

327099

PATENTE DE INVENCION

Le A 9466-Sp.-

327099



Memoria Descriptiva

sobre

"Procedimiento para la preparación de soluciones colorantes concentradas"

==.==.==.==.==

Solicitante: FARBENTABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

==.==.==.==.==

Constituyen el objeto de la invención soluciones concentradas estables de colorantes básicos que como anión contienen restos ácidos inorgánicos u orgánicos.

5. Ya es conocido aplicar soluciones de coloran-

327099



- tes básicos en la industria de papel, en la industria textil y en la industria de cueros. Las combinaciones hasta ahora propuestas ya sea no permiten la preparación de soluciones de una concentración suficientemente elevada o sea exigen, al aplicarse colorantes básicos en forma de las sales de ácidos carboxílicos hidrosolubles, una etapa de procedimiento adicional para transformar los cloruros de los colorantes básicos, cuyos cloruros se forman normalmente en la fabricación,
5. por vía de las bases de colorantes en las sales de ácidos orgánicos. A ello se agrega el hecho de que un mayor número de tales colorantes básicos no aguantan la transformación en la base libre o bien la aguantan solamente bajo mantenimiento de condiciones de reacción particularmente suaves. Al efectuarse la subsiguiente transformación en la sal de un ácido orgánico, la inestabilidad de la base de colorante puede hacerse notar en una disminución de la intensidad de color o en un enturbiamiento del matiz. A los colorantes de esta clase se pertenecen, por ejemplo: azul puro Rhodulin 3G (C.I. 51005) y Auramin O (C.I. 41000).
- 10.
- 15.
- 20.

Ahora bien, se ha encontrado que se obtienen soluciones concentradas estables de colorantes básicos que como anión contienen restos ácidos orgánicos o inorgánicos, de tal manera que colorantes básicos en forma de las bases libres o como sales orgánicas o inorgánicas son agitados con α o β -alcoxilalquilnitrilos o α o β -oxialquilnitrilos líquidos de bajo peso molecular, eventualmente en presencia de ácidos orgánicos hidrosolubles y de agua, en el caso deseado, también bajo adición de

25.

30.



otros disolventes orgánicos apropiados; en el caso necesario, pueden entonces separarse por filtración las sales inorgánicas todavía presentes de la fabricación. Para la preparación de las soluciones, los

5. colorantes básicos son aplicados en forma seca y molienda o en forma de tortas prensadas húmedas. La agitación de los componentes de solución procede a la temperatura ambiente o a una temperatura elevada.

10. Como colorantes básicos entran en consideración, por ejemplo: colorantes de metina, azometina, hidrazona o azacianina, colorantes de la serie de di o triarilmetano, colorantes de xanteno, tioxanteno, acridina, oxazina, tiazina y fenazina, así como colorantes básicos de la serie azóica, de antraquinona o
15. ftalocianina.

Del grán número de colorantes básicos aplicables, por ejemplo los siguientes son apropiados para la preparación de soluciones altamente cocentradas:

	<u>Colour Index 2a edición (1956)</u>	<u>No.</u>
20.	amarillo Indolenin	48 010
	violeta Fanal 3R supra	48 013
	rosa Astrazon TG	48 015
	violeta Astrazon R	48 030
	rojo Astrazon 6B	48 020
25.	anaranjado Astrazon G	48 035
	anaranjado Astrazon R	48 040
	amarillo Astrazon 3G	48 055
	amarillo básico EFCM nuevo	48 060
	Astraphloxin FF extra	48 070
30.	violeta metilo	42 535

327099



- 4 -

	violeta cristal	42 555
	azul victoria R	44 040
	verde malaquita	42 000
	nuevo azul resistente 3R	51 175
5.	azul puro Rhodulin 3G	51 005
	Chrysoïdin G	11 270
	Chrysoïdin RL	11 320
	Safranin T	50 240
	Thioflavin	49 005
10.	Rhodamin B	45 170
	anaranjado Rhodulin NO	46 005
	Naufuchsin	42 520

15. Como α o β -oxialquilnitrilos, respectivamente α o β -alcoxialquilnitrilos líquidos de bajo peso molecular entran en consideración, por ejemplo: nitrilo de ácido glicólico, nitrilo de ácido láctico, β -oxipropionitrilo, nitrilo de ácido etoxiacético, β -etoxipropionitrilo, β -etoxietoxipropionitrilo; entre éstos, el β -oxipropionitrilo es de interés sobresaliente.

