

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

(21) **PI0611212-9 A2**

(22) Data de Depósito: 29/04/2006
(43) Data da Publicação: 24/08/2010
(RPI 2068)



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

(54) Título: **CORANTE AZUL À BASE DE C.I.
PIGMENTO AZUL 80**

(30) Prioridade Unionista: 31/05/2005 DE 10 2005 024 722.9

(73) Titular(es): CLARIANT PRODUKTE (DEUTSCHLAND) GMBH

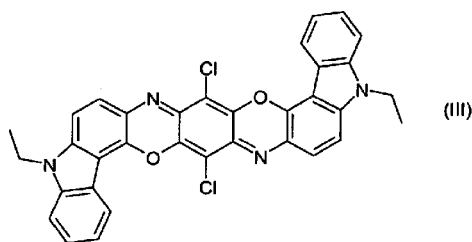
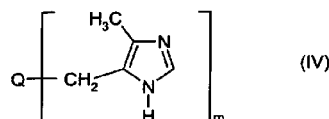
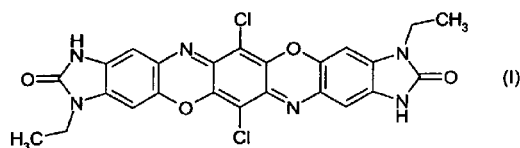
(72) Inventor(es): HERBERT GRAF, MAGALI MEDER, PETER
KEMPTER, SVEN ANTES

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

(86) Pedido Internacional: PCT EP2006004055 de 29/04/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2006/128539 de 07/12/2006

(57) Resumo: A presente invenção refere-se a uma preparação de pigmento que se caracteriza por um teor de: a) um composto de benzimidazonadioxazina de fórmula (I) como o pigmento de base, e b) um composto de dioxazina de fórmula geral (IV) como o dispersante de pigmento, em que Q representa um grupo m valente de um composto de fórmula (III) em que m é um número de 1 a 4.



Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**CORANTE AZUL À BASE DE C.I. PIGMENTO AZUL 80**".

A presente invenção refere-se a preparação de um pigmento à base de pigmento de benzimidazonadioxazina (C. I. Pigmento Azul 80) e um dispersante específico à base de um Pigmento Violeta 23 substituído. A
5 preparação de pigmento da presente invenção pode ser usada em revestimentos de alta polaridade, aquosos e à base de poliuretano e também em revestimentos de resina acrílica de baixo solvente e altos sólidos. Também são utilizáveis sistemas de revestimento à base de vernizes de resina alquí-
10 dica-melamina e revestimentos de dois componentes à base de poliisocianato-resinas acrílicas reticuláveis. Campos adicionais de aplicação são revestimentos de efeito no setor automobilístico, revestimentos industriais, em particular filtros de cor, tintas de jato de tinta, toners e reveladores eletrofotográficos e e-tintas.

15 Preparações de pigmentos são combinações de pigmentos de base e dispersantes de pigmento, isto é, pigmentos substituídos com grupos com atividade específica. Dispersantes de pigmentos são adicionados a pigmentos para facilitar a dispersão desses últimos nos meios de aplicação, em particular para revestimentos, tintas de impressão e filtros de cor, e para
20 melhorar as propriedades reológicas e colorísticas dos pigmentos. A viscosidade de concentrados de cor de alta pigmentação (bases de moagem) é reduzida, e a floculação das partículas pigmentares é reduzida. A fixação da cor, transparência e brilho, por exemplo, pode ser intensificada como resultado. Isso é desejável para sistemas de tinta metálica e filtros e cores em
25 particular.

Com filtros de cores, produz-se uma imagem totalmente colorida por elementos de figura vermelhos, verdes e azuis usando-se luz transmitida. Assim como filtros de cor transmissivos (ou não emissores) (isto é, aqueles que usam luz transmitida), também há filtros de cor refletivos, que são,
30 então, capazes de trabalhar, quando apropriado, também com pixels amarelos, ciano e magenta.

Entre os filtros de cor, faz-se uma distinção entre filtros de cor

LCD (mostrador de cristal líquido) AM (matriz ativa) e PM (matriz passiva), com os filtros de cor LCD TFT (transistor de película fina) recebendo um significado particular.

Além disso, os filtros de cor também podem ser empregados com MEMS (DMD) (sistemas microeletromecânicos, dispositivos de micro-espelho digital), com e-papel e também com tecnologias de mostrador adequadas adicionais.

Mostradores de filtro de cor encontram aplicação em uma variedade muito ampla de sistemas eletro-ópticos como, por exemplo, em telas de monitores de desktops, em telas de computadores, telas de computadores portáteis (laptops), PDAs (assistentes digitais pessoais) e também em monitores de telefones celulares, monitores de câmeras de vídeo, monitores GPS (sistemas de posicionamento global) e outros monitores e, além disso, geralmente, em dispositivos de cristal líquido e dispositivos de carga acoplada, em mostradores de plasma ou em mostradores eletroluminescentes e outros. Os últimos mostradores mencionados podem ser, por exemplo, mostradores ferroelétricos ativos (nemáticos torcidos) ou passivos (nemáticos supertorcidos), ou diodos emissores de luz, por exemplo.

Filtros de cor encontram uso, além disso, em mostradores de painel plano (telas planas), que estão substituindo cada vez mais as telas de televisão de raios catódicos convencionais, ou que podem ser utilizadas, em geral, como painéis de mostradores em qualquer tamanho desejado para informações fixas e móveis.

Uma construção de filtro de cor LCD típica pode ser esquematicamente descrita da seguinte maneira: entre duas placas de vidro localiza-se uma camada fina com cristais líquidos. Além de inúmeros outros componentes funcionais, a placa de vidro superior tem, em sua superfície externa, os pixels correspondentes, por exemplo, vermelho, verde e azul (R, G, B). Esses pixels são delineados em preto para melhor contraste; no lado externo, os pixels R, G, B são protegidos por um revestimento protetor adequado contra efeitos ambientais, como arranhões. A placa de vidro inferior também contém componentes funcionais adicionais, como, por exemplo, ITO (óxido

de índio estanho) e TFT (transistores de película fina), que servem, entre outras coisas, para acionar os pixels individuais. Se uma luz adequada (por exemplo, luz linearmente polarizada de um comprimento de onda definido) for passada através da placa de vidro inferior, o cristal líquido pode ser, então, eletronicamente acionado e, dessa forma, ajustado em "claro" ou "escuro" (ou em qualquer estágio intermediário). Correspondentemente, os pixels de filtro de cor recebem luz, e uma imagem colorida correspondente, fixa ou móvel, baseada em R, G, B, é produzida para o olho humano.

Entre os materiais de filtro de cor, os corantes usados têm de atender a exigências muito particulares.

Os parâmetros técnicos mais importantes que têm de ser atendidos são os seguintes:

- alta estabilidade térmica: durante o processo de fabricação de um filtro de cor, as camadas individuais aplicadas são aquecidas, de modo que a preparação de pigmento tem de suportar temperaturas de até 300°C durante até 1 hora;

- pronta capacidade de dispersão em sistemas de filtro de cor;
- bandas de absorção abruptas e estreitas para cada uma das camadas de filtro de cor aplicadas;

- alto contraste;
- viscosidade boa e estável no meio de filtro de cor: uma viscosidade alta demais impede que o líquido se distribua uniformemente sobre o substrato de vidro e, como resultado, prejudica a qualidade da imagem;

- de processamento ecotoxicologicamente benigno;
- comportamento não floculante;
- uma superfície muito lisa (não áspera) para filtros de cor aplicados (pigmentados);

- resistência a ácidos (para processos de causticação, por exemplo);

- fixação ao solvente.

Os pigmentos e preparações de pigmentos existentes nem sempre atendem a todas as exigências técnicas. Particularmente com relação a

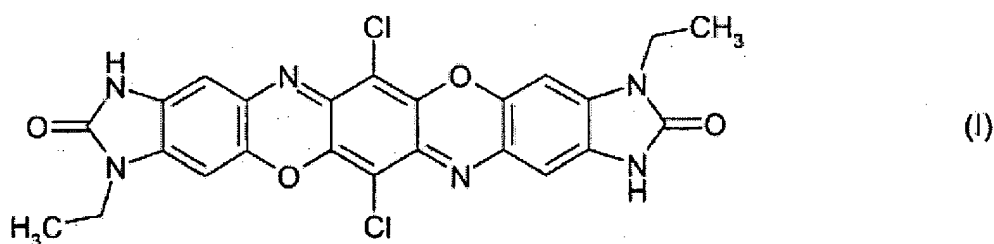
pigmentos azuis, há necessidade de aperfeiçoamentos com relação à fixação da cor, pureza da tonalidade, transparência, reologia e brilho.

A presente invenção tem como finalidade apresentar um corante de alta transparência com uma tonalidade azul avermelhada para uso em revestimentos de efeito em construção automobilística e também revestimentos industriais, filtros de cor, tintas para jato de tinta, toners e reveladores eletrofotográficos e e-tintas.

Descobriu-se que, surpreendentemente, esse objetivo é atingido pela seguinte preparação de pigmento.

