



268392

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE PIGMENTOS", a favor de la firma estadounidense TOMS RIVER CHEMICAL CORPORATION, domiciliada en TOMS RIVER, N.J. (EE.UU).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a la preparación de nuevos pigmentos a partir de la 1-aminoantraquinona.

Se ha propuesto ya la preparación de un pigmento amarillo por reacción de dicloruro de o-ftaloilo con 1-aminoantraquinona en condiciones especiales de procedimiento (véase la patente norteamericana 2 727 044). También se ha propuesto ya la preparación de un pigmento a base de los mismos materiales de partida y empleando un exceso de bicloruro de o-ftaloilo (véase la patente norteamericana 2 914 245).

10.

Los pigmentos amarillos preparados por los procedi-



268392

mientos conocidos muestran una capacidad colorante relativamente débil.

5. Ahora se ha descubierto que, sorprendentemente, el colorido y la intensidad colorante de dichos pigmentos se pueden mejorar notablemente si se condensa dicloruro de o-ftaloilo con 1-aminoantraquinona junto con una o varias otras aminoantraquinonas o sus derivados, empleando las otras aminoantraquinonas mencionadas en pequeña cantidad respecto a la 1-aminoantraquinona. Por pequeña cantidad se ha de entender una cantidad menor del 50% de la cantidad de la aminoantraquinona mencionada, y para mayor conveniencia una cantidad menor del 35%, o notablemente menor, como más adelante se explica.

10. Así se ha descubierto, por ejemplo, que se obtiene un pigmento amarillo de colorido más verde, mayor brillantez y matiz más puro si se condensa 1-aminoantraquinona, en mezcla con una pequeña cantidad de 2-aminoantraquinona, 1-amino-5-cloroantraquinona o 1-amino-8-cloroantraquinona, con dicloruro de o-ftaloilo. Si se emplea una mezcla de 1-aminoantraquinona con una mezcla técnica de 1,6- y 1,7-diaminoantraquinona, se aumenta todavía más el poder tintóreo.

20. Se obtienen pigmentos amarillos de matiz más rojizo y poder tintóreo notablemente aumentado si se emplea para la reacción 1-aminoantraquinona en mezcla con una pequeña cantidad de las aminoantraquinonas siguientes:

- 1,2-diaminoantraquinona,
- 1,5-diaminoantraquinona,
- 1,8-diaminoantraquinona o
- 1-amino-5-benzoilaminoantraquinona.

30. También se ha descubierto que mediante la elección

268392



adecuada de las aminoantraquinonas que se emplean como aditivos a la cantidad principal de 1-aminoantraquinona pueden obtenerse pigmentos amarillos que coinciden prácticamente en el matiz con el pigmento a base de 1-aminoantraquinona pura, pero se distinguen por un poder tintóreo notablemente acrecentado.

5.

Los hallazgos antes mencionados son sorprendentes por el hecho de que los pigmentos que se obtienen a base de dicloruro de o-ftaloilo y una o varias de las aminoantraquinonas empleadas como componentes aditivos, solas o sea sin adición de cantidades esenciales de 1-aminoantraquinona, no dan ningún pigmento amarillo satisfactorio. Esto significa, por lo tanto, que los pigmentos mejorados del invento que

10.

aquí se expone únicamente se obtienen si se emplea 1-aminoantraquinona en combinación con una pequeña cantidad de una o varias de las otras aminoantraquinonas antes mencionadas.

15.

La cantidad de la otra aminoantraquinona añadida puede, en general, como antes se ha indicado, variar dentro de amplios límites. Pero se obtienen resultados sumamente ventajosos si

20.

por un 90 a 98% de 1-aminoantraquinona se emplea únicamente un 2 a 10% del componentes adicional. En general está indicado no emplear para la reacción una relación molecular teórica

25.

de 1 mol de bicloruro de o-ftaloilo por 2 moles de la mezcla de 1-aminoantraquinona que contiene el componente adicional,

sino aumentar la porción de bicloruro de o-ftaloilo un poco más de la cantidad teórica, por ejemplo emplear por 1 mol de bicloruro de o-ftaloilo únicamente unos 1,5 a 2 moles de mezcla de aminoantraquinona, y para mayor conveniencia alrededor

30.

de 1,6 moles. De ello resulta una relación ponderal de aproximadamente 90 a 98 partes de 1-aminoantraquinona, 2 a 10 partes



268392

de otra aminoantraquinona y unas 58 partes de bicloruro de o-ftaloilo.

