



318253

318253

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:

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COLORANTES AZOICOS".

- - - - -

Memoria descriptiva

Para la ejecución del acoplamiento de colorantes azoicos, existe, como es sabido un campo óptimo de pH, para cada combinación de un componente azoico con un componente de acoplamiento. En general, dicho pH óptimo se encuentra en el campo alcalino. Sin embargo, en un acoplamiento en medio alcalino resulta des-
5 ventajoso el hecho de que, a consecuencia de reacciones de descomposición diazoica, se manifiestan impurezas en los colorantes. Dichas impurezas no pueden ser evitadas sino mediante la regulación de un valor pH ácido durante el acoplamiento. Sin

318253



10 embargo, en un medio ácido, no se consigue, en la mayoría de
los casos, ejecutar la reacción de acoplamiento a temperatura
ambiente en un tiempo aceptable, porque hacia el final del
acoplamiento, la alimentación diazoica tiene muchas veces que
15 ser reducida fuertemente, de modo que se produce una clara
demora en el desarrollo del acoplamiento. Para acelerar el
desarrollo del acoplamiento, se emplean muchas veces tempe-
raturas más altas que, sin embargo, ejercen también y siempre
una influencia desfavorable, porque las reacciones de descom-
posición diazoica tienen energías de activación y por tanto un
20 gradiente de temperatura superiores a los de las reacciones
de acoplamiento.

Se ha tratado ya de acelerar el desarrollo del acoplamiento
aumentando la cantidad empleada de componente de acoplamiento,
desplazando así el equilibrio de la reacción en favor del
25 producto final. Prescindiendo de los inconvenientes económicos
que van ligados a ello, se manifiesta a consecuencia de ello,
en la mayoría de los casos, una influencia desfavorable sobre
la intensidad del color, el tono del color y la solidez de los
colorantes en disolvente.

30 En la Memoria alemana 1.173.601, se describe un procedi-
miento para la obtención de colorantes azoicos insolubles en
agua, en el cual el acoplamiento es ejecutado en presencia de
pequeñas cantidades de sales de superficie límite activa de
aminas grasas primarias con ácidos carboxílicos. Aún cuando
35 estas adiciones provocan también cierta aceleración de la reac-
ción en el acoplamiento, su efecto principal consiste, sin em-

318253



bargo, en el aumento de la intensidad de coloración de los pigmentos azoicos.

Ahora bien, se ha comprobado que se consigue evitar los inconvenientes descritos anteriormente en el acoplamiento de colorantes azoicos y obtener colorantes azoicos en condiciones considerablemente más favorables si se le añade a la mezcla de acoplamiento un óxido de amina, u óxido de fosfina, de superficie límite activa, que contiene un resto alifático de cadena larga.

Mediante la adición de los compuestos mencionados, se provoca en primer lugar una aceleración del desarrollo del acoplamiento. El procedimiento de la invención resulta particularmente ventajoso en el caso de colorantes azoicos que, por el procedimiento hasta aquí conocido, no pudieron ser acoplados sino a elevadas temperaturas. En presencia de los compuestos empleados según la invención, se verifica ya a temperatura ambiente un desarrollo normal del acoplamiento. El rápido desarrollo del acoplamiento surte el efecto de que el proceso de acoplamiento resulta considerablemente más seguro y económico; también es particularmente ventajoso el efecto de la aceleración del acoplamiento para las propiedades de solidez en disolvente de los pigmentos azoicos. Los colorantes azoicos obtenidos por el procedimiento de la invención poseen, además, una sensibilidad a la fricción claramente inferior al frotarse de manera corriente con blanco de cinc y aceite de linaza los colorantes en una máquina de fricción. Otra ventaja del nuevo procedimiento es que, en la mayoría de los casos, se comprueba un evidente aumento del rendimiento de colorante. Además, en los acoplamientos

318253



65 en los cuales, debido a una energía demasiado baja de acopla-
miento, es necesario un mayor empleo de componente de acopla-
70 miento, puede reducirse apreciablemente la cantidad del com-
ponente de acoplamiento. A consecuencia del efecto acelerador
de acoplamiento de las adiciones según la invención, el tiem-
po de reacción durante el acoplamiento resulta reducido tan-
to que la tendencia a la descomposición del componente diazótico
no puede ya manifestarse negativamente, de modo que, con un
mayor rendimiento, se obtienen colorantes más puros.

