

355252



Caso 5200

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE SOLUCIONES ESTABLES Y MUY CONCENTRADAS DE COLORANTES BASICOS", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME, residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Conocido es el empleo de los colorantes básicos en forma de soluciones generatrices muy concentradas. De este modo puede evitarse ciertos inconvenientes que se presentan con el empleo de los colorantes en forma pulverulenta finamente molida, como por ejemplo producción de polvillo, dificultades de disolución, formación de espuma, etcétera. A causa de la solubilidad en parte escasa de las sales corrientes de colorantes básicos, para la preparación de tales soluciones generatrices muy concentradas y resistentes a la congelación son aptas



- sobre todo las sales de colorantes básicos que contienen como aniones los de ácidos carboxílicos solubles en agua. En calidad de solubilizantes y en ocasiones al mismo tiempo de disolventes se emplean para ello alcoholes polivalentes
5. solubles en agua, líquidos a la temperatura ordinaria, los éteres respectivos o poliéteres soluble en agua. Particularmente aptos son los alcoholes bivalentes y trivalentes y sus éteres de peso molecular bajo, por ejemplo el etilenglicol, el éter monoetílico de dietilenglicol, el éter monobutílico de dietilenglicol, el éter monobutílico de trietilenglicol, el trietilenglicol y el dipropilenglicol.
10. Asimismo se han propuesto como solubilizantes: amidas, lactamos, lactonas o nitrilos solubles en agua, como por ejemplo la formamida, la dimetilformamida, la N-metilpirrolidona,^{la} butirolactona y el acetonitrilo. Además, se han citado también como solubilizantes, o en ocasiones al mismo tiempo como disolventes, el sulfóxido de dimetilo, el tetrahidrofurano o el dioxano.

- El solubilizante en cuestión puede servir
20. al mismo tiempo de disolvente; pero también pueden utilizarse complementariamente otros disolventes, como por ejemplo agua, ácido acético glacial, ácido fórmico o las respectivas mezclas.

- Para preparar las soluciones generatrices
25. se procede, por ejemplo, disolviendo las sales corrientes



- de los colorantes básicos en los solubilizantes solubles en agua que se han citado y eventualmente otros disolventes, en presencia de ácidos carboxílicos solubles en agua y a la temperatura ordinaria o a temperatura elevada. Sin embargo, es ventajoso disolver la base carbinólica (eventualmente todavía húmeda de agua), por ejemplo de colorantes diarilmetánicos o de colorantes triarilmetánicos básicos, en una mezcla de un ácido carboxílico soluble en agua, que se emplea en cantidad estequiométrica o en exceso múltiple (por ejemplo, de 1,5 a 2 veces), y un solubilizante y, en ocasiones, uno o varios disolventes del tipo que se ha indicado. Cuando se emplea una cantidad del ácido carboxílico soluble en agua superior a la estequiométrica, su exceso sirve al mismo tiempo de disolvente. También puede agitarse primeramente la base colorante con el ácido carboxílico y agregarse luego el disolvente o el solubilizante.
- 5.
- 10.
- 15.

- Ahora se ha descubierto que en calidad de solubilizantes, y eventualmente de disolventes, para la preparación de tales soluciones de colorante son muy especialmente aptos los ésteres, líquidos a la temperatura ordinaria y total o parcialmente miscibles con agua, de ácidos carboxílicos que presenten preferentemente a lo menos otro grupo hidrófilo más, como por ejemplo un grupo hidroxílico, un grupo aldehídico, un grupo cetónico,
- 20.
- 25.



- un grupo etéreo o un grupo etéreo interno, con alcoholes, y/o los monoalcoholes líquidos a la temperatura ordinaria y total o parcialmente miscibles con agua que presenten a lo menos un grupo aldehídico, un grupo cetónico o un grupo etéreo interno,
5. y/o las dicetonas y/o los sulfolanos o sulfolenos líquidos a la temperatura ordinaria y total o parcialmente miscibles con agua y sus derivados substituídos en posición alfa y/o beta, particularmente por grupos alquílicos o hidroxialquílicos, así como los respectivos
10. sulfóxidos.

En calidad de solubilizantes de la definición anterior utilizables conforme al invento cabe señalar, por ejemplo: el lactato de etilo, el oxibutirato de etilo, el alcohol diacetónico, el alcohol tetrahidrofurfurílico,

15. la acetnilacetona o el sulfolano. Como es lógico, estos solubilizantes pueden emplearse también en mezclas.

Para la preparación de soluciones generatrices según el procedimiento aquí expuesto son aptos colorantes básicos de las más diversas clases, como por

20. ejemplo los de la serie nitrosa, nitro, estirílica, estilbénica, di- y tri-arilmetánica, metínica, polimetínica, sulfurosa, antraquinónica, quinonimínica, acínica, oxacínica, diacínica, perinónica, naftoquinónica, indigoide, quinoftalónica, pirazolónica, xanténica, acridínica, qui-

25. nolínica, cianínica, ftalocianínica, azometínica o en particular mono-, dis- o poli-azoica.



