En caso necesario, a los respectivos puntos de color se les añaden todavía otros colores para el matizado. Para obtener los tonos de color rojo y verde se mezcla preferiblemente con un amarillo, por ejemplo, con P.Y. 138, 139, 150, 151, 180 y 213.

La formulación pigmentaria conforme al invento se distingue por sus sobresalientes propiedades colorísticas y reológicas, en particular por una alta estabilidad frente a la floculación, una fácil dispersabilidad, una buena reología, una alta fuerza cromática, una transparencia y una saturación (croma). Ella se puede dispersar fácilmente y hasta unas altas finuras en muchos medios de aplicación. También son muy buenas otras propiedades, tales como, por ejemplo, el brillo, la solidez frente al sobrebarnizado, la solidez frente a disolventes, la solidez frente a ácidos, las solidez

frente a la luz y las condiciones atmosféricas y una alta pureza del tono de color. Además, con las formulaciones pigmentarias conformes al invento se pueden conseguir unos tonos de color en la región de colores azules rojizos, que son demandados en el caso del empleo en filtros cromáticos. Aquí, ellos procuran un alto contraste y cumplen también los otros requisitos, que son planteados en el caso del empleo en filtros cromáticos, tales como una alta estabilidad

5 térmica o unas pendientes y estrechas bandas de absorción. Ellos se pueden preparar con una alta pureza y unos bajos contenidos de iones.

La preparación de los filtros cromáticos se puede efectuar según procedimientos usuales:

10 La formulación pigmentaria conforme al invento se dispersa en un sistema acuoso o no acuoso, que puede contener todavía otros componentes adicionales, tales como p.ej. agentes aglutinantes. Los agentes aglutinantes pueden ser termoplásticos, termoestables (duroplásticos) o fotosensibles. Ejemplos de agentes aglutinantes termoplásticos y termoestables comprenden acrilatos, ésteres acrílicos, poliimidas, poli(alcoholes vinílicos), epóxidos, poliésteres, me-

15 producida de esta manera, tiene una concentración de la formulación pigmentaria de 2,5 a 80% en peso.

Estas dispersiones (pastas para filtros cromáticos) se pueden aplicar entonces mediante un revestimiento giratorio (en inglés spincoating) o por medio de unos adecuados procedimientos convencionales de impresión (p.ej. los de flexografía, impresión offset, la impresión por serigrafía, la impresión por huecogrado y la impresión por sellado)

20 o mediante unos procedimientos de impresión sin contacto (p.ej. la impresión con chorros de tinta), sobre el material de soporte para los filtros cromáticos, típicamente una placa de vidrio. Los puntos de imagen se pueden producir también mediante una termosublimación, una termotransferencia, una electrodeposición o mediante otros adecuados procedimientos de aplicación.

25 La concentración típica empleada de las formulaciones pigmentarias conformes al invento en la película aplicada de filtro cromático se sitúa entre 5 y 95% en peso, de manera preferida entre 20 y 80% en peso, de manera muy especialmente preferida entre 40 y 60% en peso, referida al peso total de la película del filtros cromáticos.

El procedimiento aplicado más frecuentemente es el revestimiento giratorio. En este caso, en unos sistemas de

30 fotorreserva adecuados se aplican consecutivamente los puntos de imagen p.ej. R, G, B.

Una capa de fotorreserva aplicada es sometida p.ej. a una radiación, a continuación es revelada, de tal manera que sólo queden unos puntos de imagen individuales de la capa coloreada.

35 Este procedimiento se repite luego para otros colores, de tal manera que al final están situados unos junto a otros unos puntos de imagen (píxeles) R, G, B ó Y, M, C, que son igual de grandes. Para la mayoría de los procedimientos de aplicación, tales como p.ej. el fotolitográfico (tecnología de fotorreserva), los disolventes, de manera preferida los disolventes orgánicos, son un componente necesario. Fundamentalmente se adecuan todos los disolventes orgánicos polares o no polares, que, según sea el procedimiento de aplicación, deben de cumplir todavía otras propiedades, tales

40 como una compatibilidad o incompatibilidad con agua, una estabilidad térmica o unos aspectos relevantes desde los puntos de vista de seguridad y ecotoxicología.

Usuales disolventes son acetato de etil-cellosolve, di(etilenglicol)-alquil-éteres (p.ej. di(etilenglicol)-monoetil-éter, di(etilenglicol)-dimetil-éter), acetatos de propilenglicol-alquil-éteres (p.ej. acetato de propilenglicol-monometil-éter);

45 acetatos de etilenglicol-alquil-éteres (p.ej. acetato de etilenglicol-monoetil-éter), N-metil-pirrolidona, cetonas (p.ej. metil-etil-cetona, ciclohexanona y ciclopentanona), alcoholes, hidrocarburos aromáticos, ésteres (p.ej. etil-3-etoxi-propionato) y ésteres cíclicos.

Estos disolventes se pueden emplear individualmente o en combinación unos con otros.

50 Las formulaciones pigmentarias conformes al invento se adecuan también como agentes colorantes en tóneres y reveladores electrofotográficos, tales como, por ejemplo, tóneres en polvo de un solo componente o de dos componentes (también llamados reveladores de un solo componente o de dos componentes), tóneres magnéticos, tóneres líquidos, tóneres de látex, tóneres de polimerización, así como tóneres especiales. Las partículas de tóneres se pueden

55 utilizar también para aplicaciones cosméticas y farmacéuticas, p.ej. para el revestimiento de tabletas. Típicos agentes aglutinantes para tóneres son resinas de polimerización, de poliadición y de policondensación, tales como resinas epoxídicas de estireno, de acrilato y estireno, de estireno y butadieno, de acrilato, de poliésteres y de fenoles, polisulfonas, poliuretanos, individualmente o en combinación, así como polietilenos y polipropilenos, que pueden contener todavía otras sustancias constituyentes (ingredientes), tales como agentes reguladores de las cargas eléctricas, ceras o agentes

60 auxiliares de fluidez, o se pueden modificar posteriormente con estos aditivos.

Los tóneres o reveladores electrofotográficos contienen un usual agente aglutinante para tóneres y entre 0,1 y 80% en peso, de manera preferida entre 1 y 40% en peso y de manera especialmente preferida entre 3 y 20% en peso de una formulación pigmentaria conforme al invento, y entre 0 y 20% en peso, de manera preferida entre 0,1 y 5% en

65 peso, en cada caso referido al peso total del tóner o revelador, de un agente regulador de las cargas eléctricas, escogido entre la clase formada por los trifenil-metanos, compuestos de amonio e imonio; compuestos fluorados de amonio e imonio, amidas biscatiónicas de ácidos; compuestos poliméricos de amonio; compuestos de dialil-amonio, derivados de sulfuros de arilo, derivados de fenoles, compuestos de fosfonio, y compuestos de fosfonio fluorados; cáliz(n)arenos;

ES 2 321 978 T3

ciclodextrinas; sales de poliésteres; compuestos complejos de metales; compuestos complejos de ciclooligosacáridos y boro, compuestos complejos entre polielectrólitos; bencimidazolonas; azinas, tiazinas u oxazinas.