75 El efecto acelerador de la reacción de las materias adi-
cionales según la invención se manifiesta particularmente en
el caso de acoplamientos realizados en medio ácido. Esta com-
probación puede ser explicada con que el acoplamiento no sólo
es acelerado, sino que también puede verificarse a un valor pH
más bajo que cuando no se emplea la adición de los compuestos
80 mencionados. Además, la adición de los aceleradores de acopla-
miento permite la ejecución de acoplamientos en condiciones de
concentración elevadas, en las cuales, normalmente, el acopla-
miento se estancaría o se desarrollaría sólo muy lentamente.
Por el contrario, en presencia de los compuestos empleados se-
gún la invención, se desarrolla y concluye en el tiempo normal
85 incluso con elevadas concentraciones.

Los compuestos empleados como aceleradores de acoplamiento
según el procedimiento de la presente invención pueden ser aña-
didos en una fase cualquiera del acoplamiento. Así, las adi-
90 ciones pueden, por ejemplo ser incorporadas a la solución o
dispersión de componente diazoico, o ser añadidas simultánea-
mente al componente diazoico, pero separadamente, al componente

318253

14 MAR



de acoplamiento. Además, se pueden también añadir los compues-
 95 tos al ácido de precipitación, como por ejemplo ácido acético
 o ácido clorhídrico, con el cual se precipita el componente de
 acoplamiento disuelto en medio alcalino. También es posible
 añadir los compuestos empleados según la invención sólo después
 de la precipitación del componente de acoplamiento, o bien en
 una fase más avanzada del acoplamiento. Asimismo, los acelera-
 100 dores de acoplamiento pueden también ser incorporados a la es-
 lución alcalina del componente de acoplamiento. En la obtención
 de colorantes poliazocicos, los aceleradores de acoplamiento no
 necesitan naturalmente ser añadidos en todas las reacciones de
 acoplamiento, sino sólo en aquella en la que sean necesarios
 105 por la lentitud de la reacción.

Los compuestos de superficie límite activa empleados según
 la invención son utilizados, generalmente, en cantidades de
 aprox. 0,5 a 30 partes en peso, y preferiblemente en cantidades
 de 1 a 10 partes en peso referidas a 100 partes en peso de co-
 110 lorante azoico. Como compuestos de superficie límite activa se-
 gún la presente invención que actúan acelerando la velocidad
 de la reacción son de considerar, en primer lugar, los compues-
 tos de la fórmula



donde X es nitrógeno o fósforo, R₁ es un resto que contiene una
 cadena alifática larga, R₂ y R₃ son restos de alquilo, de arilo
 o de aralquilo, o R₂ o R₃ representan juntos un resto de alqui-

318253

14 MAY 1966



120 leno con 4 a 6 átomos de carbono, que, con inclusión de X, forma un anillo heterocíclico. En la fórmula I, R₁ puede ser un resto de hidrocarburo alifático de cadena recta o ramificada con 8 a 22 átomos de carbono, que puede contener uno o varios dobles enlaces. Este resto alifático no necesita estar enlazado directamente con el átomo central X, sino que puede estar
125 unido con el mismo a través de miembros intermedios, como por ejemplo -CO-NH-CH₂-CH₂- o el resto -O-CH₂-CH₂-, que puede estar presente incluso varias veces. R₁, además, puede ser un resto de arilo o de cicloalquilo con cuando menos una cadena lateral alifática de aprox. 4 a 12 átomos de carbono, que puede estar enlazada con el resto cíclico también a través de un grupo carboxilo o de un átomo de oxígeno. Preferiblemente, se emplean compuestos en los cuales R₁ representa un resto de alquilo con 8 a 22 átomos de carbono. Los restos R₂ y R₃ pueden ser
130 iguales o distintos y contener eventualmente también sustituyentes, como por ejemplo átomos de halógeno y grupos de oxialquilo o de éter de polialquileno. Los restos R₂ y R₃ representan preferiblemente restos de alquilo con 1 a 5, y especialmente 1-3 átomos de carbono. Sin embargo, son de considerar eventual-
140 mente también compuestos en los cuales uno de los restos R₂ o R₃ contiene una larga cadena alifática, que por tanto contienen en la molécula 2 restos de hidrocarburo con una larga cadena alifática.

