

254659

254659



P A T E N T E   D E   I N V E N C I O N

a favor de:

FARBWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT, vormals Meister Lucius  
& Brüning, de nacionalidad alemana, residente en Frankfurt (M)  
- Hoechst (República Federal Alemana), por:

"PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE COLORANTES BISAZOICOS INSO-  
LUBLES EN AGUA Y LOS COLORANTES OBTENIDOS POR ESTE PROCESO"

-----  
Memoria descriptiva

La presente invención tiene por objeto nuevos colorantes bisazólicos, insolubles en agua, y un proceso de preparación de estos colorantes. Los nuevos colorantes corresponden a la fórmula 1, en la cual:

5 R representa un grupo alcohólico o arílico.

La casa demandante ha descubierto, efectivamente, que se pueden obtener colorantes bisazólicos valiosos, exentos de grupo sulfónico y carboxílico y que presentan buenas propiedades de solidez o fijeza si se copula, en sustancia o sobre un

254659



10 substrato, el compuesto tetrazóico de 4,4'-diamino-3,3'-diclo  
ro-difenilo con los acetil-acetamino-bencenos correspondientes  
a la fórmula 2, en la cual la letra R tiene el significado in-  
dicado antes.

15 Los colorantes bisazóicos producidos según el presente pro  
ceso, constituyen pigmentos insolubles en agua y de color amari  
llo claro. En razón de su alta capacidad de tinción, de su bue  
na resistencia a los disolventes, de su buena solidez a la luz  
y de la transparencia, que en la mayor parte de los casos es  
muy grande, convienen, en particular a los teñidos de materias  
20 plásticas y a la impresión gráfica, así como a los campos espe  
ciales de la industria de lacas, tapicerías y papeles.

25 En comparación con el colorante conocido y que se obtiene a  
partir del 4,4'-diamino-3,3'-diclorodifenilo tetrazotado y acetil-  
acetamino-benceno, los nuevos colorantes se distinguen por su  
mejor solidez a la luz y por su transparencia esencialmente ma  
yor. Además, en lo que se refiere a la solidez a la luz, los  
nuevos colorantes aventajan al colorante azóico conocido, obte  
nido a partir de 4,4'-diamino-3,3'-dicloro-difenilo tetrazotado  
y de 1-acetil-acetamino-2-metil-benceno, así como a los coloran  
30 tes que se obtienen por copulación de 4,4'-diamino-difenilo o  
de 4,4'-diamino-3,3'-dimetil-difenilo tetrazotado con 1-acetil-  
acetamino-2-cloro-benceno, 1-acetil-acetamino-2-metoxi-benceno  
o 1-acetil-acetamino-2-metil-benceno.

35 Son, pues, otro objeto de la presente invención nuevos co  
lorantes bisazóicos insolubles en agua y estructuralmente rela  
cionados con los antes descritos, que corresponden a la fórmula  
3, en la cual X representa un átomo de cloro o el grupo -OR e Y  
representa un átomo de hidrógeno o el grupo -OR, designando la  
letra X el grupo -OR, si Y representa un átomo de hidrógeno y R



254659

40 representa un grupo metflico o etílico.

La solicitante ha descubierto, efectivamente, como amplia  
ción de la invención, que se pueden obtener colorantes bisazó  
cos, que presenten igualmente propiedades notables y tonalida  
des similares si se copula en sustancia o sobre un substrato,  
45 el compuesto tetrazóico de 4,4'-diamino-3,3'-dicloro-difenilo,  
con los acetyl-acetamino-bencenos correspondientes a la fórmu  
la 4, en la cual las letras X, Y y R tienen los significados  
citados.

