



Case 6480/1+2/6524-27/E

368 196

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

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I.P.C.	
CLASE B-01	C-09
SUBCLASE F	B

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

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Se sabe que los colorantes básicos se emplean en forma de soluciones generatrices acuosas concentradas. Se evitan así ciertas desventajas que se presentan cuando se emplean los colorantes en forma de polvo finamente molido, como son, por ejemplo, la producción de polvillo, dificultades de disolución y formación de espuma. Además, los colorantes en forma líquida tienen menor volumen para el transporte y se pueden también dosificar con mayor facilidad. A causa de la solubilidad en parte escasa de las sales usuales de los colorantes básicos, para la preparación de dichas

5.

10.

**POOR
QUALITY**

368196



soluciones generatrices concentradas, resistentes al calor y a la congelación, son aptas sobre todo las sales de colorantes básicos que contienen como aniones los de ácidos carboxílicos solubles en agua.

5. En calidad de solubilizantes y al mismo tiempo, eventualmente, de disolventes se emplean para ello alcoholes polivalentes solubles en agua, líquidos a la temperatura ordinaria, o sus éteres, o bien poliéteres solubles en agua. Particularmente aptos son los alcoholes bivalentes y trivalentes y sus éteres de peso molecular bajo;
10. por ejemplo, etilenglicol, dietilenglicol, éter monoetílico de dietilenglicol, acetato de éter monoetílico de dietilenglicol, éter monobutílico de dietilenglicol, éter monobutílico de trietilenglicol, trietilenglicol, dipropilenglicol, glicerina y éter 1,3-dietílico de glicerina. Se han
15. propuesto también como solubilizantes: amidas, lactamas y lactonas líquidas y solubles en agua o nitrilos que eventualmente contienen grupos oxi, como, por ejemplo, formamida, dimetilformamida, N-metilpirrolidona, butirrolactona,
20. acetonitrilo o beta-hidroxiopropionitrilo. Se han citado además como solubilizantes o al mismo tiempo eventualmente como disolventes otros compuestos líquidos, como por ejemplo el lactado de etilo, el oxibutirato de etilo, el alcohol diacetónico, el alcohol tetrahidrofurfurílico, la acetoni-
25. lacetona, el sulfolano, el sulfóxido de dimetilo, el tetra-

368 196



hidrofurano y el dioxano, lo mismo que compuestos sólidos, como, por ejemplo, la caprolactama.

- El solubilizante en cuestión puede servir al mismo tiempo de disolventes; pero también pueden emplearse complementariamente otros disolventes, como, por ejemplo, ácido acético glacial, ácido fórmico o mezclas de ellos. Los preparados líquidos de acuerdo con este invento hechos de colorantes básicos que contienen como aniones los de ácidos carboxílicos solubles en agua pueden ser acuosos o anhidros.
- 5.
10. Ahora se ha descubierto, sorprendentemente, que también de colorantes azoicos, metínicos o azametínicos básicos o de colorantes di- y tri-arilmetánicos que contengan a lo menos un grupo amínico primario o secundario ligado a un núcleo fenílico, lo mismo que de colorantes acridínicos, acínicos, oxacínicos, tiacínicos, xanténicos y antraquinónicos que presenten como anión el de un ácido inorgánico fuerte, pueden obtenerse soluciones concentradas anhidras. Como medio de disolución se emplean en tal caso según este invento solubilizantes o disolventes del grupo
- 15.
20. de los alquilenglicoles y los éteres de éstos que contienen más de 4 átomos de carbono, lo mismo que de los ácidos carboxílicos alifáticos de peso molecular bajo y sus amidas, o respectivamente mezclas de estas materias entre sí.

En el procedimiento aquí expuesto, los colorantes

368196



desprovistos de grupos hidrosolubilizantes, y en particular de grupos de ácido sulfónico y ácido carboxílico, se emplean en forma de sus sales con ácidos inorgánicos, fuertes, como, por ejemplo, en forma de los fosfatos, los sulfatos, los sulfatos de metilo, los haluros, los haluros de zinc o los nitratos, para lo cual los colorantes deben ser todo lo puros (es decir, exentos de sales inorgánicas) que sea posible.