Como compuestos de superficie límite activa adecuados para
145 el procedimiento de la presente invención menciónense, por ejemplo:

318253



Oxido de dodecil-dimetilamina, óxido de oleíl-dietyl-amina, óxido de lauril-metil-etil-amina, óxido de dipropilamina de grasa de coco, óxido de metil-bencil-amina de grasa de cocc, óxi-
do de oleílpropil-metil-amina, óxido de dimetil-amina de grasa
de sebo, óxido de dodecil-etil-ciclohexil-amina, óxido de 4-
dimetilamino-1-laurofenona, óxido de 4-dodecil-dimetil-anilina
y óxido de N-dodecil-piperidina.

Además, pueden emplearse también los correspondientes óxi-
dos de fosfina, como por ejemplo el óxido de dodecil-dimetil-
fosfina, óxido de dodecil-dietyl-fosfina, óxido de dodecil-
metil-etil-fosfina, óxido de dodecil-metil-bencil-fosfina,
óxido de oleil-dimetil-fosfina, óxido de oleil-dibencil-fosfina,
óxido de dimetilfosfina de grasa de sebo.

El procedimiento de la presente invención puede ser emplea-
do con todos los colorantes azoicos conocidos. Menciónense a
título de ejemplo los colorantes azoicos de los grupos siguien-
tes:

Pigmentos azoicos de la serie de los colores al hielo sin
grupos solubilizantes, obtenidos por reacción de bases mono- o
plurivalentes como componentes diazoicos con componentes de acoplamiento. Los componentes de acoplamiento pueden, por ejemplo, estar representados por compuestos oxiaromáticos, como beta-oxi naftalina, o arilidas de ácido oxiarilcarboxílico, como por ejemplo anilida de ácido O-oxiantracen-carboxílico, o cuerpos de acoplamiento que se derivan del carbazol, del óxido de difenileno o de la difenilimida y del benzocarbazol, o por compuestos acetoacetilamino enolizables o pirazolonas. En la mo-

318253



lécula pueden existir uno o varios grupos azoicos.

175 De la misma manera, pueden obtenerse por el procedimiento de la presente invención los compuestos mono- y poliazoicos solubles en agua en los que los componentes de reacción llevan grupos de ácido sulfónico o ácido carboxílico, así como los colorantes azoicos solubles en agua que se dejan llevar al estado insoluble en agua por laquización.

180

Ejemplo 1

Se tetrazotan 253 partes de 3,3'-dicloro-4,4'-diamidodifenilo. En 2000 partes de agua, se introducen 582 partes de acetacetil-1-amino-4-cloro-2,5-dimetoxibenzol y se agita bien, disolviéndose luego mediante adición de 300 partes de solución de sosa cáustica al 33%. En un plazo de 30 minutos, se vierte la solución de acoplamiento aclarada en una solución enfriada a 0° C. consistente en 3000 partes de agua, 160 partes de ácido acético, 10 partes de un producto de adición de alcohol estearílico y 20 mol de óxido de etileno. Al componente de acoplamiento precipitado se añaden 26,4 partes de óxido de dimetilamina de grasa de coco en solución acuosa al 10% y se añade en un plazo de 2 1/2 horas la solución tetrazólica clarificada. En cuanto la mezcla de acoplamiento tiene un valor pH de 4,3 a 5,5, se mantiene constante este valor pH con solución de sosa cáustica al 6% y se acaba de acoplar.

195

Una vez concluida la alimentación de solución tetrazo, se agita durante 1 hora, se calienta a 50° C. y a esta temperatura se añaden 92 partes de abietinato sódico en solución acuosa al 5%. Se sigue calentando ulteriormente a 85° C., se filtra y se lava hasta reacción neutra. Después del secado, se obtienen

200

318253



957 partes de un colorante disazoico amarillo.