5. Las temperaturas de la reacción pueden escogerse dentro de límites relativamente amplios. Las temperaturas de reacción ventajosas se hallan, por ejemplo, entre 100 y 106°C. La reacción se lleva a cabo de manera ya de sí conocida, para mayor conveniencia en un disolvente orgánico indiferente, como el nitrobenceno, o disolventes similares indiferentes como los que se conocen en general para las reacciones de esta clase.

10. Los pigmentos obtenidos por el procedimiento que aquí se expone pueden utilizarse prácticamente para todas las aplicaciones de pigmentación, así, por ejemplo, para pinturas y para teñir materiales a base de plástico formadores de película. También pueden añadirse en distribución apropiada a soluciones para hilar, destinadas por ejemplo a la preparación de fibras sintéticas. Como de ordinario, estos pigmentos pueden ponerse en distribución fina según la finalidad de empleo a que se destinen y utilizarse, por ejemplo, como dispersiones acuosas o no acuosas o para la preparación de preparados sólidos.

15. En los ejemplos que siguen, las partes significan, en tanto no se indique otra cosa, partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso; las temperaturas están registradas en grados Celsius.

E J E M P L O 1.

20. En un matraz de 4 cuellos, provisto de termómetro, refrigerador de reflujo y agitador, se distribuye en 1500 partes de nitrobenceno una mezcla de 98 partes de 1-aminoantraquinona y 2 partes de 2-aminoantraquinona. Se agita duran-

30.

268392



- te una hora a temperatura ambiente y se añaden en el curso de 15 minutos 58,2 partes de bicloruro de o-ftaloilo. Luego se calienta la mezcla homogénesmente a 105° durante 1 1/2 horas y se la mantiene durante 2 horas a temperatura de 104 a 106°. A continuación se hace pasar por la mezcla aire seco en el curso de 2 horas, con lo que la temperatura ha de descender a 75°. Después se añaden 500 partes de metanol y seguidamente 4 partes de monoetanolamina. Se prosigue la agitación durante 15 minutos. Se filtra toda la mezcla reaccional y se lava con metanol la torta prensada hasta que el líquido de lavado sale incoloro. A continuación se mezcla por agitación la torta prensada con 875 partes de metanol, se vuelve a filtrar y se seca el pigmento bajo presión reducida a 80°. El pigmento que así se obtiene es notablemente más verde y de coloración más intensa que el pigmento que puede prepararse de la misma manera con 1-aminoantraquinona sola. El método de análisis se indica más adelante.
- 5.
- 10.
- 15.

- Se obtienen pigmentos de propiedades semejantes si en lugar de las 2 partes de 2-aminoantraquinona empleadas antes se utilizan 2 partes de 1-amino-5-cloroantraquinona o 2 partes de 1-amino-8-cloroantraquinona.
- 20.

E J E M P L O 2.

- Se distribuye, como en el ejemplo 1, una mezcla de 98 partes de 1-aminoantraquinona y 2 partes de 1,5-diaminoantraquinona en 1500 partes de nitrobenzeno y se procede en lo demás igual que se ha indicado en el ejemplo 1. El pigmento así obtenido es notablemente más rojo y más intenso que el pigmento que se prepara de manera análoga a base de 1-aminoantraquinona sola.
- 25.



263392

E J E M P L O 3.

Se distribuye en 1500 partes de nitrobenzeno una mezcla de 96 partes de 1-aminoantraquinona, 2 partes de 2-aminoantraquinona y 2 partes de una mezcla técnica de 1,5- y 1,8-diaminoantraquinona y se concentra con bicloruro de o-ftaloilo siguiendo en todo lo demás las indicaciones del ejemplo 1. Se obtiene un pigmento amarillo, notablemente mas intenso que el pigmento a base de 1-aminoantraquinona sola.