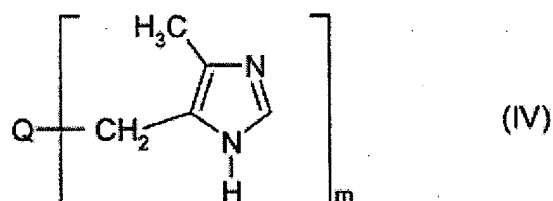
A presente invenção apresenta, portanto, uma preparação de pigmento compreendendo:

a) um composto de benzimidazonadioxazina de fórmula (I) como pigmento de base:



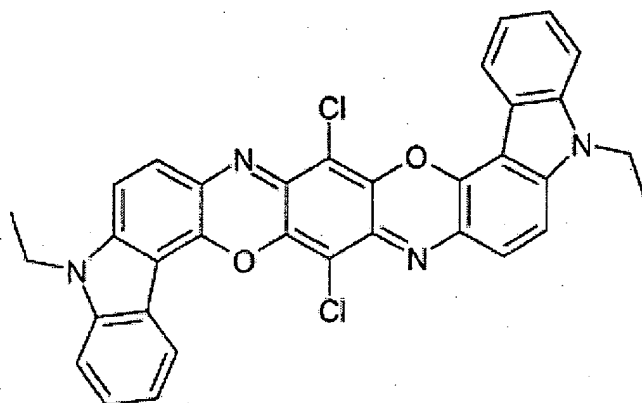
e

b) um composto de dioxazina de fórmula geral (IV) como dispersante de pigmento:



em que:

Q representa um radical m valente de um composto de fórmula (III):



(III)

m representa um número de 1 a 4, de preferência de 1 a 3 e, particularmente, de 1 a 2.

A preparação de pigmento da presente invenção contém, vantajosamente, de 0,5% a 99% em peso, de preferência de 1% a 75% em peso, particularmente de 2,5% a 50% em peso e, o mais preferivelmente, de 5% a 30% em peso de dispersante de pigmento de fórmula (IV), com base no peso do pigmento de base de fórmula (I).

O pigmento de fórmula (I) é conhecido como C. I. Pigmento Azul 80 (DE-A-44 42 291). O composto de fórmula (IV) é conhecido pela EP-0 504 923 B1.

A presente invenção também apresenta um processo para a fabricação de uma preparação de pigmento da presente invenção, que compreende o dispersante de pigmento de fórmula (IV) e o composto de benzimidazolondioxazina de fórmula (I) sendo misturados entre si ou sendo deixados agir entre si em qualquer estágio de sua operação de fabricação.

A preparação de pigmento é, de preferência, produzida por trituração dos componentes em forma seca, em forma molhada ou em suspensão.

É um processo de fabricação preferido adicional acrescentar o dispersante de pigmento ao pigmento de benzimidazolondioxazina durante a trituração ou imediatamente antes de uma operação de acabamento.

Uma terceira versão é misturar em forma seca antes da pulverização. Por exemplo, os componentes secos podem ser misturados em forma de pélete ou pó antes ou depois da trituração; um componente pode ser

adicionado ao outro em forma molhada ou seca, por exemplo, por mistura-
ção dos componentes na forma de tortas de prensa molhadas. A misturação
pode ser realizada, por exemplo, por trituração em forma seca, em forma
molhada, por exemplo, por amassamento, ou em suspensão, ou por uma
5 combinação desses métodos. A trituração pode ser realizada na presença
de água, solventes, álcalis ou assistentes de trituração, como sal. É particu-
larmente preferido triturar com bolas a um pH entre 7,0 e 12,0.

O pigmento bruto de benzimidazonadioxazina como si ntetiza-
do, que é tipicamente gerado em forma grosseiramente cristalina, é cominu-
10 ído, por exemplo, por trituração a seco ou molhada. As benzimidazonadio-
xazinas finamente cristalinas formadas no processo são submetidas a um
pós-tratamento, geralmente chamado de operação de acabamento, por e-
xemplo, em água e/ou solventes e normalmente sob temperatura elevada,
por exemplo, até 200°C e, caso apropriado, pressão superatmosférica. De-
15 ve-se notar que o dispersante de pigmento também pode ser adicionado em
porções em diferentes momentos.

A preparação de pigmento da presente invenção pode ser usa-
da, de preferência, como uma torta de prensa aquosa ou pélete úmido, mas,
em geral, estará na forma de sistemas sólidos de constituição pulverulenta
20 de livre escoamento ou na forma de péletes.

Montagens de secagem familiares podem ser usadas para a se-
cagem de uma preparação de pigmento úmida, como cabines de secagem,
secadores de pá e roda, secadores de revolvimento, secadores de contato e,
em particular, secadores instantâneos rotativos e secadores de pulverização.
25 A escolha de uma montagem de secagem adequada torna possível produzir
pós de baixa poeira e livre escoamento ou péletes.

As preparações de pigmento da presente invenção, assim como
o pigmento de benzimidazonadioxazina e o dispersante de pigmento po-
dem conter ainda outros auxiliares ou adjuvantes comuns, por exemplo, ten-
soativos, dispersantes pigmentares e não pigmentares, cargas, padronizado-
30 res, resinas, ceras, removedores de espuma, agentes antiempena, expan-
sores, agentes antiestática, corantes de tonalidade, por exemplo, P. V. 23,

conservantes, retardadores de secagem, aditivos de controle de reologia, agentes umectantes, antioxidantes, biocidas, absorvedores de UV e fototabilizadores, de preferência em uma quantidade de 0,1% a 60% em peso, particularmente de 0,5% a 35% em peso, com base no peso total da preparação de pigmento.

Tensoativos utilizáveis incluem substâncias aniônicas ou ânion ativas, catiônicas ou cátion ativas e não iônicas ou anfotéricas, ou suas misturas.

Exemplos de substâncias aniônicas adequadas incluem ácido graxo tauretos, ácido graxo N-metiltauretos, ácido graxo isetionatos, alquilfenilsulfonatos, um exemplo sendo o ácido dodecilbenzenossulfônico, alquilnaftalenossulfonatos, alquilfenol poliglicol éter sulfatos, álcool graxo poliglicol éter sulfatos, ácido graxo amida poliglicol éter sulfatos, alquilsulfossuccinatos, monoésteres alcenilsuccínicos, álcool graxo poliglicol éter sulfossuccinatos, alcanossulfonatos, ácido graxo glutamatos, alquilsulfossuccinatos, ácido graxo sarcosidas; ácidos graxos, exemplos sendo o ácido palmítico, esteárico e oléico; os sais dessas substâncias aniônicas e sabões, exemplos sendo sais de metais alcalinos de ácidos graxos, ácidos naftênicos e ácidos de resina, ácido abiético, por exemplo, resinas solúveis em álcalis, resinas de maleato modificadas com colofônio, por exemplo, e produtos de condensação à base de cloreto cianúrico, taurina, N,N'-dietil-aminopropilamina e p-fenilenodiamina. Dá-se preferência a produtos de condensação à base de cloreto cianúrico, taurina, N,N'-dietilaminopropilamina e p-fenilenodiamina.

Exemplos de substâncias catiônicas adequadas incluem sais de amônio quaternário, amina graxa oxalquilatos, polioxialquilenaminas, poliaminas oxalquiladas, éteres poliglicólicos de aminas graxas, aminas primárias, secundárias ou terciárias, exemplos sendo alquilaminas, cicloalquilaminas ou alquilaminas ciclizadas, particularmente aminas graxas, diaminas e poliaminas derivadas de aminas graxas ou álcoois graxos, e os oxalquilatos das ditas aminas, imidazolininas derivadas de ácidos graxos, compostos ou resinas de poliaminoamido ou poliamino com um índice de amina entre 100 e 800 mg de KOH por g do composto de poliaminoamido ou poliamino, e

saís dessas substâncias catiônicas, como acetatos ou cloretos, por exemplo.

Exemplos de substâncias não iônicas e anfotéricas adequadas incluem amina graxa carboxiglicinatos, óxidos de amina, éteres poliglicólicos de álcoois graxos, ésteres poliglicólicos de ácidos graxos, betaínas, como N-propil betaínas de amidas de ácidos graxos, ésteres fosfóricos de álcoois alifáticos e aromáticos, álcoois graxos ou éteres poliglicólicos de álcoois graxos, etoxilatos de amidas de ácidos graxos, produtos de adição de álcool graxo-óxido de alquilenol e éteres poliglicólicos de alquilfenol.