205 Si se trabaja de la misma manera, pero omitiendo el óxido de dimetilamina de grasa de coco, no se obtiene dentro del tiempo de acoplamiento indicado de 2 1/2 horas acoplamiento total alguno. Para conseguir un acoplamiento total, hay que emplear cantidades superiores de componente de acoplamiento, y precisamente 600 partes de acetoacetil-1-amino-4-cloro-2,5-dimetoxi-benzol, y elevar el tiempo de acoplamiento a 3 ho-
210 ras cuando menos. A pesar de este aumento de empleo de componente de acoplamiento, el rendimiento obtenido es menor, siendo de 933 partes solamente.

215 La adición aceleradora del acoplamiento puede ser efectuada con el mismo resultado también a la solución alcalina del componente de acoplamiento, o disuelto en ácido acético. La adición puede asimismo efectuarse a la solución tetrazo, o también separadamente, y simultáneamente al componente diazoico, al componente de acoplamiento.

220 En lugar de óxido de dimetilamina de grasa de coco, puede emplearse con el mismo efecto también la misma cantidad de óxido de dimetilfosfina de grasa de coco. Además, en el ejemplo anterior la cantidad de componente de acoplamiento puede ser reducida ulteriormente hasta 558 partes, sin que a consecuencia de ello sufra la velocidad de acoplamiento.

225 Asimismo, en lugar de óxido de dimetilamina de grasa de coco, puede emplearse también la misma cantidad de óxido de dietilamina de grasa de coco, óxido de dimetilfosfina de grasa de sebo u óxido de oleildimetilamina.

318253

14 MAY



Ejemplo 2

230 Se obtiene un colorante monoazoico insoluble en agua por diazotación de 61 partes de 1-metil-2-amino-5-nitrobenzocí y acoplamiento con 87,5 partes de 2,3-oxinaftoil-o-toluidida precipitando parcialmente con ácido clorhídrico, antes de la alimentación de la solución diazoica, el componente de acoplamiento disuelto de manera conocida con solución de sosa cáustica, hasta una débil reacción fenolftaleinalcalina, y se añaden 53 partes de carbonato de calcio y 3,94 partes de óxido de dimetilamina de grasa de coco en forma de solución acuosa al 10%. El acoplamiento es ejecutado a una temperatura comprendida entre 20 y 25° C.

Una vez concluido el acoplamiento a 25° C., se regula el caldo de acoplamiento sobre un pH 3 con ácido clorhídrico, se calienta a 95° C., se mantiene 1 hora a esta temperatura, se enfría con agua a 70° C., se filtra, se lava hasta la neutralidad y se seca. Se obtienen 136 partes de un colorante de color burdeos.

Si se trabaja de la misma manera, pero sin empleo de óxido de dimetilamina de grasa de coco, no se obtiene a la temperatura de acoplamiento indicada de 20 y 25°C. ningún acoplamiento. En tal caso, hay que mantener una temperatura de acoplamiento de cuando menos 75° C. para conseguir una formación completa de colorante. También el rendimiento es inferior, siendo de solamente 130 partes de colorante. El colorante así obtenido posee además una solidez en disolvente muy inferior y, al ser frotado de la manera corriente con blanco y cinc y aceite de linaza en la máquina de fricción, una sensibilidad

318253



a la fricción superior a la del colorante obtenido por el procedimiento de la invención con adición del medio auxiliar de superficie activa.

260 Si, al procederse según la invención de la manera anteriormente descrita, se eleva la cantidad del medio auxiliar de superficie activa añadido, por ejemplo, a 6,5 partes de óxido de dimetilamina de grasa de coco, la temperatura de acoplamiento puede ser reducida ulteriormente en aprox. 5-10° C. y
265 el tiempo de acoplamiento puede también ser reducido. En lugar de la precipitación parcial del componente de acoplamiento con ácido clorhídrico, en la cual el acoplamiento mismo se desarrolla en el campo de pH alcalino, puede ejecutarse también una precipitación total, es decir una adición de ácido
270 clorhídrico hasta reacción ácida al papel de Congo, ya que la adición aceleradora de acoplamiento permite también una formación de colorante en el campo ácido.

