República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI0706648-1 A2**

BRPI0706648A2

(22) Data de Depósito: 08/01/2007
(43) Data da Publicação: 05/04/2011
(RPI 2100)

(51) Int.Cl.:
C09B 29/32
C09B 41/00
C09B 67/48
C09B 67/54

(54) Título: **ÁCIDO 2-[[1-[[(2,3-DIIDRO-2-OXO-1H-BENZIMIDAZOL-5-IL)AMINO]CARBONIL]-2-OXOPROPIL]AZO]-BENZÓICO E UM PROCESSO PARA SUA PREPARAÇÃO**

(30) Prioridade Unionista: 18/01/2006 EP 06100541.9

(73) Titular(es): CIBA HOLDING INC.

(72) Inventor(es): Hans Reichert, Max Huegin, Sibylle Soder, Thomas Eichenberger, Ulrich Veith

(74) Procurador(es): Dannemann ,Siemsen, Bigler & Ipanema Moreira

(86) Pedido Internacional: PCT EP2007050148 de 08/01/2007

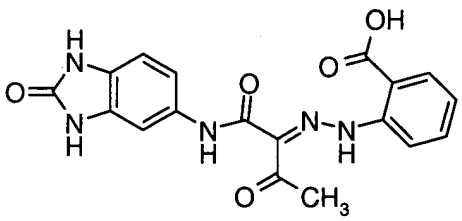
(87) Publicação Internacional: WO 2007/082813de 26/07/2007

(57) Resumo: ÁCIDO 2-[[1-[[(2,3-DIIDRO-2-OXO-1H-BENZIMIDAZOL-5-IL)AMINO]CARBONIL]-2-OXOPROPIL]AZO]-BENZÓICO E UM PROCESSO PARA SUA PREPARAÇÃO. A presente invenção refere-se ao ácido 2-[[1-[[(2,30-diidro-2-oxo-1H-benzimidazol-5-il)amino]carbonil]-2-oxopropil]azo]-benzoíco (I.C. Pigmento Amarelo 151): caracterizado por um ΔE* (preto/branco) em cor de massa (masstone) abaixo de 22,0 ± 0,7, um processo para sua preparação e uso do mesmo para pigmentação de materiais orgânicos macromoleculares de origem natural ou sintética. O pigmento tem alta opacidade e alta firmeza de cor.

PI0706648-1

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**ÁCIDO 2-[[1-[[(2,3-DIIDRO-2-OXO-1H-BENZIMIDAZOL-5-IL)AMINO]CARBONIL]-2-OXOPROPIL]AZO]-BENZÓICO E UM PROCESSO PARA SUA PREPARAÇÃO**".

A presente invenção refere-se ao ácido 2-[[1-[[(2,3-diidro-2-oxo-1H-benzimidazol-5-il)amino]carbonil]-2-oxopropil]azo]-benzóico (I.C. Pigmento Amarelo 151)



caracterizado por um ΔE^* (preto/branco) em cor de massa (masstone) (masstone) abaixo de 22,0 ± 0,7, um processo para sua preparação e seu uso para pigmentação de materiais orgânicos macromoleculares de origem natural ou sintética. O pigmento tem alta opacidade e alta firmeza de cor.

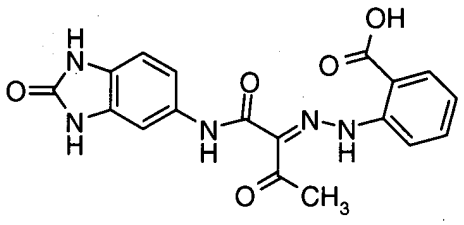
O documento US-A-4.024.124 descreve pigmentos de monoazo acetoacetilaminobenzimidazolona contendo grupos carbóxi. No exemplo 1 é descrita a preparação do I.C. Pigmento Amarelo 151. O pigmento bruto obtido por acoplamento em um meio aquoso é seco após separação, feito em pó, refluxado por 2 horas em ácido acético glacial, filtrado por sucção, lavado e seco. Desta maneira é obtido um pigmento de grão mole, boa firmeza de tingimento e tonalidade clara.

O documento US-A-4.906.735 descreve um processo aperfeiçoado para a fabricação de I.C. Pigmento Amarelo 151 acoplando-se os componentes em um meio aquoso na presença de um produto de oxetilação de um álcool ou mistura de álcoois tendo de 8 a 14 átomos de carbono e de 3 a 10 mols de óxido de etileno, e aquecendo-se a suspensão aquosa de pigmento após completo acoplamento. O pigmento assim obtido evita um pós-tratamento em solventes orgânicos anidros. O pigmento é obtido em uma forma, que pode ser comparada com aquela do exemplo 1 de US-A-4.042.124.