Dispersantes não pigmentares significam substâncias que estruturalmente não sejam derivadas de pigmentos orgânicos. São adicionadas como dispersantes durante a preparação real de pigmentos, mas frequentemente também durante a incorporação dos pigmentos nos meios de aplicação que devam ser coloridos: por exemplo, durante a preparação de vernizes ou tintas de impressão, por dispersão dos pigmentos nos aglutinantes correspondentes. Podem ser substâncias poliméricas, exemplos sendo poliolefinas, poliésteres, poliéteres, poliamidas, poliiminas, poliacrilatos, poliisocianatos, seus copolímeros de blocos, copolímeros dos monômeros correspondentes, ou polímeros de uma classe modificados com alguns monômeros de uma classe diferente. Essas substâncias poliméricas portam grupos de âncora polares, como, por exemplo, grupos hidroxila, amino, imino e amônio, grupos ácido carboxílico e carboxilato, grupos ácido sulfônico e sulfonato ou grupos ácido fosfônico e fosfonato, e também podem ter sido modificados com substâncias não pigmentares aromáticas. Dispersantes não pigmentares também podem ser substâncias aromáticas quimicamente modificadas com grupos funcionais e não derivadas de pigmentos orgânicos. Dispersantes não pigmentares desse tipo são conhecidos por aqueles versados na técnica e, em alguns casos, são comercialmente disponíveis (por exemplo, Solsperse®, AVECIA; Disperbyk®, Byk-Chemie; Efka®, Efka). Inúmeros tipos serão nomeados abaixo, a título de representação, embora, em princípio, quaisquer outras substâncias desejadas descritas possam ser empregadas, exemplos sendo produtos de condensação de isocianatos e álcoois, dióis ou polióis, amino álcoois ou diaminas ou poliaminas, polímeros de

ácidos hidroxicarboxílicos, copolímeros de monômeros olefínicos ou monômeros vinílicos e ácidos carboxílicos e ésteres carboxílicos etilenicamente insaturados, polímeros contendo uretano de monômeros etilenicamente insaturados, poliésteres modificados com uretano, produtos de condensação à base de haletos cianúricos, polímeros contendo compostos de nitroxila, poliéster amidas, poliamidas modificadas, polímeros acrílicos modificados, dispersantes com uma estrutura em colméia compreendendo poliésteres e polímeros acrílicos, ésteres fosfóricos, polímeros derivados de triazina, poliésteres modificados, ou dispersantes derivados de substâncias não pigmentares aromáticas. Essas estruturas de origem são, em muitos casos, adicionalmente modificadas por meio de, por exemplo, reação química com substâncias adicionais portadoras de grupos funcionais ou por meio de formação de sal.

Os grupos aniônicos dos dispersantes não pigmentares e pigmentares, tensoativos ou resinas usados como auxiliares também podem ser laqueados usando-se, por exemplo, íons Ca, Mg, Ba, Sr, Mn ou Al ou usando-se íons amônio quaternário.

Cargas e/ou expandores significam uma multiplicidade de substâncias de acordo com DIN 55943 e DIN EN 971-1, exemplos sendo os vários tipos de talco, caulim, mica, dolomita, cal, sulfato de bário ou dióxido de titânio. Nesse contexto, mostrou-se particularmente apropriado fazer a adição antes da pulverização da preparação de pigmento seco.

A presente invenção também apresenta o uso da preparação de pigmento da presente invenção para a pigmentação de materiais orgânicos macromoleculares, por exemplo, plásticos, resinas, revestimentos, incluindo revestimentos em pó, tintas, materiais elétricos, tintas e sementes de impressão, mas, em particular, para revestimentos de efeito, revestimentos automobilísticos, revestimentos industriais, filtros de cor, tintas para jato de tinta, toners e reveladores eletrofotográficos e e-tintas.

Materiais orgânicos de alta massa molecular que podem ser pigmentados com a preparação de pigmento da invenção são, por exemplo, compostos de celulose, como, por exemplo, éteres de celulose e ésteres de celulose, como etilcelulose, nitrocelulose, acetatos de celulose ou butiratos

de celulose, aglutinantes naturais, como, por exemplo, ácidos graxos, óleos graxos, resinas e seus produtos de conversão ou resinas sintéticas, como policondensados, poliprodutos de adição, polímeros e copolímeros de adição, como, por exemplo, resinas amino, particularmente resinas de uréia e melamina formaldeído, resinas alquídicas, resinas acrílicas, fenoplastos e resinas fenólicas, como novolaks ou resóis, resinas de uréia, polivinilas, como álcoois polivinílicos, polivinil acetais, acetatos de polivinila ou éteres polivinílicos, policarbonatos, poliolefinas, como poliestireno, cloreto de polivinila, polietileno ou polipropileno, poli(met)acrilatos e seus copolímeros, como ésteres poliacrílicos ou poliacrilonitrilas, poliamidas, poliésteres, poliuretanos, resinas de cumarona-indeno e hidrocarbonetos, resinas epóxi, resinas sintéticas insaturadas (poliésteres, acrilatos) com os diferentes mecanismos de cura, ceras, resinas de aldeído e cetona, goma, borracha e seus derivados e látex, caseína, silicones e resinas de silicone, individualmente ou em misturas. Não é importante que os compostos orgânicos de alta massa molecular acima mencionados estejam presentes na forma de massas plásticas ou materiais em fusão ou na forma de solução para fiação, dispersões, vernizes, tintas ou tintas de impressão. Dependendo do uso desejado, mostra-se vantajoso utilizar as preparações de pigmento da invenção na forma de uma mistura ou na forma de produtos ou dispersões preparadas.

A presente invenção, portanto, também apresenta um material orgânico macromolecular contendo uma quantidade eficaz para colorir de uma preparação da presente invenção. Com base no material orgânico macromolecular a ser pigmentado, a preparação de pigmento da presente invenção normalmente é usada em uma quantidade de 0,01% a 30% em peso e, de preferência, de 0,1% a 15% em peso.

As tonalidades azul avermelhado proporcionadas pelas preparações de pigmento da presente invenção são particularmente úteis para o conjunto de cores vermelho-verde-azul (R, G, B) de filtro de cor. Essas três cores estão presentes como pontos de cor separados um ao lado do outro e, quando iluminadas por trás, produzem uma imagem totalmente colorida.

Corantes típicos para o ponto de cor vermelha são pigmentos

pirrolopirrol, quinacridona e azo, como P. R. 254, P. R. 209, P. R. 175 e P. O. 38, por exemplo, individualmente ou misturados. Para o ponto de cor verde, tipicamente se empregam corantes de ftalocianina, como P. G. 36 e P. G. 7, por exemplo. Quando requerido, os respectivos pontos de cor também
5 podem ser misturados com uma cor de tonalidade adicional. A tonalidade vermelha e verde é proporcionada, de preferência, por misturação com amarelo, por exemplo, com P. Y. 138, 139, 150, 151, 180 e 213.

A preparação de pigmento da invenção é notável por suas excelentes propriedades colorísticas e reológicas, particularmente sua estabilidade de floculação, pronta capacidade de dispersão, boa reologia, alta fixação
10 de cor, transparência e saturação (croma). Em inúmeros meios de aplicação, elas podem ser facilmente dispersadas até uma elevada finura. Outras propriedades, como brilho, fixação a um sobrerrevestimento, fixação a solvente, fixação a ácido, fixação à luz e intempéries e alta pureza de tonalidade, por
15 exemplo, também são muito boas. As preparações de pigmento da presente invenção também podem ser usadas para se obter tonalidades na região azul avermelhado, que são demandadas para uso em filtros de cor. Elas asseguram alto contraste e também satisfazem outras exigências impostas no caso do uso de filtros de cor, como alta estabilidade térmica ou bandas de
20 absorção abruptas e estreitas. Podem ser produzidas em alta pureza e baixos teores de íons.

Os filtros de cor podem ser produzidos por métodos comuns. A preparação de pigmento da presente invenção é dispersadas em um sistema aquoso ou não aquoso que pode ainda conter componentes adicionais, por
25 exemplo, aglutinantes. Os aglutinantes podem ser termoplásticos, termoes-táveis ou fotossensíveis. Exemplos de aglutinantes termoplásticos e termoes-táveis incluem acrilatos, ésteres acrílicos, poliimidas, álcoois polivinílicos, epóxidos, poliésteres, melaminas, gelatina, caseínas. Aglutinantes fotossensíveis são conhecidos. A pasta de filtro de cor assim produzida tem uma
30 concentração de preparação de pigmento de 2,5% a 80% em peso.

Essas dispersões (pastas de filtro de cor) podem ser, então, aplicadas por meio de revestimento rotativo ou técnicas de impressão con-

vencionais adequadas (por exemplo, impressão flexográficas, offset, de tela, intaglio e estampagem) ou técnicas de impressão sem contato (por exemplo, jato de tinta) ao material de suporte de filtro de cor, tipicamente uma placa de vidro. Os pixels também podem ser produzidos por sublimação térmica, transferência térmica, eletrodeposição ou outras técnicas de aplicação adequadas. A concentração de uso típica para as preparações de pigmento da presente invenção na película de filtro de cor aplicada está entre 5% e 95% em peso, de preferência entre 20% e 80% em peso e, o mais preferivelmente, entre 40% e 60% em peso, com base no peso total da película de filtro de cor.

A técnica mais freqüentemente empregada é a do revestimento rotativo. Nessa técnica, os pixels, por exemplo, R, G, B, são aplicados em sucessão em sistemas de fotorresiste adequados.

Uma camada de fotorresiste aplicada é, por exemplo, exposta a radiação e subsequente revelada, de modo que apenas pixels individuais da camada colorida permaneçam no lugar. Esse processo é, então, repetido para cores adicionais, de modo que, finalmente, pixels R, G, B ou Y, M, C de tamanho igual estejam um ao lado do outro.