10. La mezcla técnica antes mencionada de 1,5- y 1,8-diaminoantraquinona puede obtenerse según los datos del informe FIAT 1.313, tomo 2, página 220, PB 85 172.

E J E M P L O 4.

Una mezcla de 98 partes de 1-aminoantraquinona y 2 partes de una mezcla técnica de 1,6- y 1,7-diaminoantraquinona se condensa en 1500 partes de nitrobenzeno con bicloruro de o-ftaloilo siguiendo las indicaciones del ejemplo 1. El pigmento así obtenido es notablemente más verde y de mayor intensidad de colorido, así como de mayor poder tintóreo, que el pigmento obtenido a base de 1-aminoantraquinona sola.

20. La mezcla técnica antes mencionada de 1,6- y 1,7-diaminoantraquinona puede obtenerse según los datos del informe FIAT mencionado en el ejemplo 3, si se reduce el filtrado de los compuestos dinitro.

25. E J E M P L O 5.

Se condensa con bicloruro de o-ftaloilo, según las indicaciones del ejemplo 1, una mezcla de 98 partes de 1-aminoantraquinona y 2 partes de 1,8-diaminoantraquinona. El pigmento así obtenido es notablemente más rojo de matiz y considerablemente más intenso que el pigmento que se obtiene a base

30.



de 1-aminoantraquinona sola.

22392

E J E M P L O 6.

5. Si en el ejemplo 2 se emplea una mezcla de 90 partes de 1-aminoantraquinona y 10 partes de 1,5-diaminoantraquinona, se obtiene un pigmento que es clarísimamente más rojo de matiz que el pigmento obtenido a base de 1-aminoantraquinona sola.

E J E M P L O 7.

10. Si en el ejemplo 3 se emplea una mezcla de 93 partes de 1-aminoantraquinona, 5 partes de 2-aminoantraquinona y 2 partes de la mezcla técnica, allí mencionada, de 1,5- y 1,8-diaminoantraquinona, se obtiene un pigmento que es notablemente más verdoso, y también mucho más intenso que el pigmento a base de 1-aminoantraquinona sola.

15. E J E M P L O 8.

20. Si en el ejemplo 1 se emplea una mezcla de 98 partes de 1-aminoantraquinona y 2 partes de 1-amino-5-benzoilaminoantraquinona, se obtiene un pigmento de colorido más rojo e intensidad notablemente mayor que el pigmento a base de 1-aminoantraquinona sola.

Se obtiene un pigmento de propiedades semejantes si, en vez de las 2 partes de 1-amino-5-benzoilaminoantraquinona, se emplean 2 partes de 1,2-diaminoantraquinona.

25. Las comparaciones pueden efectuarse de la manera siguiente:

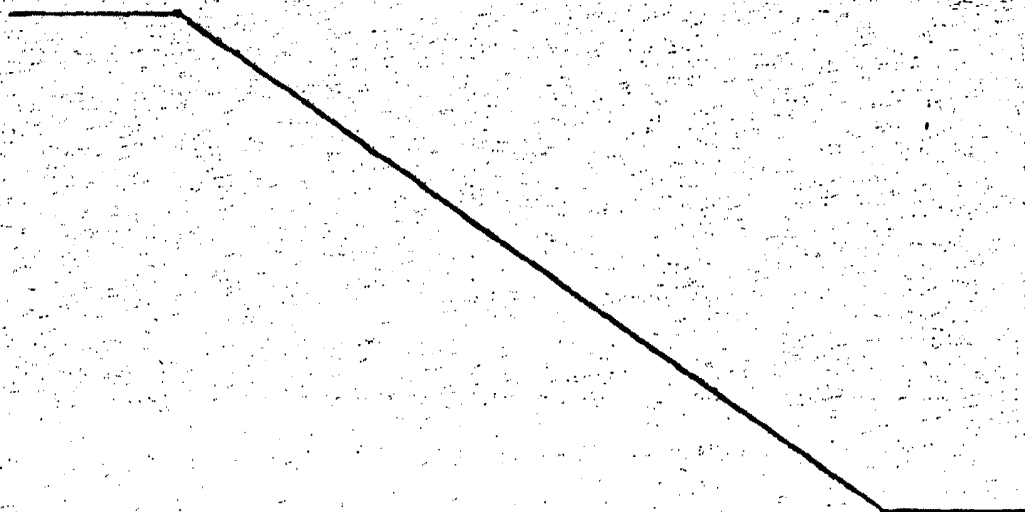
30. Se tratan en un aparato Hoover-Muller (Máquina para desleir colores) 0,75 g de pigmento seco y 1 g de barniz litográfico transparente nº 1 (también llamado litobarniz). Las dos placas del aparato se comprimen entre sí con unos 70 kg. de presión y la placa inferior recibe por 5 veces 50



