

314732



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) - Höchst (República Federal Alemana), por:

" UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE PREPARADOS DE TINCION PULVERULENTOS, QUE ORIGINAN POCO POLVO":

- - - - -

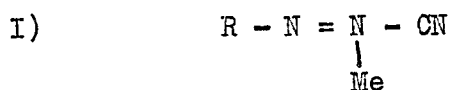
Memoria descriptiva

5 Se sabe que por copulación de aminas aromáticas diazotadas con cianamida o sus sales alcalinas o alcalino-térreas, se obtienen diazoaminocompuestos solubles en agua que son apropiados para la producción de azocolorantes insolubles en agua sobre fibras de origen vegetal. Tales diazoaminocompuestos se emplean en forma pulverulenta; pero en tal empleo constituye un inconveniente la fuerte tendencia de estos productos a la formación de polvo. El polvo es, fisiológicamente, muy desagradable, puesto que provoca estornudos y tos así como un hinchamiento de las mucosas nasal y buco-faríngea. Esto podría muy bien ser la razón para que tales diazoaminocompuestos no se hayan acreditado todavía en modo alguno en la práctica.

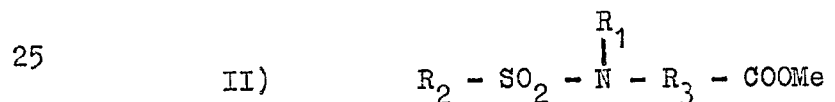
10



15 Se ha descubierto ahora que se obtienen preparados de tinción pulverulentos, que producen poco polvo, que contienen un diazoamino compuesto de la fórmula general



20 donde R significa un resto aromático y Me un resto monovalente de un metal alcalino o alcalino-térreo, si el diazoaminocompuesto se mezcla intimamente con un hidrocarburo alifático o una mezcla de hidrocarburos alifáticos con, preferiblemente, 8 a 13 átomos de carbono y con un agente tensioactivo de la fórmula general:



30 donde R₁ es hidrógeno o un resto alcoholo de bajo peso molecular con preferiblemente 1 a 4 átomos de carbono, R₂ es un resto alcoholo con 8 a 13 átomos de carbono, R₃ es un resto alcoholo divalente de cadena recta o ramificada con, preferiblemente, 1 a 2 átomos de carbono y Me es un resto de metal alcalino. Los diazoaminocompuestos pueden mezclarse también directamente con una mezcla de los mencionados hidrocarburos y sales de ácidos alcoholosulfamidoalcoholocarboxílicos, que pueden obtenerse como sigue:

35 Se hacen reaccionar fracciones de hidrocarburos alifáticos de elevado peso molecular de la gama de ebullición de unos 150 y 350°C simultáneamente con dióxido de azufre y cloro según los usuales procedimientos de sulfocloración (véase, por ejemplo, F. Aisinger, "Berichte der Deutschen Chem. Gesellschaft", 77 (1944), páginas 191
40 a 194). Se trabaja convenientemente de modo que sólo aproximadamente la mitad de los hidrocarburos sea sulfoclorada. La mezcla de sulfocloración se hace reaccionar con amoníaco o con una alcoholamina primaria de bajo peso molecular y se condensa todavía con un ácido -

314732



45 halocarboxílico. Se obtienen entonces ácidos alcohilsulfamidoalco
hilcarboxílicos de elevado peso molecular que contienen todavía
una parte importante de hidrocarburos no modificados así como par
tes de sulfaamidas y se transforman de la manera conocida en las
correspondientes sales alcalinas o alcalino-térreas.

50 Si, como agente contra la formación de polvo, se emplea una
mezcla de sales de ácidos alcohilsulfamidoalcoholcarboxílicos e
hidrocarburos, estos dos componentes se encuentran en general en
la relación ponderal 2:1 a 1:2. En esta gama de mezcla, al emplear
posteriormente el producto que forma poco polvo en la tinción de
textiles, no aparece segregación alguna de hidrocarburos.