Para a maioria dos processos de aplicação, por exemplo, fotolitografia (tecnologia de fotorresiste), solventes, de preferência solventes orgânicos, são um constituinte necessário. Em princípio, é adequado qualquer solvente orgânico polar ou apolar que, dependendo do processo de aplicação, ainda tenha de atender a propriedades adicionais, como compatibilidade ou incompatibilidade com água, estabilidade térmica ou aspectos relevantes de segurança ou ecotoxicidade. Solventes comuns são o acetato de etilcelossolve, éteres dietileno glicol alquílicos (por exemplo, éter dietileno glicol monoetílico, éter dietileno glicol dimetílico), acetatos de éter propileno glicol alquílico (por exemplo, acetato de éter propileno glicol monometílico), acetatos de éter etileno glicol alquílico (por exemplo, acetato de éter etileno glicol monoetílico), N-metilpirrolidona, cetonas (por exemplo, metil etil cetonas, ciclohexanona e ciclopentanona), álcoois, hidrocarbonetos aromáticos, ésteres (por exemplo, 3-etoxipropionato de etila), ésteres cíclicos. Esses solven-

tes podem ser usados individualmente ou combinados entre si.

As preparações de pigmento da presente invenção também são adequadas para uso como corantes em toners e reveladores eletrofotográficos, como, por exemplo, toners em pó de um ou dois componentes (também chamados de reveladores de um ou dois componentes), toners magnéticos, toners líquidos, toners de látex, toners de polimerização e toners especializados. As partículas de toner também podem ser usadas para aplicações cosméticas e farmacêuticas, por exemplo, para revestir comprimidos. Aglutinantes de toner típicos são resinas de adição-polimerização, resinas de poliadição e resinas de policondensação, como resinas de estireno, estireno-acrilato, estireno-butadieno, acrilato, poliéster, fenólicas-epóxi, polissulfonas, poliuretanos, individualmente ou em combinação, e também polietileno e polipropileno, que também podem incluir ingredientes adicionais, como agentes de controle de carga, ceras ou assistentes de escoamento, ou podem ser subsequentelemente modificadas com esses ingredientes adicionais.

Toners ou reveladores eletrofotográficos compreendem um aglutinante de toner típico e entre 0,1% e 80%, de preferência entre 1% e 40% e, mais preferivelmente, entre 3% e 20% em peso de uma preparação de pigmento da invenção, e entre 0% e 20%, de preferência entre 0,1% e 5% em peso, com base, em cada caso, no peso total do toner ou revelador, de um agente de controle de carga da classe dos trifenilmetanos, compostos de amônio e compostos de imônio; compostos de amônio e imônio fluorados; amidas de ácido biscatiônico; compostos de amônio poliméricos; compostos de dialilamônio, derivados de sulfeto de arila, derivados fenólicos, compostos de fosfônio e compostos de fosfônio fluorados; calix(n)arenos; ciclodextrinas; sais de poliéster; compostos de complexos metálicos; compostos de ciclooligossacarídeo-boro, complexos de interpoleletrólitos; benzimidazolonas; azinas, tiazinas ou oxazinas.

Além disso, também é possível que os toners eletrofotográficos também contenham ceras. Além do mais, as ceras também podem ser usadas como um concentrado pré-dispersado, sendo possível que os concentrados (lote mestre) sejam de múltiplos componentes: os componentes são

os corantes da invenção, resinas, agentes de controle de carga e suas combinações.

As preparações de pigmento da invenção são adequadas para uso, além disso, como corantes em tintas para jato de tinta, tanto de base aquosa, quanto não aquosa, em tintas de microemulsão e também naquelas tintas que operam pelo método de fusão a quente. As tintas para jato de tinta em geral contêm um total de 0,5% a 25%, de preferência de 1,5% a 8% em peso (calculado com base no peso seco) de uma preparação de pigmento da invenção. Tintas de microemulsão se baseiam em solventes orgânicos, água e, caso desejado, uma substâncias hidrotópica adicional (mediador de interface). Tintas de microemulsão em geral contêm de 0,5% a 15% em peso, de preferência de 1,5% a 8% em peso, de uma preparação de pigmento da invenção, de 5% a 99% em peso de água e de 0,5% a 94,5% em peso de solvente orgânico e/ou composto hidrotópico.

Tintas para jato de tinta "à base de solvente" contêm, de preferência, de 0,5% a 15% em peso de uma preparação de pigmento da invenção e de 85% a 99,5% em peso de solvente orgânico e/ou compostos hidrotópicos.

Tintas de fusão a quente se baseiam em ceras, ácidos graxos, álcoois graxos ou sulfonamidas que são sólidos à temperatura ambiente e liquefazem com o aquecimento, a faixa de fusão preferida estando situada entre cerca de 60°C e cerca de 140°C. Tintas para jato de tinta de fusão a quente são compostas, por exemplo, essencialmente por 20% a 90% em peso de cera e de 1% a 10% em peso de uma preparação de pigmento da invenção. Além disso, podem estar presentes de 0% a 20% em peso de um polímero adicional (como "dissolvedor de corante"), de 0% a 5% em peso de assistente de dispersão, de 0% a 20% em peso de modificador da viscosidade, de 0% a 20% em peso de plastificante, de 0% a 10% em peso de aditivo de pegajosidade, de 0% a 10% em peso de estabilizador de transparência (que impede a cristalização das ceras, por exemplo) e de 0% a 2% em peso de antioxidante. Além disso, as preparações de pigmento da invenção também são adequadas para uso como corantes para tintas eletrônicas ("e-

tintas") ou papel eletrônico ("e-papel").

A maioria dos atuais revestimentos automobilísticos são os chamados revestimentos de efeito. Esse efeito é proporcionado por pigmentos metálicos ou minerais em formato de plaqueta e é notável pela impressão de clareza ou cor dependente do ângulo de visualização. Para combinar pigmentos ordinários com esses "pigmentos de efeito" é importante selecionar pigmentos orgânicos que não perturbem o efeito metálico. Pigmentos principalmente adequados para essa finalidade são, portanto, pigmentos transparentes, que espalham a luz apenas de maneira mínima.

Quanto maior a transparência do pigmento orgânico, maior o efeito dependente do ângulo dos pigmentos de efeito em um revestimento. Como tonalidades pastel metálicas estão se tornando cada vez mais populares e pigmentos fortemente absorventes, como negro-de-fumo, azul, violeta e verde, por exemplo, também atenuam o efeito metálico, freqüentemente são usados em baixa concentração. Dá-se, portanto, preferência a pigmentos orgânicos que tenham – mesmo em baixas concentrações – uma excelente fixação às intempéries e uma fixação de cor suficientemente alta para dar uma contribuição de cor que aumente o efeito metálico. Essa exigência de pigmentos orgânicos – alta fixação de cor combinada com alta fixação às intempéries a baixa concentração de uso – restringe grandemente a escolha de pigmentos adequados, o que, na prática comercial, leva a compromissos na fixação do efeito ou na formulação de tons pastel. A preparação de pigmento azul da presente invenção atende a essas exigências de uma maneira quase ideal: é transparente, de cor extremamente forte e ainda altamente resistente às intempéries a concentrações muito baixas.

A distribuição de tamanhos de partículas da preparação de pigmento da presente invenção é muito estreita, o que é um critério importante para uso em filtros de cor. Uma medida da estreiteza da distribuição de tamanhos de partículas é fornecida pelos valores característicos d_{25} , d_{50} e d_{95} , que devem estar muito próximos entre si. Para fins da presente invenção, dá-se preferência a preparações de pigmento em que d_{95} seja menor que 200 nm, em particular menor que 100 nm, d_{50} seja menor que 100 nm, em

particular menor que 50 nm, e d_{25} menor que 80 nm, em particular menor que 45 nm.

Para se obterem distribuições de tamanhos de partículas estreitas, por exemplo, d_{95} menor que 60 nm e d_{25} menor que 30 nm, a operação de trituração a úmido acima descrita em um moinho de bolas pode ser combinada com uma operação de trituração precedente, que é, de preferência, uma operação de trituração a seco, por exemplo, em um moinho oscilante.

A preparação de pigmento azul da presente invenção pode ser usada individualmente ou em combinação com pigmentos orgânicos ou inorgânicos adequados, ou em combinação com corantes, especificamente como uma mistura na dispersão (pasta de filtro de cor). As preparações de pigmento servem de corantes de tonalidade, que podem ser adicionados em quantidades de 1% em peso a 49% em peso, como no caso da tonalidade Pigmento Azul 15, por exemplo, ou, então, as preparações de pigmento são os principais componentes. Pigmentos orgânicos adequados incluem, em princípio, todos os pigmentos monoazo, disazo, azo laqueado, β -naftol, Naf-tol AS, benzimidazolona, de disazocondensação e de complexo metal azo e pigmentos policíclicos como, por exemplo, pigmentos de ftalocianina, quina-cridona, perileno, perinona, tioíndigo, antratrona, antraquinona, flavantrona, indantrona, isoviolantrona, pirantrona, dioxazina, quinoftalona, isoindolinona, isoindolina e dicetopirrolpirrol ou negros-de-fumo.

Também são adequados, em particular, pigmentos de superfície modificada, cuja superfície tenha sido modificada por operações químicas como, por exemplo, sulfonação ou diazotização e tenham recebido grupos funcionais, neutros ou portadores de carga ou cadeias poliméricas (esses pigmentos também sendo chamados de autodispersantes ou pigmentos de enxerto).

