



309569

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

a favor de:

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

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COLORANTES DISAZOICOS INSOLUBLES EN AGUA".

- - - - -
Memoria descriptiva

Es sabido que acoplando 1 mol de 4,4'-diamino-3,3'-dicloro difenilo tetrazotado con 2 mol de 1-acetoacetilamino-2-metoxi benzol o con 2 mol de 1-acetoacetilamino-2,4-dimetilbenzol se obtienen colorantes disazoicos amarillos insolubles en agua que han encontrado aplicación como colorantes de pigmento para teñir caucho, compuestos polivinílicos, poliestirol así como para la obtención de tintas para imprimir. (Véase Colour Index, Second Edition 1956, tomo 2 y tomo 3, así como suplemento 1963, amari-

3 09569

5



10 llo permanente GG = C.I. Pigment Yellow 17 = C.I. 21 105 y amarillo permanente GR = C.I. Pigment Yellow 13 = C.I. 21 100).

Ahora bien, se ha comprobado que se obtienen valiosos colorantes disazoicos amarillos, superiores a los colorantes conocidos en sus propiedades tintóreas, si se acopla 1 mol de 4,4'-diamino-3,3'-diclorodifenilo tetrazotado con 2 mol de una mezcla de 1-acetoacetilamino-2-metoxibenzol y 1-acetoacetilamino-2,4-dimetilbenzol, o con 2 mol de una mezcla de 1-acetoacetilamino-2-metoxibenzol y 1-acetoacetilamino-2,5-dimetoxi-4-clorobenzol.

15 La obtención de los colorantes se verifica, por procedimientos en sí conocidos, por acoplamiento de la diamina tetrazotada con una mezcla de los dos componentes azoicos, por ejemplo en medio acuoso, convenientemente en presencia de un dispersante no ionógeno, aniónica o catiónicamente activo, o en presencia de un disolvente orgánico, como por ejemplo piridinas, quinolina o dimetilformamida. Para la estructura granular de los pigmentos obtenidos puede ser conveniente calentar durante algún tiempo la mezcla acuosa de acoplamiento, por ejemplo hacerla hervir añadiendo pequeñas cantidades de un disolvente orgánico como piridina, clorobenzol o un éster dialquílico de ácido ftálico, o un jabón de resina.

20
25
30 De acuerdo con las propiedades deseadas para el empleo técnico del pigmento que se quiere obtener, las mezclas de los dos componentes azoicos pueden ser de distinta composición. Los componentes azoicos pueden ser empleados, por ejemplo, en la relación 1:1, 2:1, 3:1, 5:1 o 9:1. Cada una de las mezclas de colorantes disazoicos obtenidas se compone de un colorante disazoico asimétrico y de dos colorantes disazoicos simétricos, cuyas proporciones de mezcla de colorantes dependen de las condiciones de

35

3 09569.5 JUN



acoplamiento y de la relación recíproca de los dos componentes azoicos.

40 Los colorantes disazoicos obtenidos constituyen pigmentos insolubles en agua que se distinguen por su buena solidez a la luz y a los disolventes, siendo adecuados para el teñido de masas plásticas, de resinas artificiales y naturales, de lacas y de formadores de lacas, para el teñido de la masa para hilar
45 así como para el teñido y la impresión de papel y de tejidos por los conocidos procedimientos de impresión y de teñido con pigmentos. Por sus excelentes propiedades para el empleo técnico, los nuevos colorantes son particularmente adecuados para la obtención de tintas de imprenta.

50 Ejemplo 1

Se disuelven a temperatura ambiente, agitando, 21,8 partes en peso de 1-acetoacetilamino-2,4-dimetilbenzol y 21,6 partes en peso de 1-acetoacetilamino-2-metoxibenzol en una mezcla de 500 partes en volumen de agua y 46 partes en volumen de solución de sosa cáustica 5n. Luego, se añade una solución acuosa
55 de 2 partes en peso de un producto de reacción de aproximadamente 20 mol de óxido de etileno con 1 mol de alcohol octadecílico. A continuación, añadiendo 15 partes en volumen de ácido acético glacial, se precipitan los componentes azoicos. A la fina suspensión así obtenida se le añade una solución acuosa de 55 partes en peso de acetato de sodio cristalizado. El acoplamiento se verifica a 20°C. aproximadamente en cerca de 1 - 1 1/2 horas, introduciéndose agitando, en la suspensión de los componentes azoicos, la solución del 4,4'-diamino-3,3'-diclorodifenilo tetrazotado (obtenida mediante solución de 25,3 partes en peso
60 de 4,4'-diamino-3,3'-diclorodifenilo en forma de clorhidrato en

3 09569



70 800 partes en volumen de agua y 100 partes en volumen de ácido clorhídrico 5n, tetrazotación con 40 partes en volumen de solución de nitrito de sodio 5n y clarificación de la solución tetrazoica con tierra de infusorios).