É o objetivo da presente invenção fornecer um novo ácido 2-[[1-

[[(2,3-diidro-2-oxo-1H-benzimidazol-5-il)amino]carbonil]-2-oxopropil]azo]-benzóico (I.C. Pigmento Amarelo 151) tendo características únicas e surpreendentes.

Desta maneira, a presente invenção refere-se ao ácido 2-[[1-[[(2,3-diidro-2-oxo-1H-benzimidazol-5-il)amino]carbonil]-2-oxopropil]azo]-benzóico (I.C. Pigmento Amarelo 151):



,

tendo um ΔE^* (preto/branco) em cor de massa (masstone) abaixo de 22,0 ± 0,7, especialmente 20 ± 0,7, muito especialmente abaixo de 19 ± 0,7.

A firmeza de cor do composto (pigmento) é de 6 a 55%, especialmente de 10 a 36 % mais alta do que a firmeza de cor de Hostaperm® (Clariant AG) como padrão na redução de branco.

O ácido 2-[[1-[[(2,3-diidro-2-oxo-1H-benzimidazol-5-il)amino]carbonil]-2-oxopropil]azo]-benzóico tendo uma forma de partícula essencialmente cúbica a cubóide com um tamanho médio de partícula (D_{50} %) na faixa de 0,30 a 0,45 µm, especialmente abaixo de 0,40, muito especialmente na faixa de 0,34 a 0,39 medido por centrífuga de disco Joyce Löbl e uma área superficial específica (BET) na faixa de 20 a 25 m^2/g, apresenta alta opacidade e alta firmeza de cor e excelente comportamento à ação das intempéries. Conforme mostrado por microscopia eletrônica a razão de aspecto média do comprimento para a largura e/ou altura é abaixo de 1:2,5 com relação a maioria das partículas.

A figura 1 é uma micrografia eletrônica de transmissão (TEM) de Hostaperm® Amarelo H4G (Clariant AG; ácido 2-[[1-[[(2,3-diidro-2-oxo-1H-benzimidazol-5-yl)amino]carbonil]-2-oxopropil]azo]-benzóico (I.C. Pigmento Amarelo 151).

A figura 2 é uma TEM do ácido 2-[[1-[[(2,3-diidro-2-oxo-1H-benzimidazol-5-il)amino]carbonil]-2-oxopropil]azo]-benzóico (I.C. Pigmento Amarelo 151) de acordo com a presente invenção.

Conforme evidente a partir das TEMs o pigmento da presente invenção tem uma forma cúbica ou cubóide, enquanto que o Hostaperm® Amarelo H4G tem uma forma de partícula semelhante a haste.

Os valores de espaço de cor C.I.E. do pigmento da presente invenção em cor de massa (masstone) medido conforme no Exemplo de Aplicação 1b são

$L^* = 83,9 - 85,6$, especialmente 84,3 – 85,6,

$C^* = 86,1 - 90,1$, especialmente 86,3 – 90,1,

$h = 86,4 - 88,4$, especialmente 86,6 – 88,4.

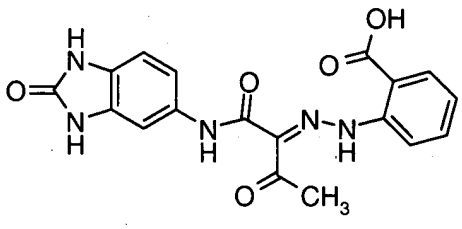
Os valores de espaço de cor C.I.E. do pigmento da presente invenção em redução branca (5:95) medidos conforme descrito no Exemplo de Aplicação 1c são

$L^* = 92,6 - 93,4$,

$C^* = 42,7 - 50,9$,

$h = 96,9 - 98,3$.

Em adição, a invenção fornece um processo para a fabricação do composto de fórmula



(1)

por acoplamento do ácido antranílico diazotizado (ácido 1-aminobenzeno-2-carboxílico) com 5-acetoacetilamino-benzimidazolona em um meio aquoso seguido de um pós-tratamento térmico, em que o pós-tratamento térmico é realizado em um pH acima de 5,5.

O pós-tratamento térmico é especialmente realizado em um pH de 6,0 – 7,3, muito especialmente de 6,5 – 7,3.

Vantajosamente, as soluções ou suspensões preferencialmente aquosas são alimentadas ao reator continuamente, subsequentemente ou simultaneamente e preferencialmente em quantidades equivalentes. Os auxiliares de processo clássicos tais como resinas, tensoativos e outros aditivos podem ser igualmente usados no processo da invenção.

O material de partida para a reação de diazotização é o ácido antranítico (ácido 1-aminobenzeno-2-carboxílico).

O componente de acoplamento é 5-acetoacetilamino-benzimidazolona.