Los tóneres electrofotográficos pueden contener también además todavía ciertas ceras. Por lo demás; las ceras se pueden utilizar también como un concentrado dispersado previamente, pudiendo los concentrados (tandas patrones en inglés masterbatch) ser de múltiples componentes:

Unos componentes son los agentes colorantes conformes al invento, las resinas, los agentes reguladores de las cargas eléctricas y sus combinaciones.

Además, las formulaciones pigmentarias conformes al invento se adecuan como agentes colorantes en tintas para impresión por chorros de tinta sobre una base acuosa y no acuosa, en tintas en microemulsión así como en aquellas tintas que trabajan según el procedimiento de fusión en caliente (en inglés hot melt).

Las tintas para impresión por chorros de tinta contienen, por lo general, en total de 0,5 a 25% en peso, de manera preferida de 1,5 a 8% en peso, (calculado en seco), de una formulación pigmentaria conforme al invento.

Las tintas en microemulsión se basan en disolventes orgánicos, agua y eventualmente una sustancia hidrófoba adicional (un mediador interfacial). Las tintas en microemulsión contienen, por lo general, de 0,5 a 15% en peso, de manera preferida de 1,5 a 8% en peso, de una formulación pigmentaria conforme al invento, de 5 a 99% en peso de agua y de 0,5 a 94,5% en peso de un disolvente orgánico y/o un compuesto hidrófobo.

Las tintas para impresión por chorros de tinta, basadas en disolventes (en inglés solvent based), contienen de manera preferida de 0,5 a 15% en peso de una formulación pigmentaria conforme al invento, de 85 a 99,5 % en peso de un disolvente orgánico y/o compuestos hidrófobos.

Las tintas de fusión en caliente se basan en la mayoría de los casos en ceras, ácidos grasos, alcoholes grasos o sulfonamidas, que son sólidos/as a la temperatura ambiente y que se vuelven líquidos/as al calentarlos/as, estando situado el intervalo preferido de fusión entre aproximadamente 60°C y aproximadamente 140°C. Las tintas para impresión por chorros de tinta de fusión en caliente se componen p.ej. esencialmente de 20 a 90% en peso de una cera y de 1 a 10% en peso de una formulación pigmentaria conforme al invento. Además pueden estar contenidos de 0 a 20% en peso de un polímero adicional (como "disolvente del colorante"), de 0 a 5% en peso de agentes auxiliares dispersivos, de 0 a 20% en peso de agentes modificadores de la viscosidad, de 0 a 20 % en peso de agentes plastificantes, de 0 a 10% en peso de un aditivo para conferir pegajosidad, de 0 a 10 % en peso de un agente estabilizador de la transparencia (que impide p.ej. la cristalización de las ceras) así como de 0 a 2% en peso de un agente antioxidante. Además, las formulaciones pigmentarias conformes al invento son adecuadas también como agentes colorantes para tintas electrónicas (en inglés "electronic inks" o respectivamente "e-inks") o para papeles electrónicos (en inglés "electronic paper", o respectivamente "e-paper").

La mayor parte de los actuales barnizados de automóviles están constituidos por los denominados revestimientos de efectos. Uno de estos efectos se consigue por medio de unos pigmentos metálicos o minerales, en forma de plaquitas, y se distingue por una impresión cromática o de luminosidad (claridad), que depende del ángulo de observación. Para la combinación con tales "pigmentos de efectos" es conveniente escoger aquellos pigmentos orgánicos que no perturben al efecto metálico. Por lo tanto, en primer lugar se adecuan a este fin ciertos pigmentos transparentes, que dispersan la luz solamente en un grado pequeño: Cuanto más transparente sea el pigmento orgánico, tanto más pronunciado será el efecto dependiente del ángulo de los pigmentos de efectos en un revestimiento.

Puesto que los tonos cromáticos metálicos al pastel son cada vez más deseados y los pigmentos que absorben fuertemente, tales como p.ej. negro de carbono y azules, violetas y verdes debilitan asimismo el efecto metálico, ellos se emplean frecuentemente en una pequeña concentración. Por lo tanto, se prefieren unos pigmentos orgánicos, que incluso en unas pequeñas concentraciones presentan una excelente solidez frente a las condiciones atmosféricas y una fuerza cromática suficientemente alta, a fin de realizar una contribución cromática al efecto metálico. Este requisito planteado a los pigmentos orgánicos - una alta fuerza cromática acompañada por una alta solidez frente a las condiciones atmosféricas, en una pequeña concentración de empleo - limita grandemente la elección de pigmentos adecuados, lo que conduce en la práctica a unos compromisos en cuanto a la intensidad del efecto o en la formulación de tonos cromáticos al pastel.

La formulación pigmentaria de color azul, conforme al invento, cumple todos estos requisitos de una manera prácticamente ideal: Es transparente, tiene un color extremadamente intenso y, no obstante, es muy estable frente a las condiciones atmosféricas todavía en concentraciones pequeñísimas.

La distribución de tamaños de partículas de la formulación pigmentaria conforme al invento es de banda muy estrecha, lo que constituye un criterio importante para la idoneidad en filtros cromáticos. Una medida del carácter de banda estrecha de la distribución de tamaños de partículas la constituyen las magnitudes características d_{25} , d_{50} y d_{95} , que deberían estar situadas de la manera más cercana unas de otras que sea posible. En el sentido del presente invento se prefieren unas formulaciones pigmentarias con una d_{95} menor que 200 nm, en particular menor que 100 nm, con una d_{50} menor que 100 nm, en particular menor que 50 nm, y con una d_{25} menor que 80 nm, en particular menor que 45 nm.

A fin de acceder a unas distribuciones en una banda especialmente estrecha de los tamaños de las partículas, p.ej. una d_{05} menor que 60 nm y una d_{25} menor que 30 nm, la molienda en húmedo en un molino de perlas, que se ha descrito precedentemente, se puede combinar con una molienda realizada antes de ella, esta molienda realizada antes es de manera preferida una molienda en seco, p.ej. en un molino oscilante.