Ejemplo 3

275 Se obtiene un colorante monoazoico rojo insoluble en agua por diazotación de 48,6 partes de 1-amino-2,5-diclorobenzol y acoplamiento con 88,6 partes de 2,3-oxinaftoil-p-toluidida, añadiendo a la solución alcalina del componente de acoplamiento 4,1 partes de óxido de dimetilfosfina de grasa de coco en forma de solución acuosa al 10% y precipitando a continuación
280 con ácido clorhídrico el componente de acoplamiento. Se añaden a la suspensión obtenida 25 partes de acetato sódico cristalizado y 50 partes de carbonato de calcio. A ello se alimenta en un plazo de 2 horas, a 20° C., la solución diazoica aclarada. Una vez concluido el acoplamiento, se regula sobre un pH 3 con

318253



285 30 partes de ácido clorhídrico, se calienta a 95° C., se mantiene durante 15 minutos a esta temperatura, se filtra, se lava hasta la neutralidad y se seca. El rendimiento de colorante es de 141 partes.

290 Si se trabaja según este procedimiento, pero sin adición de óxido de dimetilfosfina de grasa de coco, este colorante no puede ser acoplado. Si se quiere obtener un acoplamiento sin adición de un acelerador de acoplamiento, hay que elevar la temperatura de acoplamiento a 78° C. cuando menos. Sin embargo, se obtiene entonces solamente un rendimiento de colorante de 135 partes.

Con el mismo resultado, se puede añadir el óxido de dimetilfosfina de grasa de coco también después de la precipitación del componente de acoplamiento, o también durante la alimentación del diazo.

300 En lugar de óxido de dimetilfosfina de grasa de coco, pueden también emplearse cantidades iguales de óxido de dietilfosfina de grasa de coco, óxido de oleildimetilfosfina, óxido de dimetilamina de grasa de sebo.

305 El colorante así obtenido revela una solidez en disolvente claramente superior a la del mismo colorante, pero obtenido sin adición de un acelerador de acoplamiento.

Ejemplo 4

310 Se obtiene un azocolorante rojo insoluble en agua mediante diazotación de 45,5 partes de 4-nitro-2-aminotoluol y acoplamiento con 93,7 partes de 2,3-oxinaftoil-p-cloroanilida añadiendo a la solución alcalina del componente de acoplamiento 4,15 partes de óxido de dimetilamina de grasa de coco en forma de solución acuosa al 10% precipitando parcialmente a continuación con ácido

318253



315 acético el componente de acoplamiento. Se alimenta a la mezcla la solución diazo clarificada en un plazo de 2 horas y a una temperatura de 25° C.

Una vez concluido el acoplamiento, se regula con ácido clorhídrico el caldo de acoplamiento sobre un pH 3, a continuación se calienta a 95° C., se mantiene durante 30 minutos 320 a esta temperatura, se enfría, se filtra, se lava hasta la neutralidad y se seca. Se obtienen 141 partes de colorante azoico rojo.

En lugar de óxido de dimetilamina de grasa de coco, puede emplearse con el mismo resultado también una cantidad igual 325 de óxido de dimetilfosfina de grasa de coco, óxido de dimetilfosfina de grasa de sebo u óxido de oleildimetilamina. Asimismo, las adiciones aceleradoras de acoplamiento pueden ser disueltas en ácido acético o añadidas después de la precipitación parcial.

330 Si se trabaja por este mismo procedimiento, pero sin adición de óxido de dimetilamina de grasa de coco, no puede obtenerse este colorante azoico. Sólo mediante la elevación de la temperatura de acoplamiento a 40°C. puede ejecutarse un acoplamiento sin adición consiguiéndose un rendimiento de 137 partes 335 solamente del colorante azoico rojo.

Ejemplo 5

Se obtiene un colorante azoico rojo, insoluble en agua, por diazotación de 42,5 partes de 5-cloro-2-aminotoluol y acoplamiento con 99 partes de 5'-cloro-2'-toluidida de ácido 2,3- 340 naftol-carboxílico añadiéndole al componente de acoplamiento

318253



345 disuelto en campo alcalino 4,2 partes de óxido de dietilamina de grasa de coco en forma de solución acuosa al 10% y precipitando parcialmente a continuación, con ácido acético, el componente de acoplamiento. A la suspensión alcalina del componente de acoplamiento se añade la solución diazoica clarificada en un plazo de 2 horas, a 20° C. Una vez concluido el acoplamiento, se regula con ácido clorhídrico sobre un pH. 3, a continuación se calienta a 95° C., se mantiene durante 15 minutos a esta temperatura, luego se enfría a 75°, se filtra, 350 se lava hasta la neutralidad y se seca. Se obtienen 143 partes de un colorante azoico rojo.

