

AÑO

Expediente núm.



241570

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INVENCIÓN

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE** INVENCIÓN por 20 años, en España.

a favor de

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, de nacionalidad

entidad alemana domiciliado en Leverkusen-Bayerwerk,

ciudad alemana, núm.

por:

« Procedimiento para la obtención de colores de hielo en la
impresión de tejidos ».

Nº 7365

Agente Sr. Gómez-Acebo y Modet.

PATENTE DE INTENCION

241570

4193-Sp.



Memoria Descriptiva 241570

sobre:

"Procedimiento para la obtención de colores de hielo en la impresión de tejidos".

=====

Solicitante: FARBENFABRIK BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

=====

Por las patentes alemanas 948.595, 953.429, 957.386 y 950.280 ya se conocen procedimientos que hacen posible, mediante el empleo de compuestos diazoamínicos de compuestos diazo, especialmente seleccionados, de la serie benzólica y ácidos 2-alkilamino-4(5)-sulfobenzoicos

5.



241570

junto con componentes de acoplamiento de colores de hielo de la clase usual, la obtención de impresiones que se pueden revelar en vapor neutral y sin la adición de agentes disociadores de ácido o ligadores de lejías.

5. Se ha descubierto ahora, que las combinaciones de compuestos aminoazo diazotadas, libres de grupos de ácido sulfónico y ácido carbónico, y los ácidos 2-alquilo-amino-4(5)-sulfobenzoicos son asimismo valiosos compuestos diazoamínicos que, impresos con componentes de acoplamiento de colores de hielo y revelados en vapor neutral, dan impresiones profundas y abundantes sobre algodón, celulosa regenerada o fibras sintéticas. A pesar de su fácil disociabilidad en vapor neutral, las pastas de impresión poseen una duración muy buena. Las impresiones, por lo demás, no muestran ninguna disminución de la profundidad del color al ser impresos con colorantes de tina. Asimismo es digno de mención, que estos compuestos diazoamínicos, empleados según la presente invención respecto a su solubilidad, a pesar de la molécula ampliada así, como en su estabilidad, y a pesar de la fácil disociabilidad a la temperatura del proceso de vaporización no quedan postergados por los compuestos diazoamínicos conocidos. Al emplearse componentes de acoplamiento iguales sobrepasan a éstos en la profundidad de color de las impresiones obtenidas.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

- Los compuestos diazo-azo a emplear para la obtención de los compuestos diazoamínicos se derivan preferentemente de la serie ariloazo y aquí especialmente del aminobenzol. A excepción de grupos ácido sulfónicos y ácidos carbónicos puede presentar los sustituyentes
- 30.

25



241570

usuales, tales como halógeno, agrupaciones nitro, alquilo, alcoxi- sulfón, sulfamida, carbonamida, éster y otras más. Especialmente adecuados son aquellos compuestos que en la posición -o- hacia el grupo amino diazotable contienen un grupo alcoxi.

5.

Las impresiones, obtenidas según la presente invención, se caracterizan, además de por su especial profundidad de color, por su excelente solidez a la luz y destacada solidez al lavado y a la ebullición. Además de colorantes de tina se pueden emplear asimismo, sin influenciar las valiosas propiedades de impresión, los colorantes de oxidación y pigmentos.

10.

EJEMPLO 1.

60 a 100 partes en peso de una mezcla de partes equivalentes del compuesto diazoanínico, que se obtuvo de 2,5-dimetoxibenzol-(1,1')-azo-2',6'-dicloro-4'-nitrobenzol diazotado y ácido 2-aetiloamino-5-sulfobenzoico, y 2,3-oxi-naftoilaminobenzol se amasan con

15.

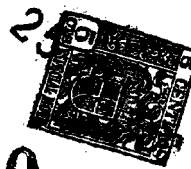
50 partes en peso de alcohol y se disuelve en
 100 partes en volumen de agua,
 5 a 15 partes en peso de sosa cáustica (38% Bé),
 bajo adición de

20.