Estos colorantes, exentos de grupos hidrosolubilizantes ácidos, y en particular de grupos de ácido sulfónico y de ácido carboxílico, pueden emplearse en forma de sus sales ordinarias, como por ejemplo los fosfatos, los sulfatos, los arilsulfonatos o los haluros. En el caso de que estas sales de ácidos fuertes sean demasiado poco solubles en medios orgánicos, se puede transformar la base respectiva, por reacción con ácidos carboxílicos (en particular, ácidos carboxílicos solubles en agua), en sus sales, las cuales por lo general tienen buena solubilidad en los medios orgánicos. Como tales ácidos carboxílicos están indicados en particular los ácidos monocarboxílicos y dicarboxílicos alifáticos con más de dos átomos. Se emplean con preferencia ácidos carboxílicos líquidos; pero para dicha formación de sales pueden emplearse también compuestos sólidos. Cabe señalar, por ejemplo, el ácido fórmico, el ácido acético, el ácido propiónico, el ácido maleico o los ácidos oxicarboxílicos, como el ácido láctico. La reacción con el ácido carboxílico se realiza según el invento en presencia de los solubilizantes que se han mencionado antes y de eventuales disolventes complementarios. Dichos ácidos carboxílicos pueden emplearse en tal caso en proporción estequiométrica o también en exceso, y entonces sirven al mismo tiempo de disolvente. Como disolvente, además de los compuestos orgánicos mencionados antes



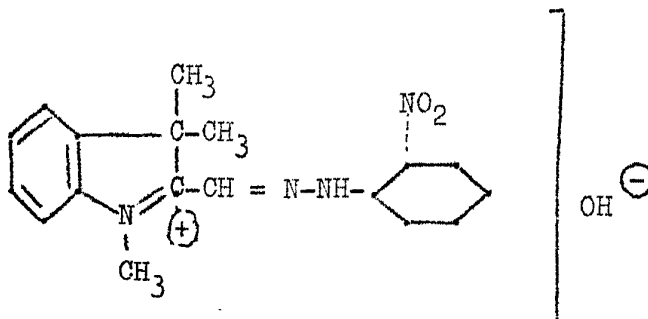
orgánicos apropiados, y se pueden dosificar métricamente con facilidad. Se prestan sobre todo para preparar soluciones tintóreas para el papel y en particular para las fibras textiles según los métodos tintóreos usuales para

5. los colorantes básicos; pero asimismo son utilizables para otros fines, como por ejemplo la preparación de tintas, tintas de impresión para instrumentos indicadores, almohadillas para tampones, cintas para máquinas de escribir, etcétera.
10. En los ejemplos que siguen, las partes sig. nifican, en tanto no se indique otra cosa, partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso; las temperaturas están expresadas en grados centígrados.

EJEMPLO 1

15. Se disuelven mediante agitación por un hora, a la temperatura ambiente 33 partes de la base colorante de la fórmula

20.





= 8 =

en una mezcla de

30 partes de lactato de etilo y

37 partes de ácido acético glacial.

La solución que se origina no manifiesta

5. precipitación después de un mes de almacenamiento a 0°.

EJEMPLO 2

Si en vez del lactato de etilo se emplea

una cantidad igual de alcohol tetrahidrofurfurílico y se

procede en lo demás de la misma manera que en el Ejemplo 1,

10. se origina una solución con propiedades igualmente buenas.

EJEMPLO 3

Si en vez del lactato de etilo se emplea

una cantidad igual de alcohol diacetónico y se procede en

lo demás de la misma manera que en el Ejemplo 1, se origina

15. una solución con propiedades igualmente buenas.