Exemplos de pigmentos inorgânicos incluem dióxidos de titânio, sulfetos de zinco, óxidos de ferro, óxidos de cromo, ultramarino, óxidos de níquel ou cromo antimônio titânio, óxidos de cobalto e vanadatos de bismuto. Corantes orgânicos adequados incluem, de preferência, corantes solúveis em solvente, como corantes de solvante e corantes graxos, mas também

corantes ácidos, corantes diretos, corantes de enxofre e sua forma leuco, corantes de complexo metálico ou corantes reativos; no caso de corantes reativos, corantes que tenha sido reagidos com nucleófilos também podem ser usados.

- 5 Uma seleção exemplificativa de pigmentos orgânicos particularmente preferidos inclui pigmentos de negro-de-fumo, como negros-de-gás ou negros-de-forno, por exemplo; pigmentos monoazo e disazo, em particular os pigmentos de Índice de Cor, individualmente ou em combinação, como, por exemplo: Pigmento Vermelho 2, Pigmento Vermelho 3, Pigmento Vermelho4, Pigmento Vermelho 5, Pigmento Vermelho 9, Pigmento Vermelho 12, Pigmento Vermelho 14, Pigmento Vermelho 38, Pigmento Vermelho 48:2, Pigmento Vermelho 48:3, Pigmento Vermelho 48:4, Pigmento Vermelho 53:1, Pigmento Vermelho 57:1, Pigmento Vermelho 112, Pigmento Vermelho 122, Pigmento Vermelho 144, Pigmento Vermelho 146, Pigmento Vermelho 147, Pigmento Vermelho 149, Pigmento Vermelho 168, Pigmento Vermelho 169, Pigmento Vermelho 170, Pigmento Vermelho 175, Pigmento Vermelho 176, Pigmento Vermelho 177, Pigmento Vermelho 179, Pigmento Vermelho 181, Pigmento Vermelho 184, Pigmento Vermelho 185, Pigmento Vermelho 187, Pigmento Vermelho 188, Pigmento Vermelho 207, Pigmento Vermelho 208, Pigmento Vermelho 209, Pigmento Vermelho 210, Pigmento Vermelho 214, Pigmento Vermelho 242, Pigmento Vermelho 247, Pigmento Vermelho 253, Pigmento Vermelho 254, Pigmento Vermelho 256, Pigmento Vermelho 257, Pigmento Vermelho 262, Pigmento Vermelho 263, Pigmento Vermelho 266, Pigmento Vermelho 269, Pigmento Vermelho 274, Pigmento Violeta 19 ou Pigmento Violeta 37, Pigmento Amarelo 1, Pigmento Amarelo 3, Pigmento Amarelo 12, Pigmento Amarelo 13, Pigmento Amarelo 14, Pigmento Amarelo 16, Pigmento Amarelo 17, Pigmento Amarelo 73, Pigmento Amarelo 74, Pigmento Amarelo 81, Pigmento Amarelo 83, Pigmento Amarelo 87, Pigmento Amarelo 97, Pigmento Amarelo 111, Pigmento Amarelo 120, Pigmento Amarelo 126, Pigmento Amarelo 127, Pigmento Amarelo 128, Pigmento Amarelo 139, Pigmento Amarelo 151, Pigmento Amarelo 154, Pigmento Amarelo 155, Pigmento Amarelo 173, Pigmento Amarelo 174,

Pigmento Amarelo 175, Pigmento Amarelo 176, Pigmento Amarelo 180, Pigmento Amarelo 181, Pigmento Amarelo 191, Pigmento Amarelo 194, Pigmento Amarelo 196, Pigmento Amarelo 213, Pigmento Amarelo 214, Pigmento Laranja 5, Pigmento Laranja 13, Pigmento Laranja 34, Pigmento Laranja 36, Pigmento Laranja 38, Pigmento Laranja 43, Pigmento Laranja 62, Pigmento Laranja 68, Pigmento Laranja 70, Pigmento Laranja 72 ou Pigmento Laranja 74; Pigmento Verde 7 ou Pigmento Verde 36; Pigmento Azul 15, Pigmento Azul 15:1, Pigmento Azul 15:2, Pigmento Azul 15:3, Pigmento Azul 15:4, Pigmento Azul 15:6, Pigmento Azul 16, Pigmento Azul 56, Pigmento Azul 60 ou Pigmento Azul 61.

As preparações de pigmento da presente invenção são usadas, de preferência, para dar tonalidade a pigmentos verde, azul e vermelho. Dá-se preferência, em particular, a combinações da preparação de pigmento da presente invenção com C. I. Pigmento Azul 15:6 e/ou com C. I. Pigmento Violeta 23.

A preparação de pigmento da presente invenção é muito transparente, tem excelente fixação às intempéries mesmo em baixas concentrações e tem uma fixação de cor suficientemente alta.

Para avaliar as propriedades dos pigmentos no setor de tintas, em sistemas de verniz à base de solvente, livres de água, um verniz de resina alquídica-melamina à base de uma resina alquídica de médio óleo e uma resina de melamina eterificada com butanol (AM) e um acabamento de cozimento de resina acrílica de altos sólidos à base de uma suspensão não aquosa (HSDS) e também um verniz de poliuretano aquoso de alta polaridade (WBC) foram selecionados na multiplicidade de revestimentos existentes.

As propriedades colorísticas foram determinadas de acordo com DIN 55986. A reologia de base de moagem após a dispersão foi visualmente classificada na seguinte escala de cinco pontos:

- | | |
|---|----------------------|
| 5 | fina |
| 4 | fluida |
| 3 | espessa |
| 2 | levemente endurecida |

endurecida

A viscosidade foi determinada, depois da diluição da base de moagem à concentração de pigmento final, usando-se um viscoespátula Rossmann tipo 301 da Erichsen.

5 Nos exemplos a seguir, as partes estão em peso.

Exemplo comparativo A:

Um recipiente com agitação é carregado com 400 partes de pigmento bruto (Pigmento Azul 80) em 4 litros de água como carga inicial. Essa suspensão é triturada em um moinho de bolsas com agitação Drais
10 DCP SF 12 (fabricante: Draiswerke GmbH, Mannheim), enchido com 2.200 partes de bolas de óxido misto de zircônio de 0,3 a 0,4 mm de diâmetro como meio de trituração, a uma velocidade de ponta do agitador de 11,8 m/s e uma densidade de potência relativa de 2,0 kW por litro de espaço do moinho, a 20°C, durante um tempo de residência de 20 minutos.

15 A 200 partes da suspensão de moagem, adicionam-se 143 partes de isobutanol. Depois de várias horas de agitação à temperatura de ebulição, o álcool é removido por destilação de vapor, a suspensão é filtrada com sucção, e a torta de prensa é lavada e secada a 80°C para fornecer
20 se obter um pó altamente cristalino que, no teste em verniz AM, produz revestimentos muito opacos, que são de cor muito fraca. A reologia da tinta é classificada como 5.

Exemplo comparativo B:

Um recipiente com agitação é carregado com 348 partes de
25 pigmento bruto (Pigmento Azul 80), 52 partes de dispersante de pigmento (JP 2005 049 636 A, composto A-48) e 20 partes de NaOH a 10% em um total de 4 litros de água como carga inicial. Essa suspensão é triturada em um moinho de bolsas com agitação Drais DCP SF 12 (fabricante: Draiswerke GmbH, Mannheim), enchido com 2.200 partes de bolas de óxido misto de
30 zircônio de 0,3 a 0,4 mm de diâmetro como meio de trituração, a uma velocidade de ponta do agitador de 11,8 m/s e uma densidade de potência relativa de 2,0 kW por litro de espaço do moinho, de 20 a 50°C, durante um tempo

de residência de 15 minutos.

A 150 partes da suspensão de moagem, adicionam-se 124 partes de isobutanol. Depois de várias horas de agitação à temperatura de ebulição, o álcool é removido por destilação de vapor, a suspensão é filtrada com sucção, e a torta de prensa é lavada e secada a 80°C para fornecer 14,6 partes de preparação de pigmento. A preparação de pigmento é moída com pinos para se obter um pó altamente cristalino que, no teste em verniz HSS, produz revestimentos com propriedades de ocultação extremamente altas no tom da massa.

10 Exemplo 1

Um recipiente com agitação é carregado com 348 partes de pigmento bruto (Pigmento Azul 80) e 52 partes de dispersante de pigmento (IV), em que m é 1, em 4 litros de água como carga inicial. Essa suspensão é triturada em um moinho de bolsas com agitação Drais DCP SF 12 (fabricante: Draiswerke GmbH, Mannheim), enchido com 2.200 partes de bolas de óxido misto de zircônio de 0,3 a 0,4 mm de diâmetro como meio de trituração, a uma velocidade de ponta do agitador de 11,8 m/s e uma densidade de potência relativa de 2,0 kW por litro de espaço do moinho, de 20 a 50°C, durante um tempo de residência de 15 minutos.