La formulación pigmentaria de color azul conforme al invento se puede emplear individualmente o en combinación con unos adecuados pigmentos orgánicos o inorgánicos, o en combinación con colorantes, y ciertamente en forma de una mezcla en la dispersión (una pasta para filtro cromático). Las formulaciones pigmentarias sirven o bien como agentes colorantes de matizado, que se pueden añadir en unas proporciones de 1% en peso a 49% en peso, tal como p.ej. al matizar el Pigment Blue 15, o las formulaciones pigmentarias son los componentes principales.

Como pigmentos orgánicos entran en consideración en principio todos los pigmentos monoazoicos, disazoicos, azoicos enlacados, de β -naftol, de naftol AS, de bencimidazolona, de condensación disazoicos, pigmentos de compuestos complejos azoicos con metales, y pigmentos policíclicos tales como, por ejemplo, pigmentos de ftalocianina, quinacridona, perileno, perinona, tioíndigo, antantrona, antraquinona, flavantrona, indantrona, isoviolantrona, pirantrona, dioxazina, quinoftalona, isoindolinona, isoindolina y dicetopirrolpirrol, o negros de carbono.

En particular, también se adecuan unos pigmentos modificados superficialmente, cuya superficie se había modificado mediante procesos químicos, tales como, por ejemplo, una sulfonación o diazotación, y que habían sido provistos de grupos funcionales, que eventualmente llevan cargas eléctricas, o de cadenas poliméricas (en la bibliografía de habla inglesa designados como “self-dispersing pigments” (pigmentos auto-dispersivos) o respectivamente “graft pigments” (pigmentos de injerto)).

Adecuados pigmentos inorgánicos son, por ejemplo, dióxidos de titanio, sulfuros de zinc, óxidos de hierro, óxidos de cromo, ultramarinos, óxidos de antimonio, titanio de níquel o de cromo, óxidos de cobalto así como vanadatos de bismuto.

Como colorantes orgánicos entran en consideración de manera preferida unos colorantes solubles en disolventes, tales como colorantes en disolventes (en inglés “solvent dyes”) y colorantes grasos, pero también colorantes ácidos, colorantes directos, colorantes azufrados y su forma leuco, colorantes de compuestos complejos de metales o colorantes reactivos, pudiéndose emplear también en el caso de los colorantes reactivos unos colorantes que han reaccionado con agentes nucleófilos.

Como una selección ilustrativa de pigmentos orgánicos especialmente preferidos, se han de citar en este caso pigmentos de negro de carbono, tales como p.ej. negros de carbono de gas o de horno ((en inglés “gas or furnace carbon black”)); pigmentos monoazoicos y disazoicos, en particular los pigmentos del Colour Index, individualmente o en combinación, tales como p.ej.:

Pigment Red (rojo) 2, Pigment Red 3, Pigment Red 4, Pigment Red 5, Pigment Red 9, Pigment Red 12, Pigment Red 14, Pigment Red 38, Pigment Red 48:2, Pigment Red 48:3, Pigment Red 48:4, Pigment Red 53:1, Pigment Red 57:1, Pigment Red 112, Pigment Red 122, Pigment Red 144, Pigment Red 146, Pigment Red 147, Pigment Red 149, Pigment Red 168, Pigment Red 169, Pigment Red 170, Pigment Red 175, Pigment Red 176, Pigment Red 177, Pigment Red 179, Pigment Red 181, Pigment Red 184, Pigment Red 185, Pigment Red 187, Pigment Red 188, Pigment Red 207, Pigment Red 208, Pigment Red 209, Pigment Red 210, Pigment Red 214, Pigment Red 242, Pigment Red 247, Pigment Red 253, Pigment Red 254, Pigment Red 256, Pigment Red 257, Pigment Red 262, Pigment Red 263, Pigment Red 266, Pigment Red 269, Pigment Red 274, Pigment Violet (violeta) 19 o Pigment Violet 37, Pigment Yellow (amarillo) 1, Pigment Yellow 3, Pigment Yellow 12, Pigment Yellow 13, Pigment Yellow 14, Pigment Yellow 16, Pigment Yellow 17, Pigment Yellow 73, Pigment Yellow 74, Pigment Yellow 81, Pigment Yellow 83, Pigment Yellow 87, Pigment Yellow 97, Pigment Yellow 111, Pigment Yellow 120, Pigment Yellow 126, Pigment Yellow 127, Pigment Yellow 128, Pigment Yellow 139, Pigment Yellow 151, Pigment Yellow 154, Pigment Yellow 155, Pigment Yellow 173, Pigment Yellow 174, Pigment Yellow 175, Pigment Yellow 176, Pigment Yellow 180, Pigment Yellow 181, Pigment Yellow 191, Pigment Yellow 194, Pigment Yellow 196, Pigment Yellow 213, Pigment Yellow 214, Pigment Orange (anaranjado) 5, Pigment Orange 13, Pigment Orange 34, Pigment Orange 36, Pigment Orange 38, Pigment Orange 43, Pigment Orange 62, Pigment Orange 68, Pigment Orange 70, Pigment Orange 72 o Pigment Orange 74; Pigment Green (verde) 7 o Pigment Green 36, Pigment Blue (azul) 15, Pigment Blue 15:1, Pigment Blue 15:2, Pigment Blue 15:3, Pigment Blue 15:4, Pigment Blue 15:6, Pigment Blue 16, Pigment Blue 56, Pigment Blue 60 o Pigment Blue 61.

De manera preferida, las formulaciones pigmentarias conformes al invento se emplean para el matizado de pigmentos de colores verde, azul y rojo. Se prefieren en particular unas combinaciones de la formulación pigmentaria conforme al invento con C.I. Pigment Blue 15:6 y/o con C.I. Pigment Violet 23.

La formulación pigmentaria conforme al invento es muy transparente, tiene, incluso en pequeñas concentraciones, una excelente solidez frente a las condiciones atmosféricas, y posee una fuerza cromática lo suficientemente alta.

A fin de valorar las propiedades de los pigmentos en el sector de los barnices en sistemas de barnices exentos de agua, que están basados en disolventes, entre el gran número de los barnices conocidos se seleccionaron: un barniz de una resina alquídica y de melamina sobre la base de una resina alquídica media en aceite y de una resina de melamina

ES 2 321 978 T3

(AM) eterificada con butanol, y un barniz de curado en horno de una resina acrílica con un alto contenido de materiales sólidos (en inglés high solid), sobre la base de una suspensión no acuosa (HSS), así como un barniz acuoso sobre la base de un barniz de poliuretano (WBL) acuoso, altamente polar.