O acoplamento azo é preferencialmente realizado em solução aquosa, mas é possível também usar solventes orgânicos, se apropriado misturados com água, por exemplo, hidrocarbonetos aromáticos, hidrocloroidroicarbonetos, glicol éteres, nitrilas, ésteres, dimetilformamida, tetrametiluréia e N-metilpirrolidona.

As diazotizações são realizadas em temperaturas de -15 a +80°C, preferencialmente de -12 a +10 °C, e os acoplamentos azo de -10 a 90 °C, preferencialmente de -5 a 40 °C.

Para efetuar a reação de acoplamento azo de acordo com a invenção, uma solução ou suspensão de sal de diazônio ou uma solução ou suspensão do componente de acoplamento podem ser introduzidas continuamente, subsequentemente ou simultaneamente em um reator e continuamente misturadas uma com a outra e reagidas.

O processo de acordo com a invenção é vantajosamente realizado adicionando-se lentamente uma solução ou suspensão do componente de acoplamento, especialmente uma solução ou suspensão básica do componente de acoplamento a uma solução recentemente preparada do composto diazotizado. Após a reação estar quase completa, o pH é mantido na faixa neutra, por exemplo, de pH 4,5 a 8, especialmente 4,5 a 7,0, muito especialmente de 6,1 a 7,0 pela adição de uma solução aquosa de hidróxido de metal alcalino, tal como solução de hidróxido de sódio. A suspensão de pigmento resultante é agitada até que a reação esteja completa, seguido de pós-tratamento térmico. O produto é separado por filtração. A torta obtida é seca em um forno com ou sem vácuo e finalmente pulverizada ou pulverizada e peneirada.

Tanto para a diazotização quanto para o acoplamento azo, as soluções de reagentes podem ser misturadas com soluções tampões, preferencialmente de ácidos orgânicos e sais dos mesmos, por exemplo, tampão

de ácido acético/acetato, tampão de ácido cítrico/citrato, ou de ácidos inorgânicos e sais dos mesmos, por exemplo, ácido fosfórico/fosfato ou ácido carbônico/carbonato.

Vantajosamente, é adicionado diidrogeniofosfato de sódio, ou acetato de sódio a solução de diazo antes da reação de acoplamento.

Após o término da adição a suspensão de pigmento é opcionalmente diluída com água e aquecida por 1 a 24 horas, especialmente 6 a 15 horas em uma temperatura acima de 80 °C, especialmente de 90 a 110 °C, muito especialmente de 98 a 102 °C em um pH acima de 5,5, especialmente 6,0 – 7,3, muito especialmente 6, - 7,3. O pH é ajustado pela adição de um ácido, especialmente um ácido fraco, preferencialmente ácido acético. Subsequentemente, o pigmento é separado da suspensão, lavado, seco e opcionalmente pulverizado.

O pigmento da invenção é útil para a pigmentação de materiais orgânicos macromoleculares de origem natural ou sintética, por exemplo, plásticos, resinas, revestimentos, tintas ou toners e reveladores eletrofotográficos e também tintas, incluindo tintas de impressão.

O pigmento da invenção é útil para o tingimento ou a impressão de substratos contendo hidroxila ou orgânicos naturais nitrogenosos e também sintéticos. Tais substratos incluem, por exemplo, materiais de fibras naturais ou sintéticas e também materiais de couro compreendendo predominantemente celulose natural ou regenerada ou poliamidas naturais ou sintéticas. Ele é particularmente útil para o tingimento e a impressão de materiais têxteis baseados em fibras de acetato, poliéster, poliamida, poliacrilonitrila, PVC e poliuretano e também lã ou em particular algodão. Para esta finalidade, o pigmento pode ser aplicado aos materiais têxteis através de processos de exaustão, impregnação ou impressão usuais.

O pigmento da invenção é útil como colorante em toners e reveladores eletrofotográficos, por exemplo, toners de um ou dois componentes (também conhecidos como reveladores de um ou dois componentes), toners de magneto, toners líquidos, toners de látex, toners de polimerização e também toners de especialidades.

Aglutinantes de toners típicos são resinas de polimerização por adição, poliadição e policondensação, tais como resinas de estireno, estireno-acrilato, estireno-butadieno, acrilato, poliéster, fenol-epóxido, polissulfonas, poliuretanos, individualmente ou em combinação, e também polietileno e polipropileno, que pode cada um incluir ingredientes adicionais, tais como agentes de controle de carga, ceras ou auxiliares de fluidez, ou são subsequentemente modificados com esses aditivos.