En calidad de colorantes azoicos básicos son aptos para la preparación de las soluciones según este invento en particular los colorantes monoazoicos, pero también los de la serie disazoica o de la serie poliazoica. Como ejemplos cabe señalar los colorantes siguientes, reseñados en el Colour Index: anaranjado básico 2 y 43, amarillo básico 32, rojo básico 54 y 59, pardo básico 14.

Como ejemplos de los colorantes metínicos o azametínicos que se han mencionado caben señalar los siguientes, reseñados en el Colour Index: rojo básico 27, 14, 22 y 12, amarillo básico 22, 13 y 40, anaranjado básico 22.

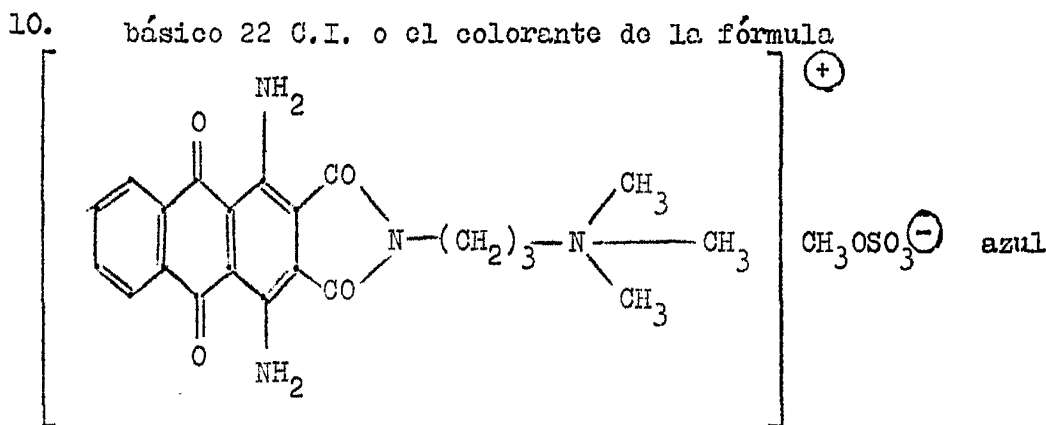
En calidad de colorantes di- o tri-arilmetánicos pueden emplearse según este invento únicamente los que contienen a lo menos un grupo amínico primario o secundario ligado a un núcleo fenílico, Como ejemplos cabe citar: violado de Döbner, rojo básico 26 C.I., violado básico 1 y 14 C.I.

368 196



Como ejemplos de colorantes del grupo de las series acridínica, acínica, oxacínica, tiacínica o xanténica, cabe mencionar: Oxacinas: azul básico 3 C.I.; xantenos: rojo básico 1 C.I., violado básico 10 C.I.

5. Como colorantes antraquinónicos básicos son aptos para la preparación de las soluciones según este invento en particular los derivados de la 1,4-diaminoantraquinona, los cuales pueden presentar eventualmente anillos yuxtapuestos. Ejemplos de ellos son: azul básico 80 C.I., azul básico 22 C.I. o el colorante de la fórmula



15. En calidad de solubilizantes o disolventes o respectivamente mezclas de ellos cabe señalar, a título de ejemplos:

el etilenglicol,

el dietilenglicol,

20. el éter monoetílico de dietilenglicol,

el acetato de éter monoetílico de dietilenglicol,



368196

5. el éter monobutílico de dietilenglicol,
el éter monobutílico de trietilenglicol,
el trietilenglicol,
el dipropilenglicol,
la glicerina,
el éter 1,3-dietílico de glicerina,
el tiodiglicol,
el ácido fórmico,
el ácido acético,
10. la formamida,
la dimetilformamida
- o respectivamente las mezclas de estos solubilizantes
o disolventes.

15. La mixturación de los compuestos empleados puede efectuarse a la temperatura ambiente o a temperatura elevada. Si se quiere, se agrega todavía una pequeña cantidad (por ejemplo, 0,1 a 3 %) de un antiespumante, así como 5 %, a lo sumo, de otro disolvente, por ejemplo de un monoalcohol o una cetona. Las cantidades empleadas se eligen ventajosamente de modo que las soluciones de este invento contengan los colorantes en concentraciones grandes, por
20. ejemplo de 10 a 80 % en peso, o preforentemente, de 10 a 50 % en peso.