5 La determinación de las propiedades colorísticas se efectuó de acuerdo con la norma DIN 55.986. La reología del material molido después del dispersamiento (reología de la base de molienda) se valoró visualmente con ayuda de la siguiente escala de cinco etapas

- 5 muy fluida
- 10 4 fluida
- 3 espesa
- 15 2 ligeramente congestionada
- 1 congestionada

20 La determinación de la viscosidad se efectuó después de la dilución del material molido hasta la concentración final del pigmento, con la viscoespátula según Rossmann, del tipo 301, de la entidad Erichsen.

En los siguientes Ejemplos, las partes significan partes en peso.

Ejemplo de comparación A

25 En una carga previa agitada se disponen previamente 400 partes de un pigmento en bruto (Pigment Blau 80) en 4 litros de agua. Esta suspensión se muele en un molino de bolas con mecanismo agitador del tipo Drais DCP SF 12 (fabricante: Draiswerke GmbH, Mannheim, Alemania), que está cargado con 2.200 partes de perlas de óxidos mixtos de zirconio, con un diámetro de 0,3 a 0,4 mm, como cuerpos de molienda, que se hace funcionar con una velocidad

30 periférica del mecanismo agitador de 11,8 m/s así como con una densidad de potencia específica de 2,0 kW por litro del recinto de molienda y con una duración de permanencia de 20 minutos a 20°C.

A 200 partes de la suspensión de molienda se le añaden 143 partes de iso-butanol. Después de haber agitado durante varias horas a la temperatura de ebullición, el alcohol se elimina mediante una destilación con vapor de agua, la suspensión se filtra con succión, la torta de prensa se lava y se seca a 80°C. Se obtienen 17,0 partes de un pigmento.

35 La formulación pigmentaria se muele a través de un molino de púas.

Se obtiene un polvo bien cristalino, que, al realizar la comprobación en un barniz de AM proporciona unos barnizados muy turbios, de color muy débil. La reología del agente colorante para barniz se clasifica con la nota 5.

40

Ejemplo de comparación B

En una carga previa agitada se disponen previamente 348 partes de un pigmento en bruto (Pigment Blau 80), 52 partes de un agente dispersivo pigmentario (documento de solicitud de patente japonesa JP 2005 049.636 A, compuesto A-48) y 20 partes de NaOH al 10%, en total en 4 litros de agua. Esta suspensión se muele en un molino de bolas con mecanismo agitador del tipo Drais DCP SF 12 (fabricante: Draiswerke GmbH, Mannheim, Alemania), que está cargado con 2.200 partes de perlas de óxidos mixtos de zirconio, con un diámetro de 0,3 a 0,4 mm, como cuerpos de molienda, y que se hace funcionar con una velocidad periférica del mecanismo agitador de 11,8 m/s así como con una densidad de potencia específica de 2,0 kW por litro del recinto de molienda, con una duración de permanencia de 15

50 minutos a 20 hasta 50°C.

A 150 partes de la suspensión de molienda se le añaden 124 partes de iso-butanol. Después de haber agitado durante varias horas a la temperatura de ebullición, el alcohol se elimina mediante una destilación con vapor de agua, la suspensión se filtra con succión, la torta de prensa se lava y se seca a 80°C. Se obtienen 14,6 partes de una formulación pigmentaria. La formulación pigmentaria se muele a través de un molino de púas.

55

Se obtiene un polvo bien cristalino, que al realizar la comprobación en un barniz de HSS proporciona unos barnizados que son extremadamente cubrientes en tono lleno.

Ejemplo 1

En una carga previa agitada se disponen previamente 348 partes de un pigmento en bruto (Pigment Blau 80) y 52 partes del agente dispersivo pigmentario (IV) con m igual a 1 en 4 litros de agua. Esta suspensión se muele en un molino de bolas con mecanismo agitador del tipo Drais DCP SF 12 (fabricante: Draiswerke GmbH, Mannheim, Alemania), que está cargado con 2.200 partes de perlas de óxidos mixtos de zirconio, con un diámetro de 0,3 a 0,4 mm, como cuerpos de molienda, y que se hace funcionar con una velocidad periférica del mecanismo agitador de 11,8 m/s así como con una densidad de potencia específica de 2,0 kW por litro del recinto de molienda, con una duración de permanencia de 15 minutos a 20 hasta 50°C.

65

ES 2 321 978 T3

A 200 partes de la suspensión de molienda se le añaden 143 partes de iso-butanol. Después de haber agitado durante varias horas a la temperatura de ebullición, el alcohol se elimina mediante una destilación con vapor de agua, la suspensión se filtra con succión, la torta de prensa se lava y se seca a 80°C. Se obtienen 17,4 partes de una formulación pigmentaria. La formulación pigmentaria se muele a través de un molino de púas.

Se obtiene un polvo bien cristalino, que, al realizar la comprobación en un barniz de AM proporciona unos barnizados muy puros, de color intenso. La reología del agente colorante para barniz se clasifica con la nota 5.

Ejemplo 2

En una carga previa agitada se disponen previamente 348 partes de un pigmento en bruto (Pigment Blau 80), 52 partes del agente dispersivo pigmentario (IV) con m igual a 1 y 270 partes de NaOH al 10%, en total en 4 litros de agua. Esta suspensión se muele en un molino de bolas con mecanismo agitador del tipo Drais DCP SF 12 (fabricante: Draiswerke GmbH, Mannheim, Alemania), que está cargado con 2.200 partes de perlas de óxidos mixtos de zirconio, con un diámetro de 0,3 a 0,4 mm, como cuerpos de molienda, y que se hace funcionar con una velocidad periférica del mecanismo agitador de 11,8 m/s así como con una densidad de potencia específica de 2,0 kW por litro del recinto de molienda, con una duración de permanencia de 15 minutos a 20 hasta 50°C.

A 200 partes de la suspensión de molienda se le añaden 143 partes de iso-butanol. Después de haber agitado durante varias horas a la temperatura de ebullición, el alcohol se elimina mediante una destilación con vapor de agua, la suspensión se filtra con succión, la torta de prensa se lava y se seca a 80°C. Se obtienen 17,4 partes de una formulación pigmentaria. La formulación pigmentaria se muele a través de un molino de púas.

Se obtiene un polvo bien cristalino, que al realizar la comprobación en el barniz de HSS proporciona unos barnizados muy puros, de color intenso, que son transparentes en tono lleno. La reología del agente colorante para barniz se clasifica con la nota 4.