20 A 200 partes da suspensão de moagem, adicionam-se 143 partes de isobutanol. Depois de várias horas de agitação à temperatura de ebulição, o álcool é removido por destilação de vapor, a suspensão é filtrada com sucção, e a torta de prensa é lavada e secada a 80°C para fornecer 17,4 partes de preparação de pigmento. A preparação de pigmento é moída com pinos para se obter um pó altamente cristalino que, no teste em verniz AM, proporciona revestimentos muito claros que são de cor fixa. A reologia da tinta é classificada como 5.

Exemplo 2

30 Um recipiente com agitação é carregado com 348 partes de pigmento bruto (Pigmento Azul 80), 52 partes de dispersante de pigmento (IV), em que m é 1, e 270 partes de NaOH a 10% em 4 litros de água como carga inicial. Essa suspensão é triturada em um moinho de bolsas com agi-

tação Drais DCP SF 12 (fabricante: Draiswerke GmbH, Mannheim), enchido com 2.200 partes de bolas de óxido misto de zircônio de 0,3 a 0,4 mm de diâmetro como meio de trituração, a uma velocidade de ponta do agitador de 11,8 m/s e uma densidade de potência relativa de 2,0 kW por litro de espaço do moinho, de 20 a 50°C, durante um tempo de residência de 15 minutos.

A 200 partes da suspensão de moagem, adicionam-se 143 partes de isobutanol. Depois de várias horas de agitação à temperatura de ebulição, o álcool é removido por destilação de vapor, a suspensão é filtrada com sucção, e a torta de prensa é lavada e secada a 80°C para fornecer 17,4 partes de preparação de pigmento. A preparação de pigmento é moída com pinos para se obter um pó altamente cristalino que, no teste em verniz HSS, proporciona revestimentos muito claros, que são de cor fixa e tem um tom de massa transparente. A reologia da tinta é classificada como 4.

Exemplo 3

Um recipiente com agitação é carregado com 348 partes de pigmento bruto (Pigmento Azul 80), 52 partes de dispersante de pigmento (IV), em que m é 1, 20 partes de um poliacrilato comercialmente disponível e 300 partes de NaOH a 10% em 4 litros de água como carga inicial. Essa suspensão é triturada em um moinho de bolsas com agitação Drais DCP SF 12 (fabricante: Draiswerke GmbH, Mannheim), enchido com 2.200 partes de bolas de óxido misto de zircônio de 0,3 a 0,4 mm de diâmetro como meio de trituração, a uma velocidade de ponta do agitador de 11,8 m/s e uma densidade de potência relativa de 2,0 kW por litro de espaço do moinho, de 20 a 50°C, durante um tempo de residência de 15 minutos.

A 200 partes da suspensão de moagem, adicionam-se 143 partes de isobutanol. Depois de várias horas de agitação à temperatura de ebulição, o álcool é removido por destilação de vapor, a suspensão é filtrada com sucção, e a torta de prensa é lavada e secada a 80°C para fornecer 17,6 partes de preparação de pigmento. A preparação de pigmento é moída com pinos para se obter um pó altamente cristalino que, no teste em verniz HSS, proporciona revestimentos muito claros, que são de cor fixa e tem um tom de massa transparente. A reologia da tinta é classificada como 4.

Exemplo 4

Um recipiente com agitação é carregado com 348 partes de pigmento bruto (Pigmento Azul 80), 52 partes de dispersante de pigmento (IV), em que m é 1, 36 partes de um poliacrilato comercialmente disponível e 330 partes de NaOH a 10% em 4 litros de água como carga inicial. Essa suspensão é triturada em um moinho de bolsas com agitação Draï DCP SF 12 (fabricante: Draïwerke GmbH, Mannheim), enchido com 2.200 partes de bolas de óxido misto de zircônio de 0,3 a 0,4 mm de diâmetro como meio de trituração, a uma velocidade de ponta do agitador de 11,8 m/s e uma densidade de potência relativa de 2,0 kW por litro de espaço do moinho, de 20 a 50°C, durante um tempo de residência de 15 minutos.

A 200 partes da suspensão de moagem, adicionam-se 143 partes de isobutanol. Depois de várias horas de agitação à temperatura de ebulição, o álcool é removido por destilação de vapor, a suspensão é filtrada com sucção, e a torta de prensa é lavada e secada a 80°C para fornecer 17,2 partes de preparação de pigmento. A preparação de pigmento é moída com pinos para se obter um pó altamente cristalino que, no teste em verniz HSS, proporciona revestimentos muito claros, que são de cor fixa e tem um tom de massa transparente. A reologia da tinta é classificada como 4.

A distribuição de tamanhos de partículas das partículas primárias se mostrou com as seguintes variáveis características:

$$d_{25} = 44 \text{ nm}, d_{50} = 56 \text{ nm}, d_{75} = 70 \text{ nm}, d_{95} = 101 \text{ nm}.$$

Razão de comprimento para largura: 1,69:1.

Exemplo 5

Um recipiente com agitação é carregado com 352 partes de pigmento bruto (Pigmento Azul 80), 52 partes de dispersante de pigmento (IV), em que m é 1, 32 partes de um poliacrilato comercialmente disponível, 12 partes de um polidimetilsiloxano modificado comercialmente disponível e 268 partes de NaOH a 10% em 4 litros de água como carga inicial. Essa suspensão é triturada em um moinho de bolsas com agitação Draï DCP SF 12 (fabricante: Draïwerke GmbH, Mannheim), enchido com 2.200 partes de bolas de óxido misto de zircônio de 0,3 - 0,4 mm de diâmetro como meio de

trituração, a uma velocidade de ponta do agitador de 11,8 m/s e uma densidade de potência relativa de 2,0 kW por litro de espaço do moinho, de 20 a 50°C, durante um tempo de residência de 15 minutos.

5 A 200 partes da suspensão de moagem, adicionam-se 143 partes de isobutanol. Depois de várias horas de agitação à temperatura de ebulição, o álcool é removido por destilação de vapor, a suspensão é filtrada com sucção, e a torta de prensa é lavada e secada a 80°C para fornecer 17,4 partes de preparação de pigmento. A preparação de pigmento é moída com pinos para se obter um pó altamente cristalino que, no teste em verniz
10 WBC, proporciona revestimentos muito claros, que são de cor fixa e tem um tom de massa transparente. A reologia da tinta é classificada como 4.

Exemplo 6

Um recipiente com agitação é carregado com 354 partes de pigmento bruto (Pigmento Azul 80), 52 partes de dispersante de pigmento
15 (IV), em que m é 1, 32 partes de um poliacrilato comercialmente disponível, 12 partes de um polidimetilsiloxano modificado comercialmente disponível e 70 partes de NaOH a 10% em 4 litros de água como carga inicial. Essa suspensão é triturada em um moinho de bolsas com agitação Drais DCP SF 12 (fabricante: Draiswerke GmbH, Mannheim), enchido com 2.200 partes de
20 bolas de óxido misto de zircônio de 0,3 a 0,4 mm de diâmetro como meio de trituração, a uma velocidade de ponta do agitador de 11,8 m/s e uma densidade de potência relativa de 2,0 kW por litro de espaço do moinho, de 20 a 50°C, durante um tempo de residência de 15 minutos.

A 200 partes da suspensão de moagem, adicionam-se 0,9 partes
25 de um produto de condensação à base de cloreto cianúrico, tuarina, N,N'-dietilaminopropilamina e p-fenilenodiamina e 143 partes de isobutanol. Depois de várias horas de agitação à temperatura de ebulição, o álcool é removido por destilação de vapor, ajustado a pH 4 com ácido fórmico, a suspensão é filtrada com sucção, e a torta de prensa é lavada e secada a 80°C
30 para fornecer 18,3 partes de preparação de pigmento. A preparação de pigmento é moída com pinos para se obter um pó altamente cristalino que, no teste em verniz WBC, proporciona revestimentos muito limpos, que são de

cor fixa e tem um tom de massa transparente. A reologia da tinta é classificada como 3.

A distribuição de tamanhos de partículas das partículas primárias se mostrou com as seguintes variáveis características:

- 5 $d_{25} = 42 \text{ nm}$, $d_{50} = 53 \text{ nm}$, $d_{75} = 67 \text{ nm}$, $d_{95} = 88 \text{ nm}$. Razão de comprimento para largura: 1,65:1.

Exemplo 7

- 27 partes de pigmento bruto grosseiramente cristalino (Pigmento Azul 80) são introduzidas em um recipiente de plástico cilíndrico de 1 litro
10 enchido com 16 g de cloreto de sódio anidro e 1.400 partes de Cylpebs (feito de corindo, 12 mm de diâmetro, fabricante: Groß GmbH, Hof) como meio de trituração. A mistura é, então, finamente triturada por agitação em um moinho oscilante (modelo Vibratom®, fabricante: Siebtechnik Mühlheim) a 1.400 revoluções por minuto, círculo de oscilação de 4 mm, durante 8 horas. De-
15 pois disso, a base de moagem é peneirada para remover o meio de trituração, para se obter 39 partes de base de moagem.