25. Estas soluciones muestran, no obstante la gran proporción de colorante, el carácter de soluciones auténticas

368196

y suelen mantenerse líquidas, aunque se haya producido cierta sobresaturación, incluso a temperaturas por debajo de 0° C. Tampoco se produce ninguna cristalización ni descomposición de los colorantes con el reposo prolongado.

5. Las soluciones de este invento son además miscibles en cualquier proporción con el agua o también, en parte, con disolventes orgánicos apropiados y se pueden dosificar métricamente con facilidad. Sirven sobre todo para la preparación de soluciones colorantes para el papel y en particular para las fibras textiles por los métodos tintóreos usuales para los colorantes básicos; pero asimismo son utilizables para otros fines, como por ejemplo para la preparación de tintas o de tintas de impresión para instrumentos indicadores, tampones o almohadillas para timbres, cintas de color para máquinas de escribir, etcétera.
- 10.
- 15.

En los ejemplos que siguen, las partes significan, en tanto no se indique otra cosa, partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso; las temperaturas están indicadas en grados centígrados.

368196



Ejemplo 1

5. Se introducen agitando en 68 partes de etilenglicol 21 partes del colorante seco Anaranjado básico 43, C.I. Se ajusta la preparación con etilenglicol exactamente a la concentración deseada y se clarifica la solución filtrándola por un filtro Sparkler. La solución así obtenida no se altera durante tres meses, aún a temperatura de 60° C.

10. De la misma manera se obtienen soluciones de propiedades semejantes si se disuelven 75 partes del colorante seco, de color pardo amarillento, Pardo básico 14 C.I. en 155 partes de etilenglicol, o 55 partes del colorante seco, de color rojo burdeos, Rojo básico 59 C.I. en 269 partes de etilenglicol, o 70 partes del colorante rojo, seco, Rojo básico 54 C.I. en 250 partes de etilenglicol,

15.

Ejemplo 2

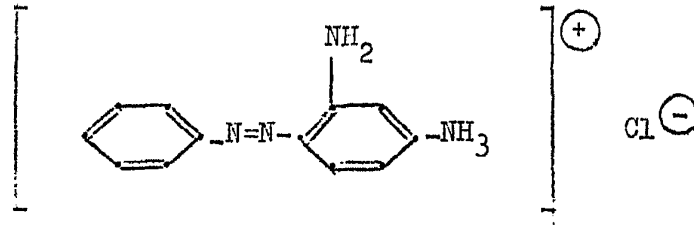
20. Se introducen 35 partes del colorante amarillo, seco, Amarillo básico 32 C.I. en una mezcla de 45 partes de trietilenglicol y 45 partes de glicerina y se disuelve todo por agitación durante 4 horas. Después de clarificar por filtración en un filtro de Sparkler, se obtiene una solución estable en el almacenamiento.

368 196



Ejemplo 3

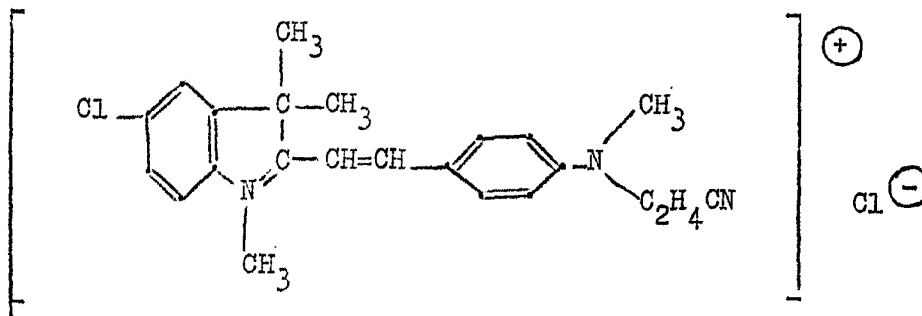
Se introducen 31 partes del colorante amarillo, seco, Anaranjado básico 2 C.I. de la fórmula



5. en 111 partes de dimetilformamida y se disuelven por agitación durante una hora. Después de clarificar por filtración en un filtro de Sparkler, se obtiene una solución estable en el almacenamiento.