Los nuevos colorantes constituyen pigmentos de color ama  
50 rillo claro tirando a verdoso o rojizo. En razón de su alto  
poder de tinción, de su buena resistencia a los disolventes  
y de su excelente solidez a la luz, son también convenientes  
para el teñido de materiales plásticos y para la impresión grá  
fica, así como para la industria de lacas, tapicerías y pape  
55 les. Comparados con el colorante conocido que se obtiene por  
copulación de 4,4'-diamino 3,3'-dimetoxi-difenilo tetrazotado  
con 1-acetyl-acetamino-2,5-dimetoxi-4-cianobenceno, los nue  
vos colorantes se destacan por una solidez o estabilidad a la  
luz muy perfecta.

60 Ejemplo 1

Se agitan 50,6 partes, en peso, de 4,4'-diamino-3,3'-di  
cloro-difenilo con 600 partes, en volumen, de agua y 270 par  
tes en volumen, de ácido clorhídrico 5 normal; seguidamente se  
enfria a 0° por medio de hielo y se tetrazota a 0° con 52,5  
65 partes, en volumen, de solución de azotito de sodio al 40%. Se  
introduce la solución tetrazóica clarificada, a 20°, agitando  
la bien, en una suspensión acética de 86 partes, en peso, de  
1-acetylacetamino-2-metoxi-benceno, manteniéndose el pH del  
líquido de copulación de 5,5 a 4. Una vez que se ha terminado



254659

70 la formación del colorante, se hace hervir por medio de vapor  
directo, se separa el colorante de la manera usual, se lava  
hasta que sea neutro y se seca. Se puede efectuar, también, la  
75 copulación con ventaja en presencia de jabón resinoso. El colo  
rante obtenido da un amarillo claro verdoso, que se distingue  
por su alto poder de tinción y su buena solidez a la luz.

Ejemplo 2

A 20º se añade, agitando bien, la solución tetrazóica ob-  
tenida de la manera descrita en el ejemplo 1, a partir de 50,6  
partes, en peso, de 4,4'-diamino-3,3'-dicloro-difenilo a una  
80 suspensión acética de 92 partes, en peso, de 1-acetilacetamino-  
2-etoxi-benceno. Una vez que se termine la copulación, se fil-  
tra el colorante a la temperatura ambiente, se lava hasta que  
sea neutro y se seca. El colorante proporciona un color amari-  
llo verdoso intenso con buenas propiedades de solidez.

85 Ejemplo 3

Se copula, a 25º, la solución tetrazóica obtenida de la  
manera descrita en el ejemplo 1, a partir de 50,6 partes, en  
peso, de 4,4'-diamino-3,3'-diclorodifenilo con una suspensión  
acética fina obtenida, en presencia de oleil-metil-aurida, a  
90 partir de 110 partes, en peso, de 1-acetil-acetamino-2-fenoxi-  
benceno, para obtener el colorante bisazóico. El colorante for-  
mado se filtra a vacío, se lava hasta que esté neutro y se se-  
ca. Produce un amarillo verdoso, de gran poder de tinción y  
buena solidez a la luz.

95 Ejemplo 4

Se agitan 50,6 partes, en peso, de 4,4'-diamino-3,3'-diclo  
ro-difenilo con 600 partes, en volumen de agua y 250 partes, en  
volumen, de ácido clorhídrico 5 normal; seguidamente se enfría  
a 0º, con ayuda de hielo, y se tetrazota a 0º con 52,5 partes,

254659



100 en volumen, de solución de azotito sódico al 40%. La solución  
tetrazóica clarificada se introduce, a 30-33%, agitando bien,  
en una suspensión acética de 115 partes, en peso, de 1-acetil-  
acetamino-4-cloro-2,5-dimetoxi-benceno correspondiente a la  
105 fórmula 5 del dibujo adjunto, manteniéndose el pH del líquido  
de copulación entre 5,5 y 4,5. Una vez terminada la formación  
del colorante, se hace hervir por medio de vapor directo, se  
separa el colorante de la manera usual, se lava hasta que esté  
neutro, y se seca. El pigmento obtenido proporciona un color  
amarillo claro y rojizo, el cual se distingue por su alto poder  
110 de tinción y su elevada transparencia, así como por su excelen-  
te solidez a la luz.