55 Con el fin de conseguir con una cantidad determinada de
producto contra la formación de polvo un efecto óptimo, es necesari
o poner dicho producto en contacto lo más íntimo posible con el
diazaminocompuesto. Esto se realiza del modo mas adecuado añadien
do el producto contra la formación de polvo en un mezclador de
60 acción intensiva al diazoaminocompuesto y sometiendo entonces la
mezcla a una acción de molienda en un molino adecuado, por ejemplo,
un molino de cruz percutora, de pernos percutores o de espigas.
Otra posibilidad para la molienda reside en aportar el agente contra
la producción de polvo de modo continuo en el molino o en el que-
65 brantador previo, durante la molienda del diazoaminocompuesto.

La cantidad de agente evitador de la formación de polvo a em
plear, que no influye negativamente sobre la capacidad de almace
naje del producto, depende de la composición de dicho agente con
tra la formación de polvo y de la clase de diazoaminocompuesto; en
70 general, se emplearán cantidades de aproximadamente 2,5 a aproxima
damente 20% en peso, referidas al peso del diazoaminocompuesto. Si,
por ejemplo, se emplea una mezcla de partes aproximadamente iguales
de hidrocarburo alifático y agente tensioactivo, entonces, conve
nientemente, se emplea aproximadamente 7 a 15% en peso de la mez-
75



cla, referido a un diazoaminocompuesto del 100%. En la práctica, no obstante, se emplean en general preparados de tinción que, por razones de fabricación y de la técnica de uso, por ejemplo, para mejorar la penetración del color o la solidez al roce o como agente humectante, contienen, además del diazoaminocompuesto, otras adiciones, tales como compuestos inorgánicos, por ejemplo, cloruros alcalinos, sulfatos alcalinos, carbonatos alcalinos o fosfatos alcalinos y/o compuestos orgánicos, por ejemplo, sales alcalinas del ácido etilendiaminotetraacético, productos de condensación de ácidos aminoalcohilsulfónicos y ácidos grasos superiores, ácidos dialcohilnaftalinsulfónicos o productos de condensación de formaldehído con ácidos naftalinsulfónicos. Tales preparados de tinte poseen en general un contenido en diazoaminocompuesto que fluctúa entre 30 y 70% aproximadamente. Para evitar que formen polvo, empleando una mezcla de partes aproximadamente iguales de hidrocarburo alifático y agente tensioactivo, se necesita aproximadamente de 1 a 15% en peso, preferiblemente 4 a 7% en peso, de agente contra la formación de polvo.

La actividad de los agentes contra la formación de polvo se examina convenientemente por medio de un método fotoeléctrico. Para este fin, se deja caer una muestra de la sustancia a través de un tubo de caída en una caja de medición en la cual - desplazada lateralmente respecto al tubo de caída - está dispuesta una lámpara y, frente a ésta, una fotocélula, y se lee en el galvanómetro, calibrado convenientemente en % de translucidez la debilitación de la corriente de luz causada por la formación de polvo.

Como diazoaminocompuestos de la fórmula I, en los que puede evitarse la formación de polvo según el procedimiento de acuerdo con el invento, entran en consideración, por ejemplo, los obtenibles por la copulación de aminas primarias aromáticas diazotadas

314732



110 con cianamida o sus sales alcalinas según el procedimiento de la Patente alemana No. 614.198. Con preferencia, se emplean aquellos diazoaminocompuestos de la fórmula I en los cuales R significa un resto fenilo que, por ejemplo, puede contener como sustituyentes uno o más átomos de halógeno, grupos fenoxi, trifluorometilnitro, o grupos alcohilo, alcoxi o alcohilsulfonilo de bajo peso molecular.

115 Como hidrocarburos alifáticos con 8 a 18 átomos de carbono pueden emplearse, por ejemplo, octano, decano, dodecano u octadecano o también mezclas de hidrocarburos alifáticos, por ejemplo, tal como se obtienen en la síntesis de Fischer-Tropsch (gama de ebullición unos 150 a 350°C). De preferencia se emplea una mezcla de hidrocarburos alifáticos con 12 a 18 átomos de carbono.

120 Como agentes tensioactivos de la fórmula II entran en consideración los productos de reacción de sulfocloruros de alcohilo o de mezclas de sulfocloruros de alcohilo con ácidos aminocarboxílicos alifáticos o los productos de la reacción de alcohilsulfamidas o de mezclas de alcohilsulfamidas con ácidos halocarboxílicos alifáticos, por ejemplo, como se obtienen según el procedimiento de la Patente alemana No.767.071. Es especialmente apropiado el alcohilsulfamido-acetato sódico obtenible por la reacción de una alcohilsulfamida, a la que sirve de base una mezcla de hidrocarburos con unos 12 a 18 átomos de carbono, con cloroacetato sódico, teniendo este alcohilsulfamidoacetato sódico de 12 a 18 átomos de carbono en el resto alcohilo.