O pigmento da invenção é ainda útil como colorante em pós e revestimentos em pó, especialmente em revestimentos em pó pulverizáveis eletrocineticamente ou triboeletricamente usado para o revestimentos de superfície de objetos compostos, por exemplo, de metal, madeira, plástico, cerâmica, concreto, material têxtil, papel ou borracha.

As resinas de revestimento em pó e seus derivados são tipicamente resinas epóxi, resinas poliéster contendo hidroxila, poliuretano e resinas acrílicas juntamente com os endurecedores usuais. São também usadas combinações de resinas. Por exemplo, as resinas epóxi são frequentemente usadas em combinação com resinas contendo carboxila e hidroxila. Componentes de endurecedores típicos (dependendo do sistema de resinas) incluem, por exemplo, anidrido de ácido, imidazóis, e também diciandiamida e seus derivados, isocianatos bloqueados, bisaciluretanos, resinas fenólicas e melamínicas, isocianuratos de triglicidila, oxazolinas e ácidos dicarboxílicos. O pigmento da invenção é útil também como colorante em tintas, preferencialmente tintas de jato de tinta, por exemplo, em uma base aquosa ou não aquosa, tintas de microemulsão e também em tais tintas conforme operadas de acordo com o princípio de fusão a quente.

Tintas de jato de tinta incluem geralmente um total de 0,5 a 15% em peso, preferencialmente 1,5 a 8% em peso (calculado a seco) de um ou mais dos compostos de acordo com a invenção. Tintas em microemulsão incluem 0,5 a 15% em peso, preferencialmente 1,5 a 8% em peso, de um ou mais dos compostos de acordo com a invenção, 5 a 99% em peso de água e 0,5 a 94,5% em peso de solvente orgânico e ou compostos hidrotópicos.

As tintas de fusão a quente são baseadas principalmente em ce-

ras, ácidos graxos, álcoois graxos ou sulfonamidas que são sólidos a temperatura ambiente e que se liquefazem por aquecimento, a faixa de fusão preferida situando-se entre cerca de 60 °C e cerca de 140 °C. As tintas de fusão a quente consistem essencialmente, por exemplo, em 20 a 90% em peso de cera e 1 a 10% em peso de um ou mais compostos de acordo com a invenção. Elas podem incluir adicionalmente de 0 a 20% em peso de um polímerto adicional (como "solvente seco"), de 0 a 5% em peso de dispersante, de 0 a 20% em peso de modificador de viscosidade, de 0 a 20% em peso de plastificante, de 0 a 10% em peso de aditivo de adesão, de 0 a 10% em peso estabilizante de transparência (evita a cristalização de ceras, por exemplo) e também de 0 a 2% em peso de antioxidante. Os aditivos e auxiliares típicos estão descritos, por exemplo, em US-A-5.560.760.

O pigmento da invenção é útil também como colorante para filtros de cor e também para aditivo bem como geração subtrativa de cor.

Os exemplos a seguir ilustram a invenção sem limitar o escopo da mesma. A menos que indicado em contrário, as percentagens e partes são percentagens e partes em peso.

Exemplos

Exemplo 1

29,15 g de ácido 2-aminobenzóico são adicionadas a uma mistura de 200 g de água e 98,05g de ácido clorídrico (32% de concentração). A suspensão é resfriada a 0 °C e tratada com 61,2 g de solução de nitrito de sódio (cerca de 24% de concentração) durante de 30 minutos mantendo a temperatura a 0 °C. A solução clara é agitada por 30 minutos e diluída com 140 g de gelo e água. O excesso de nitrito é destruído com solução de ácido sulfâmico (20% de concentração). À solução clara são adicionadas 76 g de água e 21,12 g de hidrogenofosfato dissódico, que foi dissolvido em 106 g de água. A solução é resfriada com 91 g de gelo e água e tratada com 45,3 g de solução de hidróxido de sódio (30%) e 202 g de gelo e água.

Metade da solução de diazo (580 g) é tratada com uma solução de 25 g de 5-acetoacetilamino-benzimidazolona em 42 g de água e 25 g de solução de hidróxido de sódio (30%) a 0 °C durante 1 hora. 10 minutos após

a adição de solução de acoplamento, é monitorado pH de 6,3. A suspensão de pigmento amarelo laranja é aquecida a 20 °C, tratada com 260 g adicionais de água e aquecida a 99 – 100 °C por 15 horas (pH 7,1 – 7,2). O pH é ajustado com 10,3 g de ácido acético (50%) a pH 5,9 e a suspensão é agitada por outras 3 horas a 99 – 100 °C. A suspensão é resfriada a 70 °C, filtrada e lavada com água. A torta é seca em um forno e finalmente pulverizada (rendimento: 36,5 g).