Ejemplo 4

10. Se introducen agitando 110 partes del colorante rojo brillante, seco, de la fórmula



15. en 195 partes de dimetilformamida y 195 partes de dietilenglicol. Se ajusta la preparación a la concentración deseada

368 196

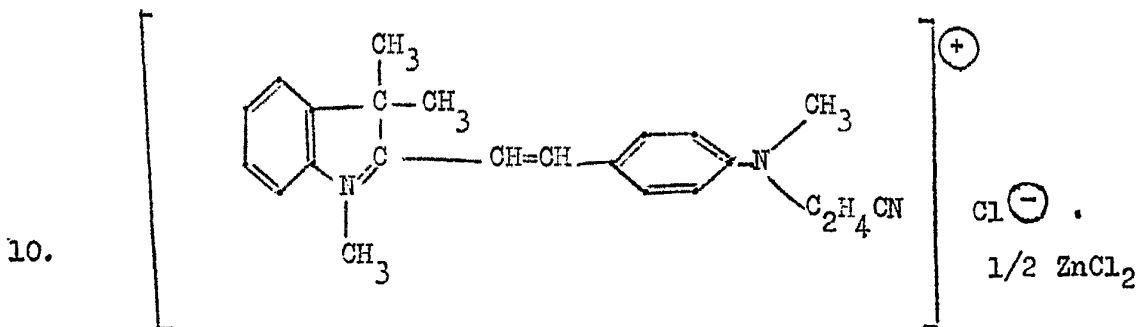


con la mezcla de disolventes, después de clarificar la solución filtrándola por un filtro de Sparkler. La solución así obtenida no se altera durante varias semanas, aún a temperatura de 60°.

5.

Ejemplo 5

Se introducen 35 partes del colorante rojo seco de la fórmula



en 115 partes de tiodiglicol (sulfuro de 2,2'-di-etanol) y se disuelven por agitación. Seguidamente se clarifica la solución pasándola por un filtro de Sparkler. Resulta una solución flúida, estable en el almacenamiento.

15.

De la misma manera pueden disolverse 35 partes del colorante que se ha descrito antes en 115 partes cada vez de ácido fórmico, de formamida o de una mezcla de 57,5 partes de etilenglicol y 57,5 partes de dimetilformamida, con

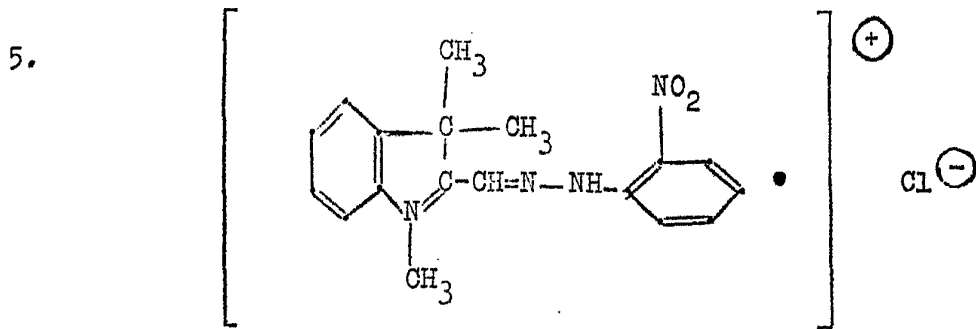


368196

lo cual se obtienen preparados estables en el almacenamiento y de propiedades semejantes.