- A 35 partes da base de moagem, adicionam-se 350 partes de isobutanol e 2,1 partes de dispersante de pigmento (IV), em que m é 1. De-
20 pois de várias horas de agitação à temperatura de ebulição, o álcool é removido por destilação de vapor, a suspensão é filtrada com sucção, e a torta de prensa é lavada e secada a 80°C para se obter 22,7 partes de preparação de pigmento. A preparação de pigmento é moída com pinos para se obter um pó eficazmente cristalino que, no teste em verniz AM, proporciona revestimentos de fixação de cor moderada. A reologia da tinta é classificada como
25 5.

Exemplo 8

- 27 partes de pigmento bruto grosseiramente cristalino (Pigmento Azul 80) e 3 partes de dispersante de pigmento (IV), em que m é 1, são in-
30 troduzidas em um recipiente de plástico cilíndrico de 1 litro enchido com 1.400 partes de Cylpebs (feito de corindo, 12 mm de diâmetro, fabricante: Groß GmbH, Hof) como meio de trituração. A mistura é, então, finamente triturada por agitação em um moinho oscilante (modelo Vibratom®, fabrican-

te: Siebtechnik Mühlheim) a 1.400 revoluções por minuto, círculo de oscilação de 4 mm, durante 8 horas. Depois disso, a base de moagem é peneirada para remover o meio de trituração, para se obter 29 partes de base de moagem.

- 5 A 40,5 partes da base de moagem, adicionam-se 350 partes de isobutanol. Depois de várias horas de agitação à temperatura de ebulição, o álcool é removido por destilação de vapor, a suspensão é filtrada com sucção, e a torta de prensa é lavada e secada a 80°C para se obter 27,4 partes de preparação de pigmento. A preparação de pigmento é moída com pinos
- 10 para se obter um pó eficazmente cristalino que, no teste em verniz AM, proporciona revestimentos de alta fixação de cor. A reologia da tinta é classificada como 5.

A distribuição de tamanhos de partículas das partículas primárias se mostrou com as seguintes variáveis características:

- 15 $d_{25} = 19 \text{ nm}$, $d_{50} = 24 \text{ nm}$, $d_{75} = 31 \text{ nm}$, $d_{95} = 43 \text{ nm}$.

Razão de comprimento para largura: 1,63:1.

Exemplo 9

- Um recipiente de plástico enchido com 17,670 partes de bolas de aço inoxidável de 10 mm de diâmetro como meio de trituração a 55% em
- 20 volume é enchido com 210 partes de pigmento bruto e 1.050 g de sulfato de sódio anidro. Isso é seguido por 48 horas de trituração a 75% da velocidade de rotação crítica em uma mesa de rolos. Então, a base de moagem é peneirada para remover o meio de trituração, posta em suspensão em água, filtrada com sucção, lavada para ficar livre do sulfato com água e secada a
- 25 80°C para obter 207,4 partes de base de moagem.

Exemplo 10

- A 54 partes da base de moagem do Exemplo 9, adicionam-se 200 partes de isobutanol e também 2 partes de dispersante de pigmento (IV), em que m é 1. Depois de várias horas de agitação à temperatura de
- 30 ebulição, o álcool é removido por destilação de vapor, a suspensão é filtrada com sucção, e a torta de filtro é lavada e secada a 80°C, para se obter 21,2 partes de preparação de pigmento. A preparação de pigmento é moída com

pinos para se obter um pó altamente cristalino que, no teste em verniz AM, proporciona revestimentos de alta fixação de cor. A reologia da tinta é classificada como 5.

Exemplo 11

5 27 partes de pigmento bruto grosseiramente cristalino (Pigmento Azul 80) e 3 partes de dispersante de pigmento (IV), em que m é 1, são introduzidas em um recipiente de plástico cilíndrico de 1 litro enchido com 1.400 partes de Cylpebs (feito de corindo, 12 mm de diâmetro, fabricante: Groß GmbH, Hof) como meio de trituração. A mistura é, então, finamente
10 triturada por agitação em um moinho oscilante (modelo Vibratom®, fabricante: Siebtechnik Mühlheim) a 1.400 revoluções por minuto, círculo de oscilação de 4 mm, durante 8 horas. Depois disso, a base de moagem é peneirada para remover o meio de trituração, para se obter 29 partes de base de moagem.

15 Um recipiente com agitação é carregado com 400 partes de pré-pigmento moído com oscilação, 36 partes de um polímero de blocos de poli-acrilato comercialmente disponível e 330 partes de NaOH a 10% em 4 litros de água como carga inicial. Essa suspensão é triturada em um moinho de
20 bolsas com agitação Drais DCP SF 12 (fabricante: Draiswerke GmbH, Mannheim), enchido com 2.200 partes de bolas de óxido misto de zircônio de 0,3 a 0,4 mm de diâmetro como meio de trituração, a uma velocidade de ponta do agitador de 11,8 m/s e uma densidade de potência relativa de 2,0 kW por litro de espaço do moinho, de 20 a 50°C, durante um tempo de residência de 15 minutos.

25 A 200 partes da suspensão de moagem, adicionam-se 143 partes de isobutanol. Depois de várias horas de agitação à temperatura de ebulição, o álcool é removido por destilação de vapor, a suspensão é filtrada com sucção, e a torta de prensa é lavada e secada a 80°C para fornecer 17,2 partes de preparação de pigmento. A preparação de pigmento é moída
30 com pinos para se obter um pó altamente cristalino que, no teste em verniz HSS, proporciona revestimentos muito limpos, que são de cor fixa e tem um tom de massa transparente. A reologia da tinta é classificada como 5.

A distribuição de tamanhos de partículas das partículas primárias se mostrou com as seguintes variáveis características:

$d_{25} = 23 \text{ nm}$, $d_{50} = 27 \text{ nm}$, $d_{75} = 33 \text{ nm}$, $d_{95} = 47 \text{ nm}$.

Razão de comprimento para largura: 2,14:1.

5 Exemplo 12

450 partes de cloreto de sódio, 75 partes de pigmento bruto grosseiramente cristalino (Pigmento Azul 80), 8,3 partes de dispersante de pigmento (IV), em que m é 1, e 110 mL de dietileno glicol são amassadas a 80°C durante 8 horas. O material amassado é agitado em 2.500 partes de ácido clorídrico aquoso a 5% a 40°C durante 2 horas, a suspensão é filtrada com sucção, e a torta de prensa é lavada para remover o sal e secada para se obter 82,3 partes de preparação de pigmento.

A reologia da tinta é classificada como 4 – 5.

A distribuição de tamanhos de partículas das partículas primárias se mostrou com as seguintes variáveis características:

$d_{25} = 44 \text{ nm}$, $d_{50} = 56 \text{ nm}$, $d_{75} = 69 \text{ nm}$, $d_{95} = 93 \text{ nm}$.

Razão de comprimento para largura: 1,78:1.

Exemplo 13

Um recipiente com agitação é carregado com 348 partes de pigmento bruto (Pigmento Azul 80), 52 partes de dispersante de pigmento (IV), em que m é 1, e 338 partes de NaOH a 10% em 4 litros de água como carga inicial. Essa suspensão é triturada em um moinho de bolsas com agitação Drais DCP SF 12 (fabricante: Draiswerke GmbH, Mannheim), enchido com 2.200 partes de bolas de óxido misto de zircônio de 0,3 a 0,4 mm de diâmetro como meio de trituração, a uma velocidade de ponta do agitador de 11,8 m/s e uma densidade de potência relativa de 2,0 kW por litro de espaço do moinho, a 20°C, durante um tempo de residência de 20 minutos.

A 276 partes da suspensão de moagem, adicionam-se 253 partes de isobutanol. Depois de várias horas de agitação à temperatura de ebulição, o álcool é removido por destilação de vapor, a suspensão é filtrada com sucção, e a torta de prensa é lavada e secada a 80°C para fornecer 25,8 partes de preparação de pigmento. A preparação de pigmento é moída

com pinos para se obter um pó altamente cristalino que, no teste em verniz AM, proporciona revestimentos muito limpos, que são de cor fixa. A reologia da tinta é classificada como 3 - 4.

A distribuição de tamanhos de partículas das partículas primárias se mostrou com as seguintes variáveis características:

$d_{25} = 48 \text{ nm}$, $d_{50} = 71 \text{ nm}$, $d_{75} = 109 \text{ nm}$, $d_{95} = 158 \text{ nm}$.

Razão de comprimento para largura: 1,58:1.

Exemplo 14

Um recipiente com agitação é carregado com 280 partes de pigmento bruto (Pigmento Azul 80), 120 partes de dispersante de pigmento (IV), em que m é 1, e 666 partes de NaOH a 10% em 4 litros de água como carga inicial. Essa suspensão é triturada em um moinho de bolas com agitação Drais DCP SF 12 (fabricante: Draiswerke GmbH, Mannheim), enchido com 2.200 partes de bolas de óxido misto de zircônio de 0,3 a 0,4 mm de diâmetro como meio de trituração, a uma velocidade de ponta do agitador de 11,8 m/s e uma densidade de potência relativa de 2,0 kW por litro de espaço do moinho, a 20°C, durante um tempo de residência de 20 minutos.