Ejemplo 3

En una carga previa agitada se disponen previamente 348 partes de un pigmento en bruto (Pigment Blau 80), 52 partes del agente dispersivo pigmentario (IV) con m igual a 1, 20 partes de un poliacrilato modificado, usual en el comercio, y 300 partes de NaOH al 10%, en total en 4 litros de agua. Esta suspensión se muele en un molino de bolas con mecanismo agitador del tipo Drais DCP SF 12 (fabricante: Draiswerke GmbH, Mannheim, Alemania), que está cargado con 2.200 partes de perlas de óxidos mixtos de zirconio, con un diámetro de 0,3 a 0,4 mm, como cuerpos de molienda, y que se hace funcionar con una velocidad periférica del mecanismo agitador de 11,8 m/s así como con una densidad de potencia específica de 2,0 kW por litro del recinto de molienda, con una duración de permanencia de 15 minutos a 20 hasta 50°C.

A 200 partes de la suspensión de molienda se le añaden 143 partes de iso-butanol. Después de haber agitado durante varias horas a la temperatura de ebullición, el alcohol se elimina mediante una destilación con vapor de agua, la suspensión se filtra con succión, la torta de prensa se lava y se seca a 80°C. Se obtienen 17,6 partes de una formulación pigmentaria. La formulación pigmentaria se muele a través de un molino de púas.

Se obtiene un polvo bien cristalino, que al realizar la comprobación en el barniz de HSS proporciona unos barnizados muy puros, de color intenso, que son transparentes en tono lleno. La reología del agente colorante para barniz se clasifica con la nota 4.

Ejemplo 4

En una carga previa agitada se disponen previamente 348 partes de un pigmento en bruto (Pigment Blau 80), 52 partes del agente dispersivo pigmentario (IV) con m igual a 1, 36 partes de un polímero de bloques de un poliacrilato usual en el comercio y 330 partes de NaOH al 10%, en total en 4 litros de agua. Esta suspensión se muele en un molino de bolas con mecanismo agitador del tipo Drais DCP SF 12 (fabricante: Draiswerke GmbH, Mannheim, Alemania), que está cargado con 2.200 partes de perlas de óxidos mixtos de zirconio, con un diámetro de 0,3 a 0,4 mm, como cuerpos de molienda, y que se hace funcionar con una velocidad periférica del mecanismo agitador de 11,8 m/s así como con una densidad de potencia específica de 2,0 kW por litro del recinto de molienda, con una duración de permanencia de 15 minutos a 20 hasta 50°C.

A 200 partes de la suspensión de molienda se le añaden 143 partes de iso-butanol. Después de haber agitado durante varias horas a la temperatura de ebullición, el alcohol se elimina mediante una destilación con vapor de agua, la suspensión se filtra con succión, la torta de prensa se lava y se seca a 80°C. Se obtienen 17,2 partes de una formulación pigmentaria. La formulación pigmentaria se muele a través de un molino de púas.

Se obtiene un polvo bien cristalino, que al realizar la comprobación en el barniz de HSS proporciona unos barnizados muy puros, de color intenso, que son transparentes en tono lleno. La reología del agente colorante para barniz se clasifica con la nota 4.

ES 2 321 978 T3

La investigación de la distribución de tamaños de partículas de las partículas primarias proporciona las siguientes magnitudes características:

$d_{25} = 44 \text{ nm}$, $d_{50} = 56 \text{ nm}$, $d_{75} = 70 \text{ nm}$, $d_{95} = 101 \text{ nm}$. Relación de la longitud a la anchura: 1,69:1

Ejemplo 5

En una carga previa agitada se disponen previamente 352 partes de un pigmento en bruto (Pigment Blau 80), 46 partes del agente dispersivo pigmentario (IV) con m igual a 1, 32 partes de un poliacrilato usual en el comercio, 12 partes de un poli(dimetil-siloxano) modificado, usual en el comercio, y 268 partes de NaOH al 10%, en total en 4 litros de agua. Esta suspensión se muele en un molino de bolas con mecanismo agitador del tipo Drais DCP SF 12 (fabricante: Draiswerke GmbH, Mannheim, Alemania), que está cargado con 2.200 partes de perlas de óxidos mixtos de zirconio, con un diámetro de 0,3 a 0,4 mm, como cuerpos de molienda, y que se hace funcionar con una velocidad periférica del mecanismo agitador de 11,8 m/s así como con una densidad de potencia específica de 2,0 kW por litro del recinto de molienda, con una duración de permanencia de 15 minutos a 20 hasta 50°C.

A 200 partes de la suspensión de molienda se le añaden 143 partes de iso-butanol. Después de haber agitado durante varias horas a la temperatura de ebullición, el alcohol se elimina mediante una destilación con vapor de agua, la suspensión se filtra con succión, la torta de prensa se lava y se seca a 80°C. Se obtienen 17,4 partes de una formulación pigmentaria. La formulación pigmentaria se muele a través de un molino de púas.

Se obtiene un polvo bien cristalino, que al realizar la comprobación en el barniz de WBL proporciona unos barnizados muy puros, de color intenso, que son transparentes en tono lleno. La reología del agente colorante para barniz se clasifica con la nota 4.

Ejemplo 6

En una carga previa agitada se disponen previamente 354 partes de un pigmento en bruto (Pigment Blau 80), 46 partes del agente dispersivo pigmentario (IV) con m igual a 1, 32 partes de un poliacrilato usual en el comercio, 12 partes de un poli(dimetil-siloxano) modificado, usual en el comercio, y 70 partes de NaOH al 10% en 4 litros de agua. Esta suspensión se muele en un molino de bolas con mecanismo agitador del tipo Drais DCP SF 12 (fabricante: Draiswerke GmbH, Mannheim, Alemania), que está cargado con 2.200 partes de perlas de óxidos mixtos de zirconio, con un diámetro de 0,3 a 0,4 mm como cuerpos de molienda, y que se hace funcionar con una velocidad periférica del mecanismo agitador de 11,8 m/s así como con una densidad de potencia específica de 2,0 kW por litro del recinto de molienda, con una duración de permanencia de 15 minutos a 20 hasta 50°C.

A 200 partes de la suspensión de molienda se le añaden 0,9 partes de un producto de condensación sobre la base de cloruro cianúrico, taurina, N,N'-dietilamino-propil-amina y p-fenilendiamina y 143 partes de iso-butanol. Después de haber agitado durante varias horas a la temperatura de ebullición, el alcohol se elimina mediante una destilación con vapor de agua, se ajusta a pH 4 con ácido fórmico, la suspensión se filtra con succión, la torta de prensa se lava y se seca a 80°C. Se obtienen 18,3 partes de una formulación pigmentaria. La formulación pigmentaria se muele a través de un molino de púas.

Se obtiene un polvo bien cristalino, que al realizar la comprobación en el barniz de WBL proporciona unos barnizados muy puros, de color intenso, que son transparentes en tono lleno. La reología del agente colorante para barniz se clasifica con la nota 3.