Ejemplo 6

Se introducen agitando 100 partes del colorante amarillo, seco, de la fórmula



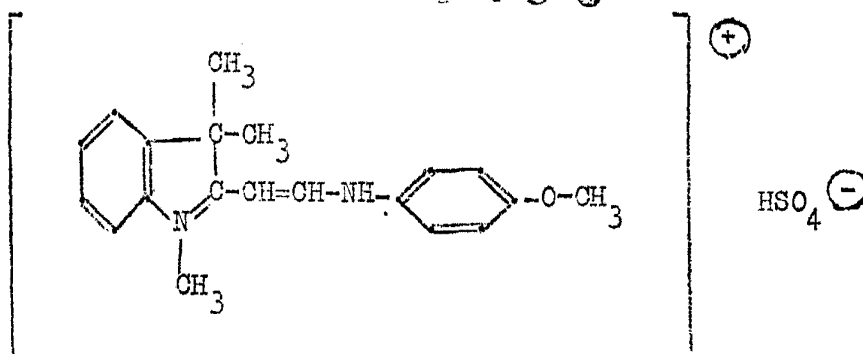
10. en 310 partes de ácido fórmico al 100%. Después de clarificar por filtración, se ajusta a la concentración deseada con el mismo disolvente. Se origina una solución estable en el almacenamiento.

Ejemplo 7

Se introducen 40 partes del colorante amarillo, seco de la fórmula



369196



5. en 134 partes de tioglicol y se agita durante 2 horas a la temperatura ambiente. A continuación se clarifica la solución filtrándola por un filtro de Sparkler. Se obtiene un preparado estable en el almacenamiento.

10. De la misma manera pueden disolverse 12 partes del colorante que se ha descrito antes en 68 partes de dimetilformamida, lo que da un preparado estable en el almacenamiento y de propiedades semejantes.

Ejemplo 8

15. Se introducen 50 partes del colorante rojo, seco, Rojo básico 22 C.I. en 150 partes de formamida y se disuelven por agitación durante una hora, a la temperatura ambiente. A continuación se clarifica la solución filtrándola en un filtro de Sparkler. El preparado resultante no muestra ninguna alteración aún después de varios meses de almacenamiento a 40°.

20.

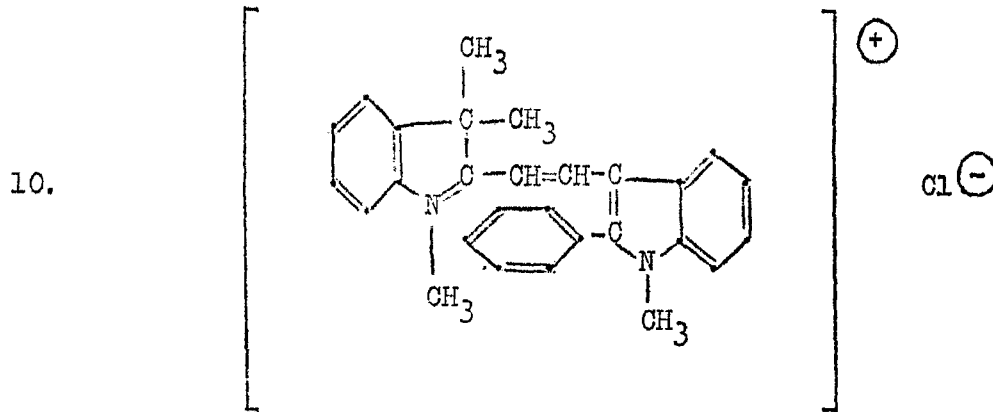
368 196



- De la misma manera pueden disolverse 50 partes del colorante que se ha descrito antes en una mezcla de 100 partes de formamida y 50 partes de etilenglicol, o en una mezcla de 130 partes de formamida y 20 partes de ácido fórmico anhidro.
- 5.

Ejemplo 9

Se disuelven 6,5 partes del colorante anaranjado seco, Anaranjado básico 22 C.I., de la fórmula



- en 22,1 partes de etilenglicol, Después de clarificar por filtración, se obtiene una solución estable en el almacenamiento.
- 15.