Si se trabaja exactamente según las anteriores indicaciones, pero sin la adición de óxido de dietilamina de grasa de coco, se obtiene un rendimiento de 138 partes de colorante solamente que, además, revela una peor solidez al aceite y al 355 disolvente que el colorante obtenido con adición del acelerador de acoplamiento.

La adición del acelerador de acoplamiento puede verificarse con el mismo resultado también después de la parcial precipitación, o también disuelto en ácido acético. Asimismo, en 360 lugar de la precipitación parcial, puede ejecutarse directamente una precipitación total del componente de acoplamiento mediante acidificación hasta la reacción ácida al papel de Congo.

365 Ejemplo 6

Se obtiene un colorante azoico amarillo, insoluble en agua, por diazotación de 103,5 partes de 4-cloro-2-nitroanili-

318253



4 MAY 1952

370 na y acoplamiento con 131 partes de 1-acetoacetil-amino-2-
clorobenzol añadiéndole a la suspensión acética del componen-
te de acoplamiento, antes de la alimentación de la solución
diazotica clarificada, 7,4 partes de óxido de dodecildimotil-
amina en forma de solución acuosa al 10%. Cuando la mezcla de
375 acoplamiento ha alcanzado un valor pH de 4, se mantiene este
valor pH mediante adición de una solución de sosa cáustica
al 6%. Una vez concluida la alimentación del diazo, se agita
ulteriormente corto tiempo, se filtra, se lava hasta la neutra-
lidad y se seca. Se obtienen 240 partes de un colorante mono
azoico amarillo.

380 Si se trabaja sin la adición de óxido de dodecildimetil-
amina, el rendimiento es de 229 partes solamente de colorante.
Con el mismo efecto de aumento de rendimiento, pueden también
emplearse óxido de dodecildimetilfosfina, óxido de dodecil
dietilfosfina y óxido de dodecildietilamina.

Ejemplo 7

385 Se obtiene un colorante azoico amarillo, insoluble en
agua, mediante diazotación de 48,6 partes de 1-amino-2,4-
diclorobenzol y acoplamiento con 60 partes de 4,4'-di-(acetoa-
cetilamino)-3,3'-dimetildifenilo. Para ello, se agita bien el
componente de acoplamiento en 750 partes de agua, se disuelve
390 al 33% mediante adición de 142,5 partes de solución de sosa
cáustica y se completa con agua destilada hasta 2750 partes en
volumen. Se precipita el componente de acoplamiento mediante
la rápida adición de 87,5 partes de ácido acético, en el cual
se encuentran disueltas 2,98 partes de óxido de dimetilamina

318253



395 de grasa de coco. A esta suspensión del componente de acopla-
miento se añade, en un plazo de 2 horas, la solución diazoica
a 12-17%. Una vez concluida la alimentación de la solución
diazoica, se sigue agitando durante 1 1/2 horas. Luego, se
calienta lentamente a 30° C., concluyendo el acoplamiento. Se
400 filtra, se lava hasta la neutralidad y se seca.

Sin la adición del óxido de dimetilamina de grasa de coco,
no se obtiene en las condiciones anteriores acoplamiento algu-
no del colorante.

Si se eleva la proporción de óxido de dimetilamina de gra-
405 sa de coco a 4,19 partes, el acoplamiento concluye ya a 20°,
después de agitar 1/2 hora después de la alimentación de la so-
lución diazoica.

Una ventaja de este procedimiento es la de que el acopla-
miento puede ser ejecutado en soluciones concentradas; así,
410 la cantidad de agua puede ser reducida, añadiendo por ejemplo,
en lugar de 2750, sólo 1500 partes en volumen de agua.