- Cor de Massa (Masstone)

Pigmento	L*	C*	h	ΔC*	ΔH*	ΔE* (b/w)	ΔTr
Hostaperm® Amarelo H4G	85,2	89,6	87,2	Padrão	Padrão	23,2	Padrão
Amostra do exemplo 1	85,8	89,3	87,0	-0,4	0,3 R	19,2	-3,5

- Redução Branca

Pigmento	L*	C*	h	Firmeza de cor
Hostaperm® Amarelo H4G	93,6	43,4	97,7	Padrão
Amostra do exemplo 1	93,4	44,4	96,9	+9%

Exemplo 2

29,15 g de ácido 2-aminobenzóico são adicionadas a uma mistura de 200 g de água e 98,05g de ácido clorídrico (32% de concentração). A suspensão é resfriada a 0 °C e tratada com 61,2 g de solução de nitrito de sódio (cerca de 24% de concentração) durante de 30 minutos mantendo a temperatura a 0 °C. A solução clara é agitada por 30 minutos e diluída com 140 g de gelo e água. O excesso de nitrito é destruído com solução de ácido sulfâmico (20% de concentração). À solução clara são adicionadas 76 g de água e 28,94 g de triidrato de acetato de sódio, que foi dissolvido em 60 g de água. A solução é resfriada com 40 g de água e 91 g de gelo e água e tratada com 45,3 g de solução de hidróxido de sódio (30%) e 202 g de gelo e água. Metade da solução de diazo (585 g) é tratada com uma solução de 25 g de 5-acetoacetilamino-benzimidazolona em 42 g de água e 25 g de solução

de hidróxido de sódio (30%) a 0 °C durante 1 hora. 5 minutos após a adição de solução de acoplamento, é monitorado um pH de 5,8. A suspensão de pigmento amarelo laranja é aquecida a 20 °C, tratada com 260 g adicionais de água e aquecida a 99 – 100 °C por 15 horas (pH 7,2 – 7,3). O pH é ajustado com 6,5 g de ácido acético (50%) a pH 5,8 e a suspensão é agitada por outras 3 horas a 99 – 100 °C. A suspensão é resfriada a 70 °C, filtrada e lavada com água. A torta é seca em um forno com vácuo e finalmente pulverizada e peneirada. O rendimento obtido foi de 34,5 g.

- Cor de Massa (Masstone)

Pigmento	L*	C*	h	ΔC*	ΔH*	ΔE* (b/w)	ΔTr
Hostaperm® Amarelo H4G	85,2	89,6	87,2	Padrão	Padrão	23.2	Standard
Amostra do exemplo 2	85,1	88,0	87,5	-1,6	0.5 G	18.9	-3.3

- Redução Branca

Pigmento	L*	C*	h	Firmeza de cor
Hostaperm® Amarelo H4G	93,6	43,4	97,7	Padrão
Amostra do exemplo 2	93,4	46,8	97,3	+27%

Exemplo 3

29,15 g de ácido 2-aminobenzóico são adicionadas a uma mistura de 200 g de água gelada e 98,0g de ácido clorídrico (32% de concentração). A suspensão é resfriada a 1 °C e tratada com 52,4 ml de solução de nitrito de sódio (cerca de 28% de concentração) durante 20 minutos mantendo a temperatura a 0 - 1 °C. A solução clara é agitada por 30 minutos e tratada com 2 ml adicionais de solução de nitrito de sódio. A solução clara é diluída com 143 g de água mantendo a temperatura a 0 °C. O excesso de nitrito é destruído com solução de ácido sulfâmico (20% de concentração). À solução clara são adicionadas 75 g de água e 87,07 g de solução aquosa de hidrogenofosfato dissódico (25% de concentração). A solução é resfriada com 215 g de gelo e água e tratada com 45,3 g de solução de hidróxido de sódio (30%) e 202 g de gelo e água. A solução de diazo é tratada com uma

solução de 50 g de acetoacetilamino-benzimidazolona em 150 g de água e 54,6 g de solução de hidróxido de sódio (30%) a 0 – 7 °C durante 1 hora. 10 minutos após a adição de solução de acoplamento, é monitorado um pH de 6,6. Metade da suspensão de pigmento amarelo laranja é aquecida a 20 °C, tratada com 500 g adicionais de água e aquecida a 95 °C por 15 horas (pH 7,1 – 7,3). O pH é ajustado com 13 g de ácido acético (50%) a pH 6,0 e a suspensão é agitada por outras 3 horas a 95 °C. A suspensão é resfriada a 70 °C, filtrada e lavada com água. A torta é seca em um forno com vácuo e finalmente pulverizada. O rendimento obtido é de 33,9 g.