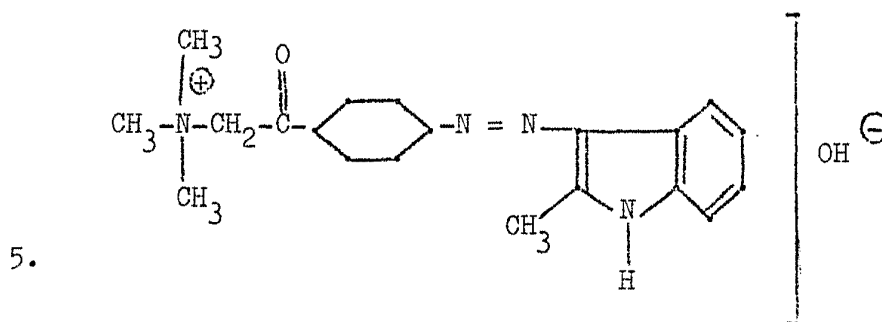
EJEMPLO 4

Se introducen 300 partes de la base seca

de la fórmula



= 9 =



en una mezcla de

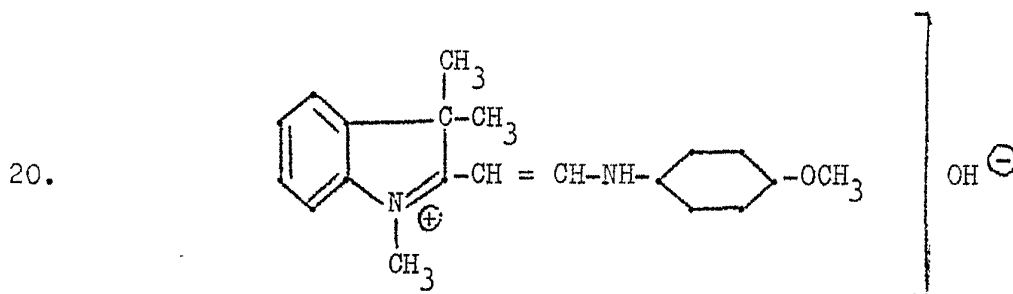
275 partes de lactato de etilo y

400 partes de agua

10. y se agita bien la mezcla. A continuación se ajusta a pH entre 6 y 7 con 25 partes de ácido acético. Se origina una solución móvil, almacenable.

EJEMPLO 5

15. Se introducen 20 partes de la base de la fórmula





en una mezcla de

20 partes de sulfolano y

60 partes de ácido acético glacial.

Se originan 100 partes de una solución

5. todavía líquida a -20° .

EJEMPLO 6

Si en vez de ácido acético glacial se emplea una cantidad igual de ácido fórmico y se procede en lo demás de la misma manera que en el Ejemplo 5, se origina una solución con propiedades igualmente buenas.

10.

EJEMPLO 7

Si se emplea en vez de ácido acético glacial una cantidad igual de una mezcla de 50 % de ácido acético glacial y 50 % de ácido fórmico y se procede en lo demás de la misma manera que en el Ejemplo 5, se origina una solución con propiedades igualmente buenas.

15.

EJEMPLO 8

Si en vez de sulfolano se emplea una cantidad igual de alcohol diacetónico y se procede en lo demás igual



que en el Ejemplo 5, se origina una solución con propiedades igualmente buenas.

EJEMPLO 9

5. Si en vez de ácido acético glacial se emplea una cantidad igual de ácido fórmico y se procede en lo demás de la misma manera que en el Ejemplo 8, se origina una solución con propiedades igualmente buenas.



N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patente suiza nº 8815/67 del 21 de Junio de 1967.

5. 1. Procedimiento para la preparación de soluciones estables y muy concentradas de colorantes básicos caracterizado por que se disuelve una sal de un colorante básico derivada de un ácido mineral o carboxílico soluble en agua y un éster, líquido a la temperatura ordinaria y total o parcialmente miscible con agua, de un ácido carboxílico (que preferentemente presenta a lo menos otro grupo hidrófilo más) con un alcohol, y/o un monoalcohol líquido a la temperatura ordinaria, total o parcialmente miscible con agua y que presenta a lo menos un grupo aldehídico, un grupo cetónico o un grupo etéreo interno, y/o una dicetona y/o un sulfolano o sulfoleno líquido a las temperaturas ordinarias y total o parcialmente miscible con agua, o un derivado respectivo substituido en posición alfa y/o beta, o un sulfóxido correspondiente.
- 10.
- 15.
20. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se utiliza una sal de un colorante básico de la serie antraquinónica, trifenil metá-



nica, estilbénica, azometínica, oxacínica, cianínica o azoica.

3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se utiliza una sal de colorante derivada de un ácido mono- o di-carboxílico alifático.
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se utiliza una sal de colorante del ácido fórmico, del ácido acético, del ácido propiónico, del ácido maleico o del ácido láctico.
10. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque se utiliza un éster, líquido a la temperatura ordinaria y completamente miscible con agua, de un ácido carboxílico, que presente a lo menos un grupo hidroxílico, con un alcohol; un monoalcohol líquido a la temperatura ordinaria, completamente miscible con agua y que presente a lo menos un grupo aldehídico un grupo cetónico o un grupo etéreo interno; una dicetona líquida a la temperatura ordinaria, completamente miscible con agua y que presente a lo menos un grupo aldehídico, un grupo cetónico o un grupo etéreo interno; una dicetona líquida a la temperatura ordinaria y completamente miscible con agua, o sulfolano.
- 15.
- 20.



6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque se utiliza un contenido de lactato de etilo, oxibutirato de etilo, alcohol diacetónico, alcohol tetrahidrofurfurílico, acetnilacetona o sulfolano.

5. 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque se utiliza un exceso de ácido formador de sal.

10. 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque se incorpora un disolvente orgánico adicional o agua.

9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque se incorpora un agente antiespumante.

15. 10. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque las proporciones de dosis se eligen de forma que las soluciones obtenidas muestren un contenido de sal colorante del 20 al 80% en peso.

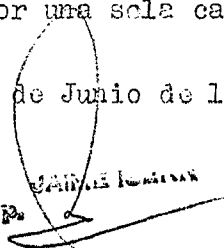
20. 11. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque las proporciones de dosis se eligen de forma que las soluciones obtenidas muestren un contenido de sal colorante del 20 al 50% en peso.

12. Procedimiento para la preparación de soluciones estables y muy concentradas de colorantes básicos.

5. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 15 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 20 de Junio de 1967

p.a.


P. P. **CARLOS LÓPEZ**
SECRETARIO GENERAL