Las adiciones, en lugar de disueltas en ácido acético gla-
cial pueden también ser añadidas en forma de soluciones acu-
sas al 10% a la solución alcalina del componente de acopla-
415 miento antes de la precipitación con ácido acético, o también
después de la precipitación de la suspensión del componente de
acoplamiento. Las adiciones pueden también ser alimentadas
simultáneamente a la solución diazoica o, disueltas en la so-
lución diazoica, a la suspensión del componente de acopla-
420 miento.

Si, en lugar de óxido de dimetilamina de grasa de coco,
se emplea la misma cantidad de óxido de dimetilfosfina de gra-

310253



sa de coco, se obtienen resultados análogamente buenos.

Ejemplo 8

425 Se obtiene el colorante moreno nº 283 soluble en agua, de
las Tablas de Colorantes Schultz (1923), disolviendo 102,5 par-
tes de m-fenilendiamina en 1000 partes de agua y añadiendo
luego 116 partes de solución de nitrito sódico al 40%. Se enfría
el conjunto a -15° C. con hielo y sal de cocina. A ello se aña-
430 den en 45 minutos 429 partes de ácido clorhídrico 5 n. Se añaden
otras 10,8 partes de fenilendiamina disueltas en agua. La reac-
ción es ácida al papel de Congo (pH aprox. 1,5). La mezcla
de reacción es adicionada con 10 partes de óxido de dimetilamina
de grasa de coco en forma de solución acuosa al 10% y, a con-
435 tinuación, es llevada en porciones sobre un valor pH de 2,3 con
en total 50 partes de acetato sódico cristalizado, disueltas
en agua, verificándose el acoplamiento total en un plazo de 45
minutos.

Si se trabaja según las indicaciones anteriores, pero sin
440 adición de óxido de dimetilamina de grasa de coco, se necesitan,
en lugar de 50 partes, 70 partes de acetato sódico cristalizado,
y el acoplamiento concluye sólo a los 90 minutos.

En lugar de óxido de dimetilamina de grasa de coco, se pue-
de emplear con el mismo resultado también óxido de dodecildime-
445 tilfosfina.

En los Ejemplos anteriores, siempre que no se indica otra
cosa, las partes son partes en peso, y los porcentajes porcenta-
jes en peso.

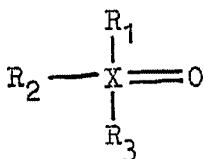
318253



450 Esta solicitud corresponde a la presentada en Alemania el 10 de Octubre de 1.964, bajo el número F 44 188 IVc/22a, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto de la Propiedad Industrial y del artículo 4º del Convenio de la Unión.

REIVINDICACIONES

- 455 1). Procedimiento para la obtención de colorantes azoicos, caracterizado por añadirse durante el acoplamiento un óxido de amina u óxido de fosfina de superficie límite activa que contiene un resto alifático de cadena larga.
- 460 2). Procedimiento según la reivindicación 1), caracterizado por emplearse las adiciones de superficie límite activa en cantidades de 0,5-30 partes en peso, referidas a 100 partes en peso de colorante azoico.
- 465 3). Procedimiento según las reivindicaciones 1) o 2), caracterizado por emplearse como medio auxiliar de superficie límite activa un compuesto de la fórmula



470 donde significan X nitrógeno o fósforo, R₁ un resto que contiene una cadena alifática larga, R₂ y R₃ restos de alquilo, de arilo o de aralquilo, o R₂ y R₃, juntos, representan un resto de alquileno con 4 a 6 átomos de carbono que, con in-

318253



clusión de X, forma un anillo heterocíclico.

475 4). Procedimiento según las reivindicaciones 1) o 2), caracte-
rizado por emplearse como medios auxiliares de superficie lími-
te activa óxidos de trialquilamina u óxidos de trialquilfosfi-
na con un resto de alquilo que contiene 8 a 22 átomos de carbo-
no y dos restos de alquilo que comprenden cada uno 1-5- átomos
de carbono.

480 5). "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE COLORANTES AZOICOS".

Esta Memoria consta de diecinueve hojas foliadas y mecano-
grafadas por un sólo lado de sus caras.

Madrid, 7 de Octubre de 1955

ban