- Cor de Massa (Masstone)

Pigmento	L*	C*	h	ΔC*	ΔH*	ΔE* (b/w)	ΔTr
Hostaperm® amarelo H4G	85,1	89,7	87,3	Padrão	Padrão	23,2	Padrão
Amostra do exemplo 3	84,4	88,3	87,1	-1,4	0,3 R	20,6	-1,4

- Redução Branca

Pigmento	L*	C*	h	Firmeza de cor
Hostaperm® amarelo H4G	93,5	44,0	97,1	Padrão
Amostra do exemplo 3	93,2	47,1	96,7	+25%

Exemplo Comparativo 1 (Exemplo 1 de US 4.906.735)

13,7 g de ácido antranílico são agitadas com 250 ml de água e 50 ml de ácido clorídrico 5N, e diazotizadas com 20 ml de solução de nitrito de sódio 5N. Esta solução de diazo é derramada a 25 °C com agitação em uma suspensão acética do componente de acoplamento, que é preparada como a seguir: 24 g de 5-acetoacetilamino-benzimidazolona são agitadas à temperatura ambiente com 200 ml de água, e dissolvidas pela adição de 60 ml de solução de hidróxido de sódio 5N. A solução foi clarificada por meio de carvão vegetal, e o filtrado é adicionado em gotas dentro de 30 minutos com agitação a uma solução de 30 ml de água, 41 ml de ácido acético glacial, 80 ml de solução de hidróxido de sódio 5N e 3 g de LUTEWSOL OW 50 (BASF AG).

Estando o acoplamento completo (pH ~ 5,1), a suspensão é aquecida a 95-97 °C pela introdução de vapor, e mantida por 3 horas nesta temperatura. À 60-70 °C, a suspensão é filtrada, a torta é lavada livre de sal, seca e moída.

Cor de Massa (Masstone)

Pigmento	L*	C*	h	ΔC*	ΔH*	ΔE* (b/w)	ΔTr
Hostaperm® Amarelo H4G	84,7	89,1	87,4	Padrão	Padrão	22,8	Padrão
Amostra do Exemplo Comparativo 1	83,2	88,3	87,1	-0,8	0,4 R	50,4	+27,5

- Redução Branca

Pigmento	L*	C*	h	Firmeza de cor
Hostaperm® Amarelo H4G	93,2	43,1	97,9	Padrão
Amostra do Exemplo Comparativo 1	93,5	44,3	100,4	+4%

Exemplo de Aplicação 1

Determinação da Cor

a) Formulação de base de moinho

Uma jarra de 250 ml carregada com 100 gramas de pérolas de vidro de 2 mm de diâmetro é carregada com 2,50 g do pigmento obtido acima, 0,85 g de Disperbyk® 161 e 45,65 de acabamento claro (Anreibelack AM90) (1). A mistura na jarra é batida em uma batedeira Skandex (Skandex Disperser BA S20) por 2 horas (DIN 53238 Parte 13). A base de moinho contém 5% de pigmento com uma relação pigmento/aglutinante de 1/9.

b) Cor de massa (Masstone)

A base de moinho acima é aplicada sobre um quadro de contraste preto e branco por meio de um aplicador rakel 100 µm (Spiralrakel). O revestimento é seco ao ar por 30 minutos e em seguida curado a 130 °C por 30 minutos, produzindo um quadro de cor amarela. São determinados os seguintes dados característicos no quadro revestido usando um espectrofotômetro Minolta 3600d equipado com aplicativo CGREC: números de valores de espaço de cor C.I.E, L*, C*, h usando um iluminador D65 e observador de

10°; ΔTr; ΔE* (preto/branco).

c) Redução Branca (5:95 (Pigmento:TiO_2)):

Uma jarra de 100 ml com 23,75 de acabamento branco (2.2) e 6,25 g da formulação de base de moinho acima. A formulação é homogeneamente misturada por 5 minutos em um misturador (Farbmischer FAS 500) e aplicada sobre um quadro branco por meio de um aplicador rakel de 100 µm (Spiralrakel). O revestimento é seco ao ar por 30 minutos e em seguida curado a 130°C por 30 minutos. Foram medidos os seguintes dados de cor no quadro revestido usando um espectrofotômetro Minolta 3600d equipado com o aplicativo CGREC: números de valores de espaço de cor usando um iluminador D65 e observador de 10°; firmeza de cor.

Acabamento claro (1):

Alkydal F310 (60% em solvente de nafta)	54.62 g
Xileno	17.29 g
Butanol	1.84 g
1-Metóxi-2-propanol	1.84 g
Óleo de silício A (1% em Xileno)	0.91 g
Maprenal MF 650 (55% em acetate de isobutila)	23.50 g

Acabamento Branco (2):

Formulação de base de moinho (2.1)	
TiO_2	55,00 g
Alkydal F310	34,36 g
EFKA 4401	1,76 g
Aerosil 200	0,50 g
Óleo de Silicone A (1% em xileno)	1,00 g
1-Metóxi-2-Propanol	1,10 g
Butanol	1,10 g
Xileno	5,18

A base de moinho acima é dispersa em um moinho de esferas.