75 Una vez concluido el acoplamiento, se sigue agitando durante 1 hora y se añade a continuación una solución acuosa de 7 partes en peso de cloruro de calcio, se calienta la mezcla de acoplamiento a 95°C. y se mantiene durante 20 minutos a esta temperatura. Luego se filtra por aspiración el colorante que se ha formado, se lava y se seca.

80 Una tinta de imprenta producida con el colorante de pigmento amarillo así obtenido proporciona impresiones de una intensidad de color muy grande. Estas impresiones corresponden, en cuanto al tono de su color, a las que se obtienen con el colorante amarillo permanente GG (= C.I. 21 105), pero son superiores a ellas por su intensidad de color, mayor en un 30% aproximadamente. En comparación con las impresiones realizadas con el colorante amarillo permanente GR (= C.I. 21 100), las realizadas con el colorante obtenible según el Ejemplo 1 tiran más al verde y se distinguen por su mayor transparencia.

85 Ejemplo 2

90 Se procede según los datos del Ejemplo 1 y, una vez concluido el acoplamiento, se sigue agitando la mezcla de reacción durante otra hora. Luego, se añade una solución acuosa de 7 partes en peso de cloruro de calcio y una solución acuosa de 11 partes en peso de jabón de resina a la mezcla de acoplamiento, se calienta ésta a 95°C. y se mantiene durante 20 minutos a esta temperatura. A continuación, se filtra por aspiración el colorante, se lava y se seca. Se obtiene un colorante de pigmento

95

3 09569.5 JUN 1952



amarillo. Una tinta de imprenta fabricada con el mismo produce impresiones de color intenso que, en su transparencia, superan todavía las que pueden obtenerse con el colorante del Ejemplo 1.

Ejemplo 3

100 Se trabaja según los datos del Ejemplo 1, pero, en lugar del producto de reacción de aproximadamente 20 mol de óxido de etileno con 1 mol de alcohol octadecílico como dispersante, se emplea la misma cantidad en peso de un ácido dibutilnaftalinsulfónico. Se obtiene un colorante de pigmento amarillo que, incorporado
105 a una tinta de imprenta, produce impresiones de intenso color que son superiores en su transparencia a las impresiones obtenibles con el colorante del Ejemplo 1.

Ejemplo 4

110 Se disuelven a temperatura ambiente, agitando, 32,7 partes en peso de 1-acetoacetilamino-2,4-dimetilbenzol y 10,8 partes en peso de 1-acetoacetilamino-2-metoxibenzol en una mezcla de 500 partes en volumen de agua y 46 partes en volumen de solución de sosa cáustica 5n. Luego, se añade una solución acuosa de 2 partes en peso de un producto de reacción de aproximadamente 20
115 mol de óxido de etileno con 1 mol de alcohol octadecílico. A continuación, añadiendo 15 partes en volumen de ácido acético glacial, se vuelven a precipitar los componentes azoicos. Se acopla la fina suspensión obtenida, en 1 - 1 1/2 horas a 20°C. aproximadamente, con una solución de 4,4'-diamino-3,3'-dicloro
120 difenilo obtenida según los datos del Ejemplo 1, manteniéndose al propio tiempo acética la mezcla de acoplamiento mediante alimentación de una solución acuosa de acetato sódico. Una vez concluido el acoplamiento, se sigue agitando durante 1 hora, a continuación se calienta a 95° C., se mantiene durante 20 minutos a

309569

5 JUN 1968



125 esta temperatura, se filtra por aspiración el colorante que se ha formado, se lava y se seca.

Se obtiene un colorante de pigmento amarillo. Una tinta de imprenta gráfica producida con el mismo proporciona impresiones de color intenso cuyo tono es algo más rojo y cuya intensidad es algo superior a la de impresiones obtenidas con el colorante del Ejemplo 1.

Ejemplo 5

135 Se procede según los datos del Ejemplo 1, pero se emplea una mezcla constituida por 27,3 partes en peso de 1-acetoacetilamino-2, 4-dimetilbenzol y 16,2 partes en peso de 1-acetoacetilamino-2-metoxibenzol. Se obtiene un colorante de pigmento que, incorporado a una tinta de imprenta, revela excelentes propiedades en su empleo técnico. Las impresiones obtenidas con ella son algo más intensas que las producidas por el colorante descrito en el Ejemplo 1.

Ejemplo 6

145 Se procede según los datos del Ejemplo 1, pero se emplea una mezcla de 19,8 partes en peso de 1-acetoacetilamino-2,4-dimetilbenzol y 23,8 partes en peso de 1-acetoacetilamino-2-metoxibenzol.

Se obtiene un colorante de pigmento amarillo que, incorporado a una tinta de imprenta, revela excelentes propiedades en su empleo técnico. Las impresiones obtenibles con ella tiran algo más al verde que las obtenidas con el colorante descrito en el Ejemplo 1.