La investigación de la distribución de tamaños de partículas de las partículas primarias proporciona las siguientes magnitudes características:

$d_{25} = 42 \text{ nm}$, $d_{50} = 53 \text{ nm}$, $d_{75} = 67 \text{ nm}$, $d_{95} = 88 \text{ nm}$. Relación de la longitud a la anchura: 1,65:1

Ejemplo 7

27 partes de un pigmento en bruto de cristales gruesos (Pigment Blau 80) se introducen en un recipiente cilíndrico de un material sintético con una capacidad de 1 litro, que está cargado con 16 g de cloruro de sodio anhidro y 1.400 partes de Cylpebs (a base de corindón, de 12 mm de diámetro, fabricante: Groß GmbH, Hof, Alemania) como cuerpos de molienda. La mezcla se muele finamente luego durante 8 horas mediando sacudimiento en un molino oscilante (del tipo Vibratom® fabricante: Siebtechnik Mühlheim, Alemania) a 1.400 revoluciones por minuto, círculo de oscilación 4 mm. Después de esto, el material molido se separa por tamizado con respecto de los cuerpos de molienda. Se obtienen 39 partes de un material molido.

A 35 partes del material molido se le añaden 350 partes de iso-butanol y 2,1 partes de un agente dispersivo pigmentario (IV) con m igual a 1. Después de haber agitado durante varias horas a la temperatura de ebullición, el alcohol se elimina mediante destilación con vapor de agua, la suspensión se filtra con succión, la torta de prensa se lava y se seca a 80°C. Se obtienen 22,7 partes de una formulación pigmentaria. La formulación pigmentaria se muele a través de un molino de púas.

ES 2 321 978 T3

Se obtiene un polvo bien cristalino, que proporciona en el ensayo en un barniz de AM unos barnizados con una fuerza cromática moderada. La reología del agente colorante para barniz se clasifica con la nota 5.

Ejemplo 8

27 partes de un pigmento en bruto de cristales gruesos (Pigment Blau 80) y 3 partes del agente dispersivo pigmentario (IV) con m igual a 1 se introducen en un recipiente cilíndrico de un material sintético con una capacidad de 1 litro, que está cargado con 1.400 partes de Cylpebs (a base de corindón, de 12 mm de diámetro, fabricante: Groß GmbH, Hof, Alemania) como cuerpos de molienda. La mezcla se muele finamente por fin durante 8 horas mediando sacudimiento sobre un molino oscilante (del tipo Vibratom® fabricante: Siebtechnik Mühlheim, Alemania) a 1.400 revoluciones por minuto, círculo de oscilación 4 mm. Después de esto, el material molido se separa por tamizado con respecto de los cuerpos de molienda. Se obtienen 29 partes de un material molido.

A 40,5 partes del material molido se le añaden 350 partes de iso-butanol. Después de haber agitado durante varias horas a la temperatura de ebullición, el alcohol se elimina mediante destilación con vapor de agua, la suspensión se filtra con succión, la torta de prensa se lava y se seca a 80°C. Se obtienen 27,4 partes de una formulación pigmentaria. La formulación pigmentaria se muele a través de un molino de púas.

Se obtiene un polvo bien cristalino, que proporciona en el ensayo en un barniz de AM unos barnizados con una fuerza cromática moderada. La reología del agente colorante para barniz se clasifica con la nota 5.

La investigación de la distribución de tamaños de partículas de las partículas primarias proporciona las siguientes magnitudes características:

$d_{25} = 19$ nm, $d_{50} = 24$ nm, $d_{75} = 31$ nm, $d_{95} = 43$ nm. Relación de la longitud a la anchura: 1,63:1

Ejemplo 9

En un recipiente de un material sintético, que está cargado hasta en un 55% en volumen con 17.670 partes de bolas de acero inoxidable con un diámetro de 10 mm, como cuerpos de molienda, se cargan 210 partes del un pigmento en bruto y 1.050 partes de sulfato de sodio anhidro. Se muele durante 48 horas a un 75% del número crítico de revoluciones sobre una mesa rodante. A continuación, el material molido se separa por tamizado con respecto de los cuerpos de molienda, se suspende en agua, se filtra con succión, se lava con agua hasta quedar exento de sulfatos y se seca a 80°C. Se obtienen 207,4 partes de un material molido.

Ejemplo 10

A 54 partes del material molido del Ejemplo 9 se le añaden 200 partes de iso-butanol, así como 2 partes del agente dispersivo pigmentario (IV) con m igual a 1. Después de haber agitado durante varias horas a la temperatura de ebullición, el alcohol se elimina mediante destilación con vapor de agua, la suspensión se filtra con succión, la torta de prensa se lava y se seca a 80°C. Se obtienen 21,2 partes de una formulación pigmentaria. La formulación pigmentaria se muele a través de un molino de púas.

Se obtiene un polvo bien cristalino, que proporciona en la comprobación en un barniz de AM unos barnizados de color intenso. La reología del agente colorante para barniz se clasifica con la nota 5.

Ejemplo 11

27 partes de un pigmento en bruto de cristales gruesos (Pigment Blau 80) y 3 partes del agente dispersivo pigmentario (IV) con m igual a 1 se introducen en un recipiente cilíndrico de un material sintético con una capacidad de 1 litro, que está cargado con 1.400 partes de Cylpebs (a base de corindón, de 12 mm de diámetro, fabricante: Groß GmbH, Hof, Alemania) como cuerpos de molienda. La mezcla se muele finamente por fin durante 8 horas mediando sacudimiento en un molino oscilante (del tipo Vibratom® fabricante: Siebtechnik Mühlheim, Alemania) a 1.400 revoluciones por minuto, círculo de oscilación 4 mm. Después de esto, el material molido se separa por tamizado con respecto de los cuerpos de molienda. Se obtienen 29 partes de un material molido.

En una carga previa agitada se disponen previamente 400 partes del pigmento preliminar obtenido a partir de la molienda en un molino oscilante, 36 partes de un polímero de bloques de un poliácrlato usual en el comercio y 330 partes de NaOH al 10%, en total en 4 litros de agua. Esta suspensión se carga en un molino de bolas con mecanismo agitador del tipo Drais DCP SF 12 (fabricante: Draiswerke GmbH, Mannheim, Alemania), que está cargado con 2.200 partes de perlas de óxidos mixtos de zirconio, que tienen un diámetro de 0,3 a 0,4 mm, como cuerpos de molienda, y que se hace funcionar con una velocidad periférica del mecanismo agitador de 11,8 m/s así como con una densidad de potencia específica de 2,0 kW por litro del recinto de molienda, con una duración de permanencia de 15 minutos a 20 hasta 50°C.