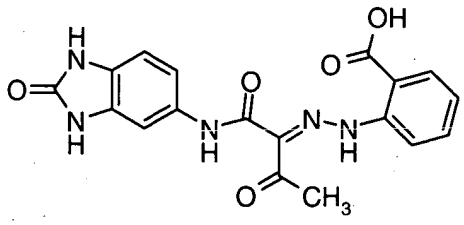
Formulação Let Down (2.2)	
Base de moinho (2.1)	45,45 g

Formulação Let Down (2.2)	
Alkydal F310	33,65 g
Maprenal MF 650	17,90 g
Tinuvin 123	0,60 g
Xileno	2,40 g

Os componentes acima são homogeneamente misturados por 30 minutos em um agitador.

REIVINDICAÇÕES

1. ácido 2-[[1-[[(2,3-diidro-2-oxo-1H-benzimidazol-5-il)amino]carbonil]-2-oxopropil]azo]-benzóico (I.C. Pigmento Amarelo 151)



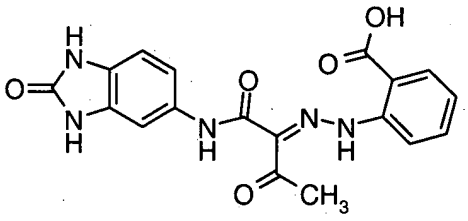
,

tendo um ΔE* (preto/branco) em cor de massa (masstone) abaixo de 22,0 ± 0,7, especialmente 20 ± 0,7, muito especialmente abaixo de 19 ± 0,7.

2. Composto de acordo com a reivindicação 1, no qual a firmeza de cor do composto é de 6 a 55%, especialmente de 10 a 36% mais alta do que a firmeza de cor de Hostaperm® Amarelo H4G (Clariant AG) como padrão na redução branca (5:95).

3. Composto de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado por uma forma de partícula cúbica ou cubóide.

4. Processo de fabricação do composto de fórmula



,

compreendendo o acoplamento do ácido antranílico diazotizado (ácido 1-aminobenzeno-2-carboxílico) com 5-acetoacetilamino-benzimidazolona em um meio aquoso e um pós-tratamento térmico, em que o pós-tratamento térmico é realizado em um pH acima de 5,5.

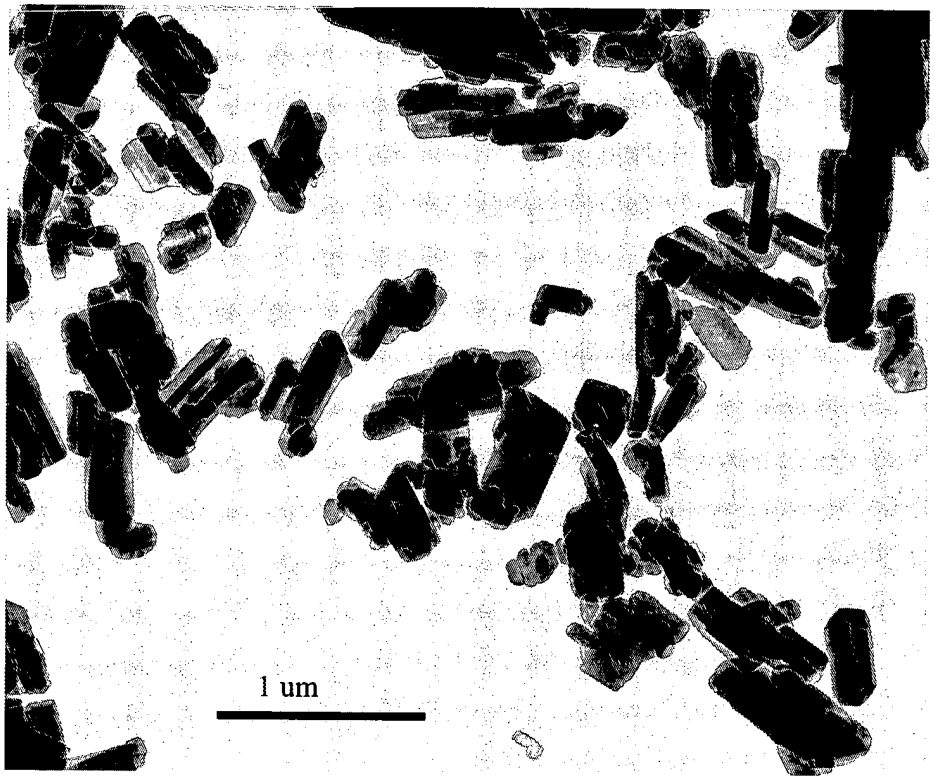
5. Processo de acordo com a reivindicação 4, no qual o pós-tratamento térmico é realizado em um pH de 6,0 a 7,3.