La copulación puede, también, efectuarse con ventajas, en  
presencia de jabón resinoso.

115 Si se sustituye, en este ejemplo, las 115 partes, en peso,  
de 1-acetil-acetamino-4-cloro-2,5-dimetoxi-benceno por 126 par-  
tes, en peso, de 1-acetil-acetamino-4-cloro-2,5-dietoxi-benceno,  
se obtiene un pigmento que proporciona un amarillo un poco más  
verdoso y que presenta propiedades similares.

Ejemplo 5

120 Se tetrazotan, de la manera descrita en el ejemplo 1, 50,6  
partes, en peso de 4,4'-diamino-3,3'-dicloro-difenilo. Se intro-  
duce la solución tetrazóica clarificada, a 20-30%, y agitando  
bien, en una suspensión acética de 100 partes, en peso, de 1-ace-  
til-acetamino-2,4-dimetoxi-benceno, manteniendose el pH del lí-  
125 quido de copulación entre 5,5 y 4,5. Una vez que se ha terminado  
de formar el colorante, se hace hervir con vapor directo, se se-  
para el colorante de la manera usual, se lava hasta que quede  
neutro y se seca. También se puede efectuar la copulación venta-  
josamente en presencia de jabón resinoso. El colorante obtenido

254659



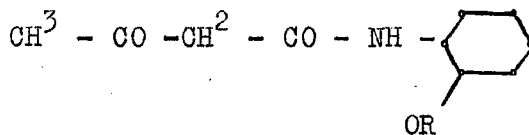
130 constituye un pigmento amarillo rojizo que se distingue por su alto poder de tinción y su excelente solidez a la luz.

Si se sustituye, en este ejemplo, el 1-acetil-acetamino-2,4-dimetoxi-benceno por 1-acetil-acetamino-2,4-dietoxibenceno, se obtiene igualmente un pigmento amarillo rojizo que presenta propiedades similares.

Esta solicitud que corresponde a las presentadas en Alemania el 16 de Noviembre de 1951, bajo el número F 7668 IVd/22a, y el 8 de Diciembre de 1952, bajo el número F 10559 IVd/22a, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial y del artículo 4º del Convenio de la Unión. Igualmente esta Patente de Invención se acoge a los beneficios del Convenio para la rehabilitación de derechos de Propiedad Industrial entre España y la República Federal de Alemania, de acuerdo con la parte I del mismo, artículos 1º y 2º (Boletín Oficial del Estado 26 de Junio de 1959).

REIVINDICACIONES  
=====

1). Procedimiento de preparación de colorantes bisazóicos insolubles en agua, caracterizado por el hecho de copular en sustancia o sobre un substrato, el compuesto tetrazóico de 4,4'-diamino-3,3'-dicloro-difenilo con los acetil-acetamino-bencenos correspondientes a la fórmula general



en la cual R representa un radical alcohólico o arílico.

2). Procedimiento de preparación de colorantes bisazóicos insolubles en agua, caracterizado por el hecho de que se emplean, para copulación en sustancia o sobre un substrato, con el compuesto tetrazóico de 4,4'-diamino-3,3'-dicloro-difenilo, los acetil-acetamino-bencenos correspondientes a la fórmula 4, en la cual X repre