A 200 partes de la suspensión de molienda se les añaden 143 partes de iso-butanol. Después de haber agitado durante varias horas a la temperatura de ebullición, el alcohol se elimina mediante una destilación con vapor de

ES 2 321 978 T3

agua, la suspensión se filtra con succión, la torta de prensa se lava y se seca a 80°C. Se obtienen 17,2 partes de una formulación pigmentaria. La formulación pigmentaria se muele a través de un molino de púas.

5 Se obtiene un polvo bien cristalino, que al realizar la comprobación en el barniz de HSS proporciona unos barnizados muy puros, de color intenso, que son transparentes en tono lleno. La reología del agente colorante para barniz se clasifica con la nota 5.

La investigación de la distribución de tamaños de partículas de las partículas primarias proporciona las siguientes magnitudes características:

10 $d_{25} = 23 \text{ nm}$, $d_{50} = 27 \text{ nm}$, $d_{75} = 33 \text{ nm}$, $d_{95} = 47 \text{ nm}$. Relación de la longitud a la anchura: 2,14:1

Ejemplo 12

15 450 partes de cloruro de sodio, 75 partes de un pigmento en bruto de cristales gruesos (Pigment Blau 80), 8,3 partes del agente dispersivo pigmentario (IV) con m igual a 1 y 110 ml de di(etilenglicol) se amasan durante 8 horas a 80°C. La masa de amasado se agita en 2.500 partes de un ácido clorhídrico acuoso al 5% durante 2 horas a 40°C, la suspensión se filtra con succión, la torta de prensa se lava hasta quedar exenta de sales y se seca. Se obtienen 82,3 partes de una formulación pigmentaria.

20 La reología del agente colorante para barniz se clasifica con la nota 4-5.

La investigación de la distribución de tamaños de partículas de las partículas primarias proporciona las siguientes magnitudes características:

25 $d_{25} = 44 \text{ nm}$, $d_{50} = 56 \text{ nm}$, $d_{75} = 69 \text{ nm}$, $d_{95} = 93 \text{ nm}$. Relación de la longitud a la anchura: 1,78:1

Ejemplo 13

30 En una carga previa agitada se disponen previamente 348 partes de un pigmento en bruto (Pigment Blau 80) y 52 partes del agente dispersivo pigmentario (IV) con m igual a 1 y 338 partes de NaOH al 10% en 4 litros de agua. Esta suspensión se muele en un molino de bolas con mecanismo agitador del tipo Drais DCP SF 12 (fabricante: Draiswerke GmbH, Mannheim, Alemania), que está cargado con 2.200 partes de perlas de óxidos mixtos de zirconio, con un diámetro de 0,3 a 0,4 mm, como cuerpos de molienda, y que se hace funcionar con una velocidad periférica del mecanismo agitador de 11,8 m/s así como con una densidad de potencia específica de 2,0 kW por litro del recinto de molienda, con una duración de permanencia de 20 minutos a 20°C. A 276 partes de la suspensión de molienda se le añaden 253 partes de iso-butanol. Después de haber agitado durante varias horas a la temperatura de ebullición, el alcohol se elimina mediante una destilación con vapor de agua, la suspensión se filtra con succión, la torta de prensa se lava y se seca a 80°C. Se obtienen 25,8 partes de una formulación pigmentaria. La formulación pigmentaria se muele a través de un molino de púas.

40 Se obtiene un polvo bien cristalino, que al realizar la comprobación en un barniz de AM proporciona unos barnizados muy puros, de color intenso. La reología del agente colorante para barniz se clasifica con la nota 3-4.

45 La investigación de la distribución de tamaños de partículas de las partículas primarias proporciona las siguientes magnitudes características:

$d_{25} = 48 \text{ nm}$, $d_{50} = 71 \text{ nm}$, $d_{75} = 109 \text{ nm}$, $d_{95} = 158 \text{ nm}$. Relación de la longitud a la anchura: 1,58:1

50 Ejemplo 14

55 En una carga previa agitada se disponen previamente 280 partes de un pigmento en bruto (Pigment Blau 80) y 120 partes del agente dispersivo pigmentario (IV) con m igual a 1 y 666 partes de NaOH al 10% en 4 litros de agua. Esta suspensión se muele en un molino de bolas con mecanismo agitador del tipo Drais DCP SF 12 (fabricante: Draiswerke GmbH, Mannheim, Alemania), que está cargado con 2.200 partes de perlas de óxidos mixtos de zirconio, con un diámetro de 0,3 a 0,4 mm, como cuerpos de molienda, y que se hace funcionar con una velocidad periférica del mecanismo agitador de 11,8 m/s así como con una densidad de potencia específica de 2,0 kW por litro del recinto de molienda, con una duración de permanencia de 20 minutos a 20°C.

60 A 254 partes de la suspensión de molienda se les añaden 209 partes de iso-butanol. Después de haber agitado durante varias horas a la temperatura de ebullición, el alcohol se elimina mediante una destilación con vapor de agua, la suspensión se filtra con succión, la torta de prensa se lava y se seca a 80°C. Se obtienen 19,7 partes de una formulación pigmentaria. La formulación pigmentaria se muele a través de un molino de púas.

65 Se obtiene un polvo bien cristalino, que al realizar la comprobación en un barniz de AM proporciona unos barnizados muy puros, de color intenso. La reología del agente colorante para barniz se clasifica con la nota 4.

ES 2 321 978 T3

La investigación de la distribución de tamaños de partículas de las partículas primarias proporciona las siguientes magnitudes características:

$d_{25} = 26 \text{ nm}$, $d_{50} = 32 \text{ nm}$, $d_{75} = 42 \text{ nm}$, $d_{95} = 58 \text{ nm}$. Relación de la longitud a la anchura: 1,93:1

Ejemplo 15

En una carga previa agitada se disponen previamente 348 partes de un pigmento en bruto (Pigment Blau 80) y 52 partes del agente dispersivo pigmentario (IV) con m igual a 1 y 381 partes de NaOH al 10% en 4 litros de agua. Esta suspensión se muele en un molino de bolas con mecanismo agitador del tipo Drais DCP SF 12 (fabricante: Draiswerke GmbH, Mannheim, Alemania), que está cargado con 2.200 partes de perlas de óxidos mixtos de zirconio, con un diámetro de 0,3 a 0,4 mm, como cuerpos de molienda, y que se hace funcionar con una velocidad periférica del mecanismo agitador de 11,8 m/s así como con una densidad de potencia específica de 2,0 kW por litro del recinto de molienda, con una duración de permanencia de 20 minutos a 65°C.