125

130

Ejemplo 1

135 En un mezclador con paletas en forma de reja de arado, con una capacidad de 5 litros, se mezclan 944 g de un diazoaminocompuesto del 68% a partir de 1-amino-2,5-diclorobenzol diazotado y cianamida sódica, 127 g de un producto de condensación (A) de cloruro de ácido oleico y N-metiltaurina y 544 g de sulfato sódico



314732

140 anhidro. Al mismo tiempo se añaden 92 g de una mezcla (B) consis-
tente en partes aproximadamente iguales de una mezcla de hidrocar-
buros alifáticos, predominantemente de cadena recta con 12 a 18 -
átomos de carbono (Mepasin) y un alcohol sulfamidoacetato sódico
(en el que el resto alcoholo tiene de 12 a 18 átomos de carbono).
Después de la mezcla, se muele en un molino Condux de cruz percuto
145 ra sin inserción tamizadora. Se obtiene un preparado de tinción
cuyo desarrollo de polvo era sólo 1/30 del de un preparado sin tra
tar.

150 La composición de otros diversos preparados de tinción con
escasa formación de polvo obtenibles de acuerdo con el invento,
así como indicaciones acerca de la disminución de la formación de
polvo, están contenidas en la siguiente Tabla (Las cifras signifi
can partes en peso o porcentajes en peso).

314732



1963

Ejemplo 2

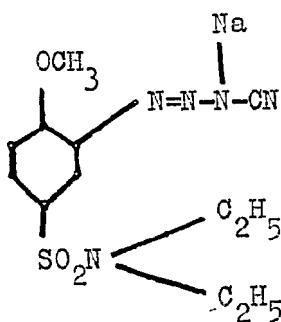
Se trabaja en la forma indicada en el Ejemplo 1 pero se emplean 1210 g de un diazoaminocompuesto del 71,5% a partir de 1-amino-2-metil-5-nitrobenzol diazotado y cianamida sódica, 201 g del producto de condensación A mencionado en el Ejemplo 1 y 251,5 g de sulfato sódico anhidro así como 87,5 g de la mezcla B de agentes evitadores de la formación de polvo (véase Ejemplo 1), obteniéndose entonces un preparado de tinción cuya formación de polvo asciende sólo a 1/40 de la de un preparado similar sin tratar.

De modo análogo pueden llevarse a una forma que produce escaso polvo los diazoaminocompuestos preparados a partir de 1-amino-2-metoxi-4-nitrobenzol, 1-amino-2-metil-5-clorobenzol, 1-amino-2-metil-4-nitrobenzol o 1-amino-2-metil-4-clorobenzol diazotados y cianamida sódica.

Con la misma forma de trabajo pueden producirse preparados de tinción apropiados que poseen las composiciones indicadas en lo que sigue:

1) 800 partes en peso de un diazoaminocompuesto del 86% de la fórmula

195



200

22 partes en peso de la mezcla B de productos contra la formación de polvo descrita en el Ejemplo 1

262 partes en peso de sulfato sódico

57 partes en peso de un producto de condensación de formaldehído y ácido naftalin-2-sulfónico.

205

314732

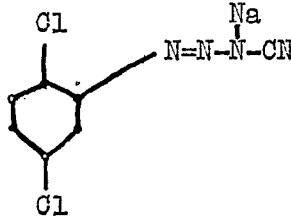


1963

La disminución de la formación de polvo asciende a 90%.

2) 470 partes en peso de un diazoaminocompuesto de 76% de la fórmula

210



31 partes en peso de la mezcla B de productos contra la formación de polvo descrita en el Ejemplo I

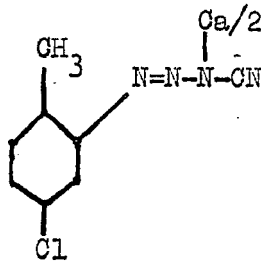
215

16 partes en peso de una mezcla de hidrocarburos alifáticos con 12 a 18 átomos de carbono (Mepasin)

94 partes en peso de 2,5-dibutil-alfa-naftalinsulfonato sódico. La disminución de polvo asciende a 90%.