50 partes en peso de tiodiglicol o un disolvente análogo a base de glicol y se introduce en

25.

500 partes en peso de un espesamiento neutral de almidón-tragant añadiendo
 50 partes en peso de una solución neutral de cromato sódico (1 : 2).



241570

- Para la impresión sobre fibras de celulosa regenerada se agregan aún 100 partes en peso de urea. La mezcla se completa con agua a 1000 partes en peso. La pasta se imprime sobre la fibra, por ejemplo, sobre
5. algodón, celulosa regenerada o tejido de poliacrilonitrilo, después de secar la mercancía con vapor neutral durante 5 a 10 minutos se saponifica hirviendo, se enjuaga y se seca. Se obtiene un azul marino de muy buena solidez a la luz y excelentes propiedades contra la humedad.
 10. Si en la pasta de impresión arriba mencionada en lugar del 2,3-oxinaftoilaminobenzol se emplea en cantidad equivalente el 1-(2',3'-oxinaftoilamino)-2-metilo-benzol, entonces se obtienen impresiones de tono de color similar y con iguales propiedades.
 15. Al emplearse cantidades equivalentes de 1,4-di-(acetoacetiloamino)-tolidina se obtienen impresiones marrón-rojizas con buenas propiedades a la humedad.
El compuesto diazoamínico, empleado en este ejemplo, se obtiene diazotando 1 mol de 1-amino-2,6-dicloro-4-nitrobenzol en ácido sulfúrico concentrado con ácido nitrosilsulfúrico, reuniéndolo en solución ácida con 1 mol de 1-amino-2,5-dimetoxibenzol y, sin aislar el producto de acoplamiento, continuando la diazotización y finalmente reaccionando el compuesto diazo-azo en agente
 20. ligeramente alcalino con ácido 2-etiloamino-5-sulfobenzoico.
 25. La separación del compuesto diazoamínico, así obtenido, se puede efectuar, de acuerdo, con el procedimiento de la patente alemana 950.292, mediante la adición de álcalis cáusticos y sal común. El compuesto diazoamínico es un
 30. polvo rojo-marrón de fácil solubilidad en agua.

25 AB



241570

EJEMPLO 2.

- 60 a 100 partes en peso de una mezcla de partes equivalentes del compuesto diazoamínico, obtenido de 4-amino-2,5-dimetoxibenzol-(1,1')-azo-2',6'-dicloro-4'-nitrobenzol diazotado y ácido 2-metiloamino-4-sulfobenzoico,
5. nitrobenzol diazotado y ácido 2-metiloamino-4-sulfobenzoico, y 2,3-oxinaftoilaminobenzol se amasan con
- 50 partes en peso de alcohol y se disuelve en
- 100 partes en volumen de agua,
- 5 a 15 partes en peso de sosa cáustica (38° Bé) bajo
10. adición de
- 50 partes en peso de tiodiglicol o disolventes similares a base de glicol y se introduce en
- 500 partes en peso de un espesamiento neutral de almidón-tragantañadiendo
15. 50 partes en peso de una solución neutral de cromato sódico (1 : 2).

Para la impresión de fibras de celulosa regenerada se agregan aún 100 partes en peso de urea. La mezcla

20. se completa con agua a 1000 partes en peso.

La pasta se imprime sobre fibra, después de secar la mercancía se vaporiza con vapor neutral durante 5 a 10 minutos, se saponifica hirviendo, se enjuaga y se seca. Se obtiene un azul marino con muy buena solidez

25. a la luz y excelentes propiedades contra la humedad.

La obtención del compuesto diazoamínico se puede efectuar en forma análoga a lo indicado en el ejemplo 1. El producto es un polvo marrón-rojizo que se disuelve muy bien en agua.



241570

EJEMPLO 3.