A 244 partes de la suspensión de molienda se le añaden 207 partes de iso-butanol. Después de haber agitado durante varias horas a la temperatura de ebullición, el alcohol se elimina mediante una destilación con vapor de agua, la suspensión se filtra con succión, la torta de prensa se lava y se seca a 80°C. Se obtienen 22,8 partes de una formulación pigmentaria. La formulación pigmentaria se muele a través de un molino de púas.

Se obtiene un polvo bien cristalino, que al realizar la comprobación en un barniz de AM proporciona unos barnizados muy puros, de color intenso. La reología del agente colorante para barniz se clasifica con la nota 3-4.

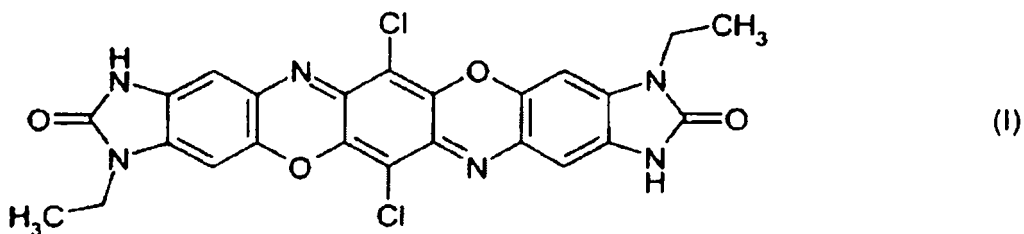
La investigación de la distribución de tamaños de partículas de las partículas primarias proporciona las siguientes magnitudes características:

$d_{25} = 35 \text{ nm}$, $d_{50} = 46 \text{ nm}$, $d_{75} = 60 \text{ nm}$, $d_{95} = 103 \text{ nm}$. Relación de la longitud a la anchura: 1,83:1

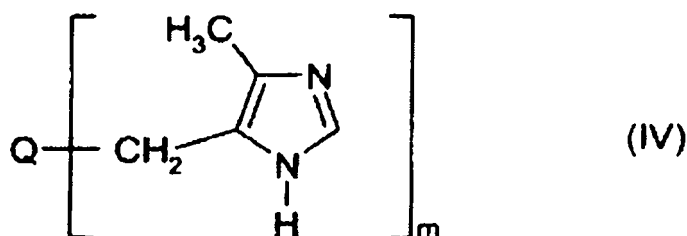
REIVINDICACIONES

1. Formulación pigmentaria, **caracterizada** por un contenido de

a) un compuesto de bencimidazolona-dioxazina de la fórmula (I) como pigmento de base

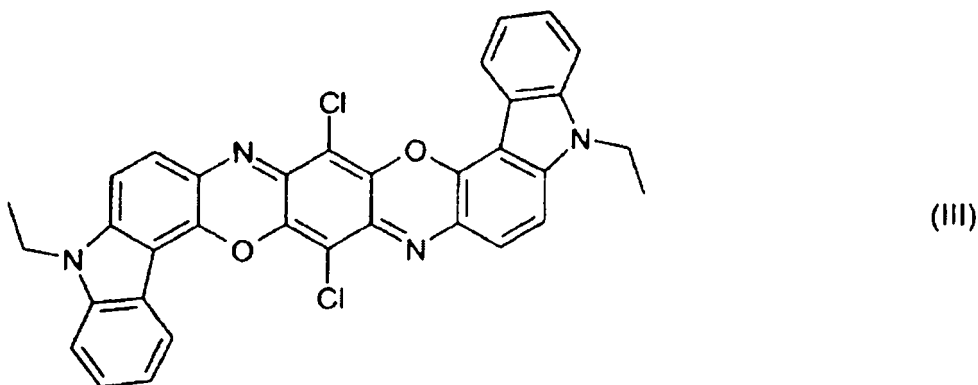


b) un compuesto de dioxazina de la fórmula general (IV) como agente dispersivo pigmentario



en la que

Q representa un radical m-valente de un compuesto de la fórmula (III),



m significa un número de 1 a 4.

2. Formulación pigmentaria de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizada** porque m es un número de 1 a 2.

3. Formulación pigmentaria de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, que contiene de 0,5 a 99% en peso de un agente dispersivo pigmentario de la fórmula (IV), referido al peso del pigmento de base de la fórmula (I).

4. Formulación pigmentaria de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 3, que contiene de 2,5 a 50% en peso de un agente dispersivo pigmentario de la fórmula (IV), referido al peso del pigmento de base de la fórmula (I).

5. Formulación pigmentaria de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizada** por una d_{95} menor que 200 nm, con una d_{50} menor que 100 nm y con una d_{25} menor que 80 nm.

6. Formulación pigmentaria de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizada** por una d_{95} menor que 100 nm, con una d_{50} menor que 50 nm y con una d_{25} menor que 45 nm.

ES 2 321 978 T3

7. Formulación pigmentaria de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 6, que contiene unos agentes auxiliares o unos materiales aditivos escogidos entre el conjunto formado por los agentes tensioactivos, los agentes dispersivos pigmentarios y no pigmentarios, los materiales de carga, los agentes de ajuste, las resinas, las ceras, los agentes antiespumantes, los agentes contra el polvillo, los extendedores, los agentes antiestáticos, los agentes colorantes para el matizado, los agentes conservantes, los agentes retardadores de la desecación, los aditivos para la regulación de la reología, los agentes humectantes, los antioxidantes, los agentes biocidas, los absorbedores de UV y los fotoestabilizadores, de manera preferida en una proporción de 0,1 a 60% en peso, referida al peso total de la formulación pigmentaria.

8. Procedimiento para la preparación de una formulación pigmentaria de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado** porque se mezclan uno con otro el agente dispersivo pigmentario de la fórmula (IV) y el compuesto de bencimidazolona-dioxazina de la fórmula (I) o se hacen actuar uno sobre otro en un momento arbitrario de su proceso de preparación.

9. Utilización de la formulación pigmentaria de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 7 para la pigmentación de materiales orgánicos de alto peso molecular, filtros cromáticos, tóneres y reveladores electrofotográficos y tintas electrónicas.

10. Utilización de acuerdo con la reivindicación 9, **caracterizada** porque el material orgánico de alto peso molecular es un material sintético, un barniz, un agente colorante para pinturas o una tinta.

11. Utilización de acuerdo con la reivindicación 9 o 10 para la pigmentación de barnices metálicos.

12. Material orgánico de alto peso molecular, que contiene una cantidad eficaz colorísticamente de una formulación pigmentaria de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 7.

13. Filtro cromático, que contiene una cantidad eficaz colorísticamente de una formulación pigmentaria de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 7.