254659

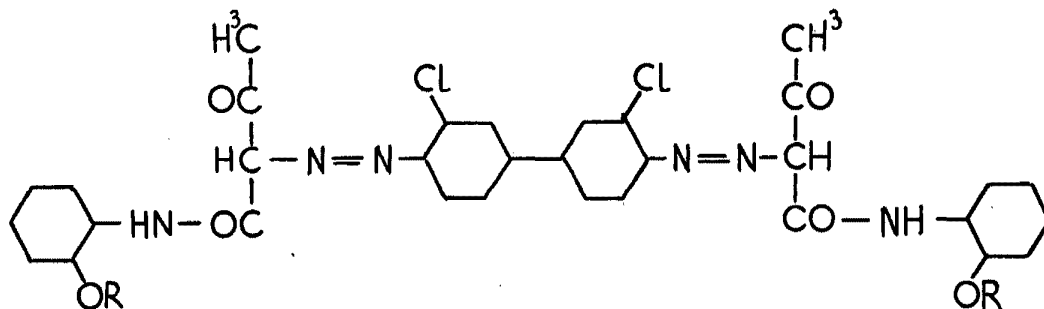
160 senta un átomo de cloro o el grupo -OR e Y representa un átomo de  
hidrógeno o el grupo -OR, designando la letra X el grupo -OR si Y  
representa el hidrógeno y R representa un grupo metílico o etíli-  
co.

165 3). PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE COLORANTES BISAZOICOS INSOLU-  
BLES EN AGUA Y LOS COLORANTES OBTENIDOS POR ESTE PROCESO".

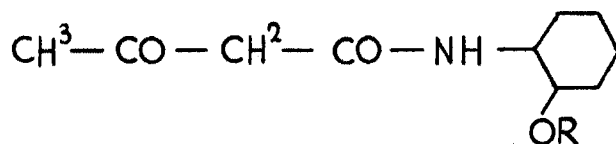
Esta Memoria consta de siete hojas foliadas y mecanografía  
das por un solo lado de sus caras.

Madrid, a 30 de Diciembre de 1959

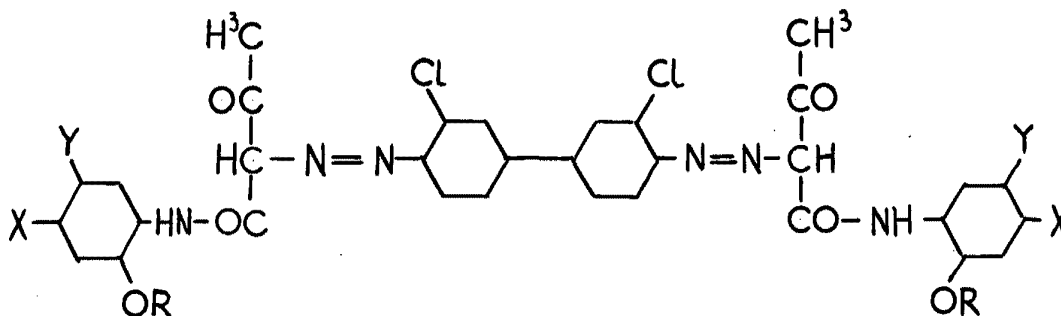
FÓRMULA 1



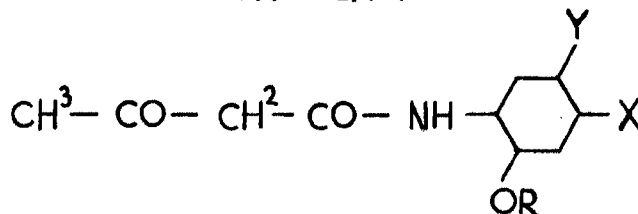
FÓRMULA 2



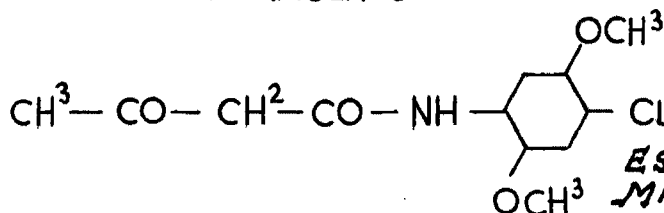
FÓRMULA 3



FÓRMULA 4



FÓRMULA 5



ESCALA VARIABLE  
MADRID, 30-12-1959

*Handwritten signature*