20. Las soluciones pueden contener agua, preferiblemente en cantidades que no exceden de un 40 %.

25. Como ácidos orgánicos hidrosolubles que también pueden estar presentes en las soluciones, pueden mencionarse a título de ejemplo: ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, ácido glicólico, ácido etoxiacético, ácido láctico, ácido diglicólico.

30. Como disolventes orgánicos ulteriores pueden agregarse, entre otros, alcoholes polivalentes o sus ésteres o éteres; pueden citarse a título de ejemplo, glicol, glicol metílico, glicol butílico, dietilen -



glicol, 3-cloro-propandiol, butandiol-1,3, 3' - metoxibutanol, Hexandiol-1,6, butindiol-1,4, éster monoetílico de dietilen-glicol, carbonato glicólico.

5. Las soluciones de acuerdo con la invención son mezclables en cualquier proporción con agua o disolventes orgánicos apropiados. Las soluciones contienen el colorante básico en cantidades de aproximadamente un 20% hasta un 80% de colorante, calculado sobre el peso total de la solución. Naturalmente, las
10. soluciones pueden contener también mezclas de dos o más colorantes básicos.

15. En contraposición con el acetonitrilo ya propuesto para la disolución de sales de colorantes básicos con ácidos orgánicos, los oxinitrilos a aplicar de acuerdo con la invención se distinguen por un poder disolvente considerablemente mayor. Mientras que una solución de 19 g de azul puro Rhodalin 3G en 100 g de acetonitrilo forma cristales ya a la temperatura ambiente, una solución de por ejemplo 33 g de azul
20. puro Rhodulin 3G en 100 g de β -oxipropionitrilo sigue estando claramente disuelta después de un reposo durante 4 semanas en el armario frigorífico.

25. Las partes indicadas en los siguientes ejemplos son partes por peso; las indicaciones de temperatura son grados centígrados.

Ejemplo 1:

30. 200 partes de azul puro Rhodulin 3G son agregadas a 800 partes de β -oxipropionitrilo. La mezcla es agitada durante una hora sobre el baño de agua en ebullición y entonces es recogida por succión. Se obtie-



ne una solución clara de colorante que es estable todavía a una temperatura de hasta 0°C.

Ejemplo 2:

5. Una mezcla consistente en 50 partes del colorante básico descrito en el Ejemplo 1 de la Patente francesa No. 1 145 752, y en 50 partes de β -oxipropionitrilo es agitada durante media hora a 60°C y subsiguientemente enfriada hasta la temperatura ambiente y filtrada. Se obtiene una solución de colorante que se presta excelentemente bien para teñir materiales de poliacrilnitrilo.
- 10.

Ejemplo 3:

15. 308 partes de amarillo básico EFCM nuevo, existente como cloruro en forma de una mercadería que contiene sal común, son introducidas en una mezcla de 385 g de ácido láctico al 80% y de 280 g de β -hidroxipropionitrilo. Se calienta a 95°C y se agita durante una hora a esta temperatura y entonces se recoge por succión de la sal común. Se mezcla el filtrado con
20. 85 partes de agua. Se obtiene una solución que se presta excelentemente bien para teñir materiales de poliacrilnitrilo.

Ejemplo 4:

25. 300 partes del tercer colorante de la tabla pertinente al Ejemplo 1 de la Patente alemana No. 1 083 000, en forma del cloruro, son introducidas en una mezcla de 350 partes de ácido láctico, de 280 partes de β -hidroxipropionitrilo y de 270 partes de agua. Se calienta a 95°C, se agita durante una hora a esta
30. temperatura y se recoge por succión la solución de



colorante.

5. En lugar de ácido láctico, con igual éxito pueden emplearse también ácido metoxiacético, ácido etoxipropiónico, ácido etoxiacético, ácido glicólico, ácido metoxipropiónico, ácido acético o ácido propiónico.

10. Si en lugar de β -oxipropionitrilo, se aplica β -metoxipropionitrilo, β -etoxipropionitrilo, β -butoxipropionitrilo o sus mezclas con glicol metílico, glicol butílico, monoacetato de glicerina o triacetato de glicerina, se obtienen también soluciones estables de colorantes.

Ejemplo 5:

15. 180 partes del primer colorante de la tabla pertinente al Ejemplo 1 de la Patente alemana No. 1 083 000, en forma del cloruro, son introducidas en una mezcla de 215 partes de ácido acético glacial, de 300 partes de β -hidroxipropionitrilo y de 350 partes de agua. Se calienta a 95°C, se agita durante una hora a 20. 95°C y se recoge por succión la solución de colorante.