269392

- vueltas. Después de cada 50 vueltas se rasca el barniz hacia la parte central de la placa. Se mezclan entre sí pasta de óxido de cinc y los barnices preparados de la manera antes indicada, de modo que se origine una proporción de pigmento a óxido de cinc equivalente a 1:50. Con un aparato extendedor de película se extienden una junto a otra, sobre papel blanco grueso o cartón blanco brillante, pinceladas de barniz, y lo mismo se hace con un pigmento preparado a base de 1-aminoentraquinona sola.
- 5.
10. La invención, dentro de su esencialidad, puede ser desarrollada en otras formas de realización que difieran en detalle de la indicada a título de ejemplo, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, realizarse con los medios y aparatos más adecuados, por quedar todo ello comprendido dentro del espíritu de las reivindicaciones.
- 15.

= . =





268392

N O T A

Descrito el objeto de la invención se declara nuevas las siguientes reivindicaciones con prioridad estadounidense nº 34 352 del 7 de Junio de 1960:

5. 1. Procedimiento para la preparación de pigmentos por condensación de bicloruro de o-ftaloilo con 1-aminoantraquinona, caracterizado por el hecho de que la condensación se lleva a cabo en presencia de una pequeña cantidad de otra aminoantraquinona.
10. 2. Procedimiento en conformidad con lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que la condensación se efectúa en un disolvente indiferente.
15. 3. Procedimiento en conformidad con lo definido en una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por el hecho de que la cantidad de la otra aminoantraquinona constituye menos del 35% de la cantidad total de aminoantraquinona.
20. 4. Procedimiento en conformidad con lo definido en la reivindicación 3, caracterizado por el hecho de que la cantidad de la otra aminoantraquinona asciende a lo sumo al 10% y convenientemente alrededor del 2 a 10%, de la cantidad total de aminoantraquinona.
25. 5. Procedimiento en conformidad con lo definido en una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por el hecho de que por 1 mol de bicloruro de o-ftaloilo se emplean menos de 2 moles de aminoantraquinona, y convenientemente alrededor de 1,6 moles.

268392



5. 6. Procedimiento en conformidad con lo definido en una de las reivindicaciones de 1 a 5, caracterizado por el hecho de que la otra aminoantraquinona es 2-aminoantraquinona.
7. Procedimiento en conformidad con lo definido en una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por el hecho de que la otra aminoantraquinona es 1,5-diaminoantraquinona.
10. 8. Procedimiento en conformidad con lo definido en una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por el hecho de que la otra aminoantraquinona es 1,6- o 1,7-diaminoantraquinona o una mezcla de ambas.
15. 9. Procedimiento en conformidad con lo definido en una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por el hecho de que la otra aminoantraquinona es una mezcla de 2-aminoantraquinona, 1,5- y 1,8-diaminoantraquinona.
10. 10. Procedimiento en conformidad con lo definido en una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por el hecho de que la otra aminoantraquinona es 1,2-diaminoantraquinona.
20. 11. Procedimiento en conformidad con lo definido en una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por el hecho de que la otra aminoantraquinona es 1-amino-8-cloroantraquinona.
25. 12. Procedimiento en conformidad con lo definido en una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por el hecho de que la otra aminoantraquinona es 1-amino-5-benzoilaminoantraquinona.
13. Procedimiento para la preparación de pigmentos.
- Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de once hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

268392



Barcelona para Madrid, a 6 de Junio de 1960.

TOMS RIVER CHEMICAL CORPORATION.

p. a.

JAIME ISEB

tr:sb

rm.