- 40 a 100 partes en peso de una mezcla de las partes equivalentes del compuesto diazoamínico, obtenido de 4-amino-2,5-dimetoxibenzol-(1,1')-azo-4'-nitrobenzol diazotado y ácido 2-etilamino-5-sulfobenzoico, y 2,3-oxinaftoilaminobenzol se amasan con
5. 50 partes en peso de alcohol y se disuelven en 100 partes en volumen de agua,
- 5 a 15 partes en peso de sosa cáustica (38% Bé) bajo
10. adición de 50 partes en peso de tiodiglicol o disolventes similares a base de glicol y se introduce en 500 partes en peso de un espesamiento neutral de almidón-tragant añadiendo
15. 50 partes en peso de una solución neutral de cromato sódico (1 : 2).

La mezcla se completa con agua a 1000 partes en peso.

20. Después de imprimir la fibra y ulterior secado, se revela durante 5 a 10 minutos con vapor neutral, se saponifica hirviendo, se enjuaga y se seca. Se obtiene un negro tirando a azul de buena solidez a la luz y muy buena solidez a la humedad.
25. La obtención del compuesto diazoamínico se efectúa acoplando p-nitranilina diazotada, en agente ácido, con 1-amino-2,5-dimetoxibenzol, continuando la diazotización a 40-45% del colorante aminoazo obtenido, reuniéndole en agente ligeramente alcalino con ácido
30. 2-etilamino-5-sulfobenzoico y aislando el producto de

25 AB



241576

reacción en la forma indicada en el ejemplo 1.

EJEMPLO 4.

5. 60 a 100 partes en peso de una mezcla de partes equivalentes del compuesto diazoamínico, obtenido por reacción de 4-amino-2,5-dimetoxibenzol-(1,1')-azo-2'-cloro-4'-nitrobenzol diazotado con ácido 2-etilamino-5-sulfobenzoico, y 2,3-oxinaftoilaminobenzol se amasan con
- 50 partes en peso de alcohol y se disuelve en
100 partes en volumen de agua,
10. 5 a 15 partes en peso de sosa cáustica (38^a Bé) bajo adición de
50 partes en peso de trietilglicol o disolventes similares a base de glicol y se introduce en
15. 500 partes en peso de un espesamiento de almidón-tragant neutral añadiendo
50 partes en peso de una solución de cromato de sodio neutral (1 : 2).

20. La mezcla se completa con agua a 1000 partes en peso. Después de la impresión de la fibra se seca la mercancía, se vaporiza neutral de 5 a 10 minutos, se saponifica hirviendo, se enjuaga y se termina. Se obtiene un negro neutral con muy buenas propiedades de solidez.

25. El compuesto diazoamínico se obtiene en forma análoga a la forma de trabajo descrita en el ejemplo 1.

EJEMPLO 5.

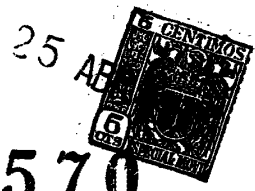
30. 60 a 100 partes en peso de una mezcla de cantidades equivalentes del compuesto diazoamínico, obtenido por acoplamiento de 4-amino-2,5-dimetoxibenzol-(1,1')-azo-2',6'-dicloro-4'-acetilaminobenzol diazotado con