6. Composto que pode ser obtido através do processo como definido nas reivindicações 4 ou 5.

7. Uso do composto de qualquer das reivindicações 1 a 3 ou 6, para pigmentação de materiais orgânicos macromoleculares de origem natural ou sintético, por exemplo, plásticos, resinas, revestimentos, tintas ou to

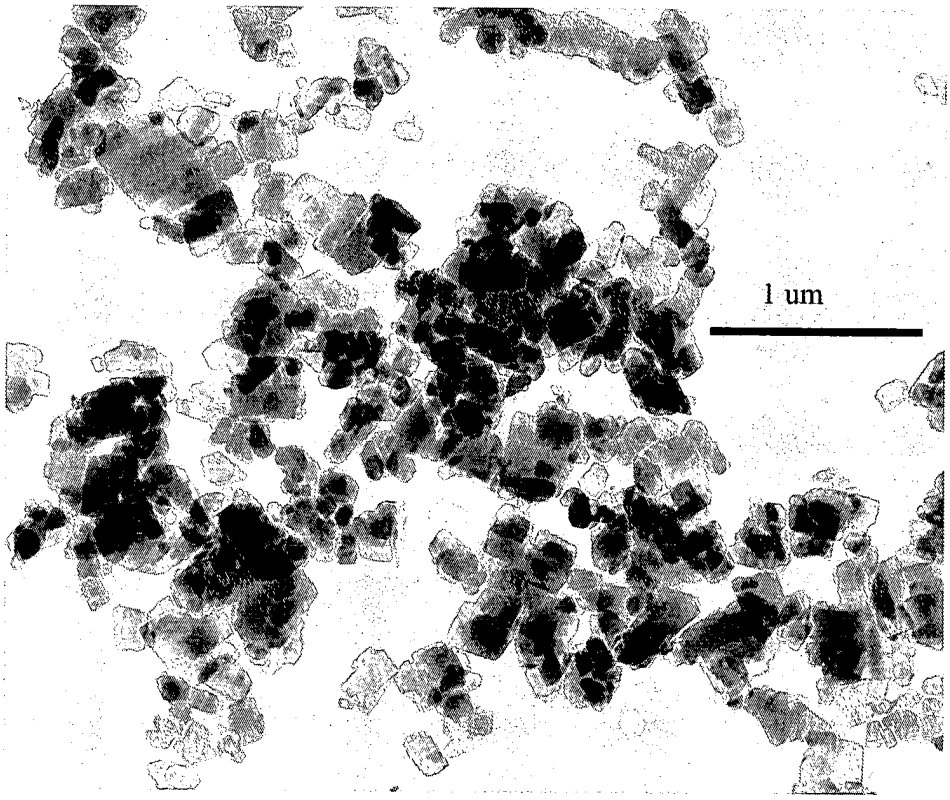
ners ou reveladores eletrofotográficos e também tintas, incluindo tintas de impressão.

Fig. 1



Micrografia Eletrônica de Transmissão de Hostaperm® Amarelo H4G (Clariant AG)

Fig. 2

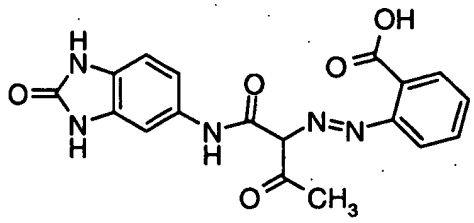


Micrografia Eletrônica de Transmissão de I.C. Pigmento Amarelo 151 de acordo com a Presente Invenção

RESUMO

Patente de Invenção: **"ÁCIDO 2-[[1-[[(2,3-DIIDRO-2-OXO-1H-BENZIMIDAZOL-5-IL)AMINO]CARBONIL]-2-OXOPROPIL]AZO]-BENZÓICO E UM PROCESSO PARA SUA PREPARAÇÃO".**

A presente invenção refere-se ao ácido 2-[[1-[[(2,3-diidro-2-oxo-1H-benzimidazol-5-il)amino]carbonil]-2-oxopropil]azo]-benzóico (I.C. Pigmento Amarelo 151):



caracterizado por um ΔE^* (preto/branco) em cor de massa (masstone) abaixo de 22,0 ± 0,7, um processo para sua preparação e uso do mesmo para pigmentação de materiais orgânicos macromoleculares de origem natural ou sintética. O pigmento tem alta opacidade e alta firmeza de cor.