3) 560 partes en peso de un diazoaminocompuesto del 50% de la fórmula

220



225

56 partes en peso de la mezcla B de productos contra la formación de polvo descrita en el Ejemplo I

112 partes en peso de 2,5-dibutil-alfa-naftalinsulfonato sódico.

230

La disminución del polvo asciende a 87%.

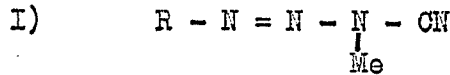
Esta solicitud corresponde a la presentada en Alemania el día 30 de Junio 1964 bajo el núm. F 43 308 IVc/8m se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial y del artículo 4º del Convenio de la Unión.

REIVINDICACIONES

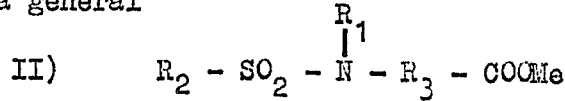
314732



235 1). Un procedimiento para la producción de preparados de tinción pulverulentos, caracterizados por un contenido en diazoaminocompuestos de la fórmula general



240 en la cual R significa un resto aromático y Me un resto monovalente de un metal alcalino o alcalino-térreo, en hidrocarburos alifáticos con 8 a 18 átomos de carbono y en agentes tensioactivos de la fórmula general

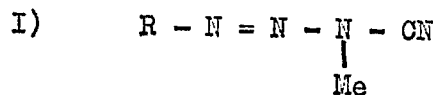


donde R₁ significa hidrógeno o un resto alcohilo de bajo peso molecular, R₂ un resto alcohilo con 8 a 18 átomos de carbono, R₃ un resto alcohilodivalente de cadena recta o ramificada con, preferiblemente, 1 a 2 átomos de carbono y Me un resto de metal alcalino.

250 2). Un procedimiento para la producción de preparados de tinción pulverulentos, según la reivindicación 1), caracterizados porque su contenido en los hidrocarburos alifáticos y en los agentes tensioactivos de la fórmula general II asciende en conjunto a 1 a 20%, referido al peso del diazoaminocompuesto.

255 3). Un procedimiento para la producción de preparados de tinción pulverulentos, según las reivindicaciones 1) a 2), caracterizados porque los hidrocarburos alifáticos y los agentes tensioactivos de la fórmula II están presentes en la relación ponderal de 2:1 a 1:2.

260 4). Un procedimiento para la producción de preparados de tinción pulverulentos, que originan poco polvo, que contienen un diazoaminocompuesto de la fórmula general,

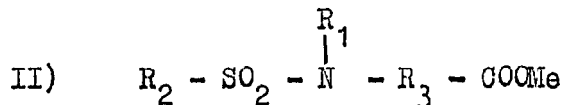


314732



donde R es un resto aromático y Me es un resto monovalente de un metal alcalino o alcalino-térreo, caracterizado porque se mezcla el diazoaminocompuesto con un hidrocarburo alifático con 8 a 18 átomos de carbono y un agente tensio-activo de la fórmula general

270



donde R₁ significa hidrógeno o un resto alcoholo de bajo peso molecular, R₂ un resto alcoholo con 8 a 18 átomos de carbono, R₃ un resto alcoholo divalente, de cadena reata o ramificada, y Me un metal alcalino.

275

5). Un procedimiento según la reivindicación 4), caracterizado porque al diazoaminocompuesto de la fórmula I se le añade de 1 a 20% en peso de una mezcla de los hidrocarburos alifáticos y de los agentes tensioactivos de la fórmula II.

280

6). Un procedimiento según las reivindicaciones 4) o 5), caracterizado porque los hidrocarburos alifáticos y los agentes tensioactivos de la fórmula II se emplean en la relación ponderal de 2:1 a 1:2.

285

7). "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE PREPARADOS DE TINCION PULVERULENTOS, QUE ORIGINAN POCO POLVO".

Esta memoria consta de once hojas foliadas y mecanografiadas por un solo lado de sus hojas.

Madrid, 28 de Junio de 1.965