Ejemplo 7

150 Se procede según los datos del Ejemplo 1, pero se emplea una mezcla de 2,2 partes en peso de 1-acetoacetilamino-2,4-

3 095 69



155 dimetilbenzol y 41,3 partes en peso de 1-acetoacetilamino-2-metoxibenzol.

Se obtiene un colorante de pigmento amarillo que, incorporado a una tinta de imprenta, produce impresiones amarillo-verdosas que revelan excelentes propiedades en su empleo técnico.

Ejemplo 8

160 Se disuelven a temperatura ambiente 39 partes en peso de 1-acetoacetilamino-2-metoxibenzol y 6 partes en peso de 1-acetoacetilamino-2,5-dimetoxi-4-clorobenzol en una mezcla constituida por 320 partes en volumen de agua y 50 partes en volumen de solución de sosa cáustica 5n. Se clarifica la solución con tierra de infusorios y se introduce el producto de la filtración a 0°C. en

165 aproximadamente 30 minutos en una mezcla constituida por 340 partes en volumen de agua, 18 partes en peso de ácido acético glacial y una solución acuosa de 1,5 partes en peso de un producto de reacción de aproximadamente 20 mol de óxido de etileno con

170 1 mol de alcohol octadecílico. Se introduce a 20°C., en aproximadamente 1 hora, en la fina suspensión obtenida la solución del 4,4'-diamino-3, 3'-diclorodifenilo tetrazotado (obtenida mediante solución de 25,3 partes en peso de 4,4-diamino-3,3'-diclorodifenilo en agua con adición de 100 partes en volumen de ácido

175 clorhídrico 5n, tetrazotación con 40 partes en volumen de solución de nitrito de sodio 5n y clarificación de la solución tetrazoica con tierra de infusorios).

Una vez concluido el acoplamiento, se sigue agitando durante 1 hora, a continuación se añade una solución acuosa de 7 partes

180 en peso de cloruro de calcio, se calienta la mezcla de acoplamiento a 90°C. y se mantiene durante 20 minutos a esta temperatura. Luego se filtra por aspiración el colorante que se ha formado,

309569

5 JUN



se lava y se seca.

185 Una tinta de imprenta fabricada con el colorante de pigmento amarillo así obtenido proporciona impresiones de una intensidad de color muy elevada. Estas impresiones corresponden en su tono a las impresiones obtenidas con el colorante amarillo permanente GG (= C.I. 21 105), pero son superiores a ellas por la intensidad de su color, superior en un 30%.

190 Ejemplo 9

Se procede según los datos del Ejemplo 8 y, una vez concluido el acoplamiento, se sigue agitando durante 1 hora la mezcla de reacción. Luego se añade a la mezcla de acoplamiento una solución acuosa de 7 partes en peso de cloruro de calcio y una
195 solución acuosa de 11 partes en peso de jabón de resina, se calienta dicha mezcla a 95° C. y se mantiene durante 20 minutos a esta temperatura. A continuación, se filtra por aspiración el colorante, se lava y se seca. Se obtiene un colorante de pigmento amarillo. Una tinta de imprenta fabricada con el mismo
200 proporciona impresiones de color intenso que superan en su transparencia todas las impresiones obtenibles con el colorante del Ejemplo 8.

Ejemplo 10

205 Se procede según los datos del Ejemplo 8, pero se emplea una mezcla de 21,6 partes en peso de 1-acetoacetilamino-2-metoxibenzol y 30 partes en peso de 1-acetoacetilamino-2,5-dimetoxi-4-clorobenzol.

210 Se obtiene un colorante de pigmento amarillo que, incorporado a una tinta de imprenta, revela excelentes propiedades en su empleo técnico. Las impresiones así obtenidas con esencialmente más rojas que las obtenidas con el colorante descrito en el Ejemplo 8.

309569



215 Esta solicitud corresponde a las presentadas en Alemania los días 22 de Febrero de 1.964 y 16 de Enero de 1.965, bajo los números F 42 094 IVc/22a y F 44 978 IVc/22a, respectivamente, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial y del artículo 4º del Convenio de la Unión.

REIVINDICACIONES

- 220 1). Procedimiento para la obtención de colorantes disazoicos insolubles en agua, caracterizado por acoplarse 1 mol de 4,4'-diamino-3,3'-diclorodifenilo tetrazotado con 2 mol de una mezcla de 1-acetoacetilamino-2-metoxibenzol y 1-acetoacetilamino-2,4-dimetilbenzol o con 2 mol de una mezcla de 1-acetoacetilamino-2-metoxibenzol y 1-acetoacetilamino-2,5-dimetoxi-4-clorobenzol.
- 225 2). PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COLORANTES DISAZOICOS INSOLUBLES EN AGUA.

Esta Memoria consta de nueve hojas foliadas y mecanografiadas por un sólo lado de sus caras.

Madrid, 19 de Febrero de 1.965