En forma fundamentalmente igual pueden prepararse con los colorantes de la tabla en la Hoja 2

25. En lugar del colorante arriba citado, con igual éxito pueden emplearse los colorantes cuarto, quinto, sexto y séptimo de la tabla pertinente al Ejemplo 1 de la Patente alemana No 1 083 000, en forma de los cloruros o de las bases de colorantes. De igual modo pueden prepararse soluciones también con los colorantes descritos en los Ejemplos 2 y 4 de la Patente alemana No. 1 209 679, así como en el Ejemplo 1 de la 30.



Patente alemana No. 1 044 022

Ejemplo 6:

5. 210 partes del colorante básico descrito en el Ejemplo 1 de la Patente alemana No. 1 165 790, en forma del hidrocioruro, son introducidas en una mezcla de 510 partes de ácido láctico al 80% y de 250 partes de β -hidroxipropionitrilo, y son calentadas a 95°C y agitadas durante una hora a esta temperatura. Entonces se recoge la solución por succión de la sal común
10. y se la diluye con 120 partes de agua. La solución del colorante básico se presta excelentemente bien para teñir materiales de poliacrilnitrilo.

15. En lugar del colorante arriba indicado, con igual éxito pueden emplearse también los colorantes descritos en los Ejemplos 2, 4 y 5 de la Patente alemana No. 1 165 790. De igual modo pueden prepararse soluciones también con los colorantes descritos en los Ejemplos 2 y 3 de la Patente alemana No. 865 925.

Ejemplo 7:

20. 330 partes del colorante básico descrito en el Ejemplo 3 de la Patente alemana No. 1 190 126, en forma del cloruro, son introducidas en una mezcla de 655 partes de ácido etoxiacético, de 395 partes de β -hidroxipropionitrilo y 320 partes de agua. Se calienta a
25. 95°C, se agita durante una hora a esta temperatura y se recoge por succión la solución de colorante.

Ejemplo 8:

30. 40 partes del colorante básico descrito en el Ejemplo 30 de la Patente alemana No. 1 011 396, en forma de la base de colorante, son introducidas en una mezcla

24 MAY. 1966



de 5 partes de ácido láctico y de 55 partes de β -hidroxipropionitrilo. Se agita la mezcla durante media hora a 60°C y subsiguientemente se la filtra.

Ejemplo 9:

5. 42 partes del colorante básico descrito en el Ejemplo 38 de la Patente alemana No. 1 011 396, en forma de la base de colorante, son introducidas en una mezcla de 20 partes de ácido fórmico, de 28 partes de β -hidroxipropionitrilo y 10 partes de agua. Se agita la mezcla durante una hora a 60°C y subsiguientemente se la filtra.

10. En lugar del colorante arriba indicado, pueden emplearse también los colorantes descritos en los Ejemplos 21, 22, 23, 26, 29, 32, 34, 35, 48 y 49 de la Patente alemana No. 1 011 396.
- 15.

N O T A

20. Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en Alemania, con el número F 46 131 IVc/8m de 24 de mayo de 1965, acogiendo por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE SOLUCIONES COLORANTES CONCENTRADAS", caracterizándose por lo siguiente:
- 25.
- 30.



5. 1.- Procedimiento para la preparación de soluciones colorantes concentradas, caracterizado por que se mezclan colorantes básicos en forma de las bases libres, respectivamente como sales tanto inorgánicas, como orgánicas bajo agitación a una temperatura comprendida entre ambiente y aproximadamente 120°C, con un miembro del grupo consistente en α y β -oxialquilnitrilos y α y β -alcoxialquilnitrilos líquidos de bajo paso molecular convenientemente en presencia de ácidos orgánicos hidrosolubles, agua y otros disolventes orgánicos.
10. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como β -oxialquilnitrilo se aplica β -oxipropionitrilo.
15. 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque como disolventes orgánicos se aplican alcoholes polivalentes, sus ésteres y éteres.
20. 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se aplican mezclas de colorantes básicos.
25. 5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque se disuelven las sales formadas en producción, particularmente los cloruros y metosulfatos.
30. 6.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5 caracterizado porque se adiciona de un 20% hasta un 40% de colorantes básicos, calculados sobre el peso total de la solución.
- 7.- "Procedimiento para la preparación de soluciones colorantes concentradas".



Tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de once hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

24 MAY. 1966

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

J. GOMEZ ACEBO Y MODESTO
F. Hernández Ruiz