25



241570

- ácido 2-etiloamino-5-sulfobenzóico y ulterior saponificación, y 2,3-oxinaftoilaminobenzol se amasan con 50 partes en peso de alcohol y se disuelve en 100 partes en volumen de agua,
5. 5 a 15 partes en peso de sosa cáustica (33^o Bé) añadiendo 50 partes en peso de triodiglicol o un disolvente similar a base de glicol y se introduce en 20 partes en peso de un espesamiento neutral de almidón-tragant:
10. A continuación se completa con agua a 1000 partes en peso: Después de imprimir y secar la mercancía se vaporiza neutral durante 5 a 10 minutos se saponifica hirviendo, se enjuaga y se termina. Se obtiene un negro profundo tirando a azul, de muy buena solidez a la humedad.
15. El compuesto diazoamínico empleado en este ejemplo se puede obtener diazotando en forma usual 1-acetiloamino-3,5-dicloro-4-aminobenzol y acoplándole, en agente ácido, con 1-amino-2,5-dimetoxibenzol, disolviendo el producto de reacción aislado en ácido sulfúrico (60^o Bé), continuando la diazotación con ácido nitrosil-sulfúrico, presentado sobre hielo, reuniendo el compuesto diazo-azo en agente ligeramente alcalino con ácido
20. 2-etiloamino-5-sulfobenzóico y saponificando el grupo acetiloamínico en el compuesto diazoamínico, obtenido mediante calentamiento en solución acuosa con sosa
25. cáustica durante 20 minutos a 80^o. El producto de saponificación aislado por salado es un polvo marrón rojizo que, en agua, se disuelve fácilmente con color marrón-orange.
30. Si en este ejemplo, en lugar del compuesto diazoamínico empleado, se utilizan los componentes diazo



241570

y estabilizadores señalados en la siguiente tabla y por lo demás se procede en idéntica forma, entonces sobre algodón se obtienen impresiones con las tonalidades de color señaladas en la tabla.

Compuesto diazoamínico de

<u>Componente diazo</u>	<u>Estabilizador</u>	<u>Tonalidad</u>
1-diazo-2,5-dimetoxi-benzol-(4,1')-azo-4'-nitrobenzol	Acido 2-propiloamino 5-sulfobenzóico	negro
"	ácido 2-butiloamino-4-sulfobenzóico	"
"	ácido 2-β-oxietiloamino-5-sulfobenzóico	"
"	ácido 2-β-metoxietiloamino-4-sulfobenzóico	"
"	ácido 2-β-metilosulfoniletiloamino-5-sulfobenzóico	"
1-diazonaftalino-(4,1')-azo-2'-etoxibenzol	ácido 2-etiloamino-5-sulfobenzóico	violeta cubierto
1-diazo-3-metoxi-4-metilobenzol-(6,1')-azo-2'-cloro-4'-nitrobenzol	"	marrón
1-(p-diazofenilo)-3-metilo-5-pirazolon-(4,1')-azo-2',6'-dicloro-4'-nitrobenzol	"	marrón rojizo
4,4'-bis-(azo-2",5"-dimetoxi-4"-diazobenzol-1")-3,3'-dicloro-difenilo	"	azul-gris

N O T A

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar

25



241570

- que el invento, corresponde a una patente presentada en Alemania, con fecha 4 de mayo de 1957, nº F 22.973 IVc/8n, acogiéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que
5. constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "Procedimiento para la obtención de colores de hielo en la impresión de tejidos"; caracterizándose por lo siguiente:
10. 1º.- Procedimiento para la obtención de colores de hielo en la impresión de tejidos, caracterizado porque los compuestos diazoamínicos, obtenidos de compuestos aminoazo diazotados, libres de grupos de ácido sulfónico y ácido carbónico, y ácidos 2-alquilo-amino-4(5)-sulfobenzoicos, se aplican con componentes
15. de colores de hielo usuales sobre la fibra y se revela mediante vaporización con vapor neutral.
20. 2º.- Procedimiento para la obtención de colores de hielo en la impresión de tejidos, mediante revelado neutral, caracterizado porque como sustancias formadoras del color, contienen compuestos diazoamínicos de compuestos aminoazo diazotados libres de grupos de ácido sulfónico y ácido carbónico y ácidos 2-alquilo-amino-4(5)-sulfobenzoicos junto con los componentes
25. de acoplamiento de los colores de hielo usuales.
- 3º.- Procedimiento para la obtención de colores de hielo en la impresión de tejidos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria que consta de diez hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 25 ABR. 1958
FABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.
J. GÓMEZ ACEBO Y MODESTO
P. P