A 254 partes da suspensão de moagem, adicionam-se 209 partes de isobutanol. Depois de várias horas de agitação à temperatura de ebulição, o álcool é removido por destilação de vapor, a suspensão é filtrada com sucção, e a torta de prensa é lavada e secada a 80°C para fornecer 19,7 partes de preparação de pigmento. A preparação de pigmento é moída com pinos para se obter um pó altamente cristalino que, no teste em verniz AM, proporciona revestimentos muito limpos, que são de cor fixa. A reologia da tinta é classificada como 4.

A distribuição de tamanhos de partículas das partículas primárias se mostrou com as seguintes variáveis características:

$d_{25} = 26 \text{ nm}$, $d_{50} = 32 \text{ nm}$, $d_{75} = 42 \text{ nm}$, $d_{95} = 58 \text{ nm}$.

Razão de comprimento para largura: 1,93:1.

Exemplo 15

Um recipiente com agitação é carregado com 348 partes de pigmento bruto (Pigmento Azul 80), 52 partes de dispersante de pigmento

(IV), em que m é 1, e 381 partes de NaOH a 10% em 4 litros de água como carga inicial. Essa suspensão é triturada em um moinho de bolsas com agitação Drais DCP SF 12 (fabricante: Draiswerke GmbH, Mannheim), enchido com 2.200 partes de bolas de óxido misto de zircônio de 0,3 a 0,4 mm de diâmetro como meio de trituração, a uma velocidade de ponta do agitador de 11,8 m/s e uma densidade de potência relativa de 2,0 kW por litro de espaço do moinho, a 65°C, durante um tempo de residência de 20 minutos.

A 244 partes da suspensão de moagem, adicionam-se 207 partes de isobutanol. Depois de várias horas de agitação à temperatura de ebulição, o álcool é removido por destilação de vapor, a suspensão é filtrada com sucção, e a torta de prensa é lavada e secada a 80°C para fornecer 22,8 partes de preparação de pigmento. A preparação de pigmento é moída com pinos para se obter um pó altamente cristalino que, no teste em verniz AM, proporciona revestimentos muito limpos, que são de cor fixa. A reologia da tinta é classificada como 3 - 4.

A distribuição de tamanhos de partículas das partículas primárias se mostrou com as seguintes variáveis características:

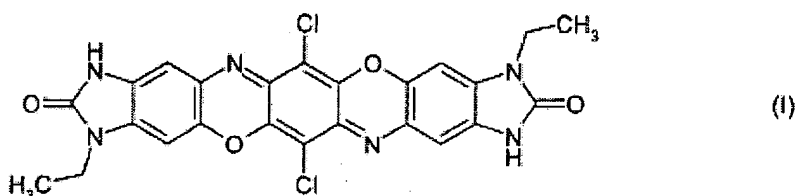
$d_{25} = 35$ nm, $d_{50} = 46$ nm, $d_{75} = 60$ nm, $d_{95} = 103$ nm.

Razão de comprimento para largura: 1,83:1.

REIVINDICAÇÕES

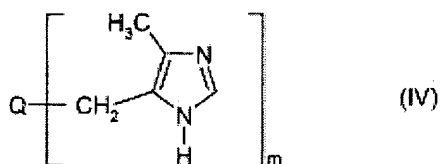
1. Preparação de pigmento, compreendendo:

a) um composto de benzimidazonadioxazina de fórmula (I) como pigmento de base:



5 e

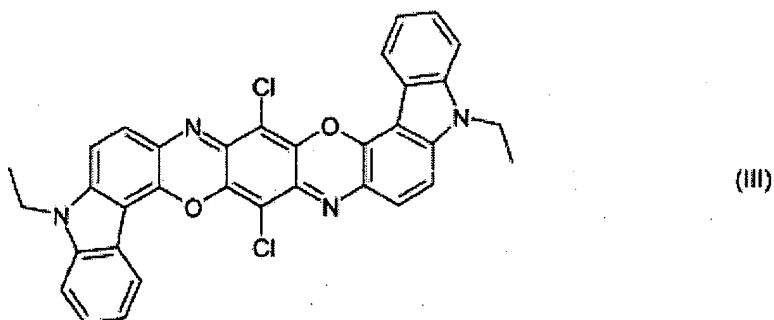
b) um composto de dioxazina de fórmula geral (IV) como dispersante de pigmento:



em que:

Q representa um radical m valente de um composto de fórmula

10 (III):



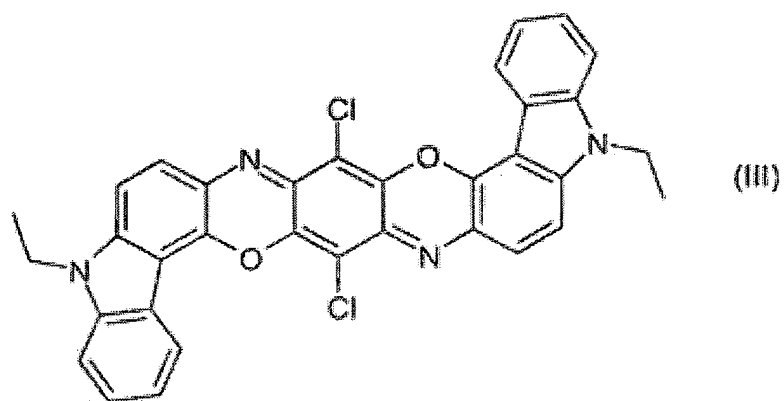
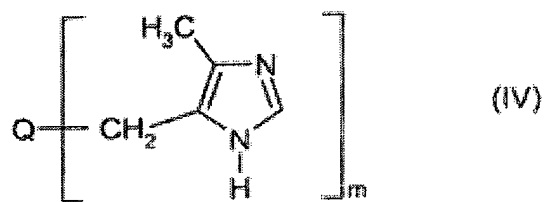
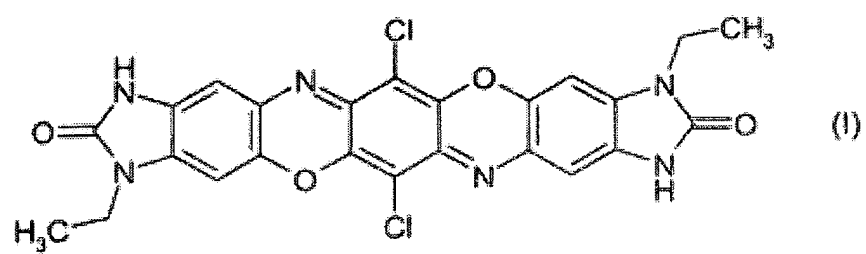
m representa um número de 1 a 4.

2. Preparação de pigmento, de acordo com a reivindicação 1, em que m é um número de 1 a 2.

3. Preparação de pigmento, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, contendo de 0,5% a 99% em peso de dispersante de pigmento de fórmula (IV), com base no peso do pigmento de base de fórmula (I).

4. Preparação de pigmento, de acordo com uma ou mais das reivindicações de 1 a 3, contendo de 2,5% a 50% em peso de dispersante de pigmento de fórmula (IV), com base no peso do pigmento de base de

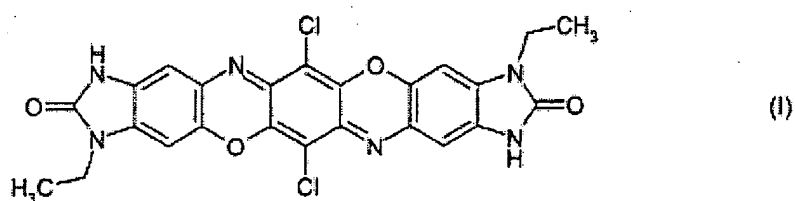
13. Filtro de cor contendo uma quantidade eficaz para colorir de uma preparação de pigmento como definida em uma ou mais das reivindicações de 1 a 7.



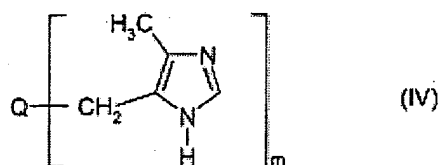
RESUMO

Patente de Invenção: "CORANTE AZUL À BASE DE C.I. PIGMENTO AZUL 80".

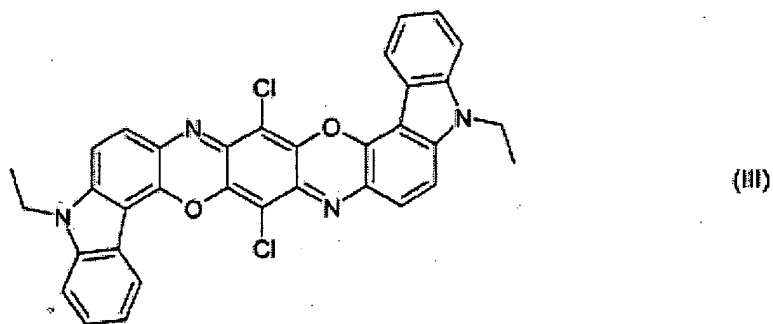
5 A presente invenção refere-se a uma preparação de pigmento que se caracteriza por um teor de: a) um composto de benzimidazolondioxazina de fórmula (I)



como o pigmento de base, e b) um composto de dioxazina de fórmula geral (IV)



10 como o dispersante de pigmento, em que Q representa um grupo m valente de um composto de fórmula (III)



em que m é um número de 1 a 4.