368 196

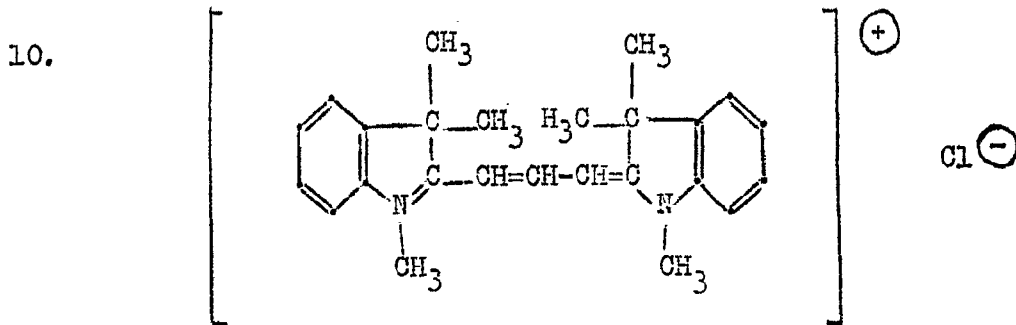


Ejemplo 10

Agitando, se disuelven 30 partes del colorante amarillo, seco, Anarillo básico 40 C.I. en 51 partes de formamida. Después de clarificar por filtración, se obtiene una solución estable en el almacenamiento.

Ejemplo 11

Se disuelven con agitación durante una hora 25 partes del colorante rojo, seco, Rojo básico 12 C.I., de la fórmula



15. en 122 partes de etilenglicol. Después de clarificar por filtración en un filtro de Sparkler, se obtiene una solución estable en el almacenamiento.

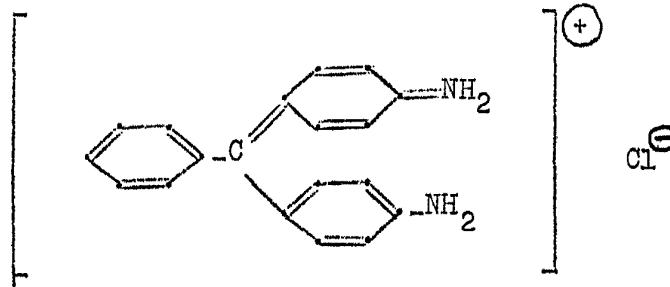
De la misma manera pueden disolverse 25 partes del colorante que se ha descrito antes en 122 partes de formamida. Se obtiene una solución de propiedades semejantes.

368196



Ejemplo 12

Agitando, se introducen 23 partes del colorante violado, seco, de la fórmula



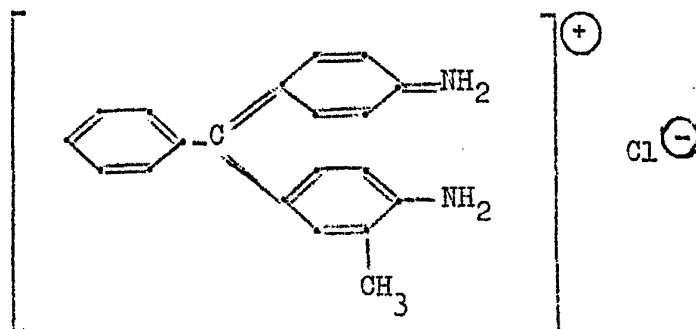
5. (= violado de Döbner) en 92 partes de tiodiglicol y se forma una solución. Después de clarificarla filtrándola por un filtro de Sparkler, se obtiene un preparado estable en el almacenamiento.

10. De la misma manera pueden disolverse 12 partes del preparado que se ha descrito antes en 67 partes de etilenglicol, y se obtiene un preparado de propiedades semejantes.

Ejemplo 13

15. Agitando, se introducen despacio en 135 partes de etilenglicol 34 partes del colorante rojo, seco, Violado básico 14 C.I. de la fórmula

368196



5. De preferencia, para que el colorante se disuelva más rápidamente, se calienta la mezcla a 60° C por breve tiempo. Después de clarificar por filtración en un filtro de Sparkler, se obtiene una solución estable en el almacenamiento.

Ejemplo 14

10. Se disuelven por agitación 45 partes del colorante rojo brillante, seco, Rojo básico 26 C.I. en una mezcla de 205 partes de tiodiglicol y 50 partes de ácido acético glacial. A continuación se clarifica la solución filtrándola en un filtro de Sparkler. Al cabo de varios meses de almacenamiento a 40°, la solución no muestra alteración ninguna.
- 15.

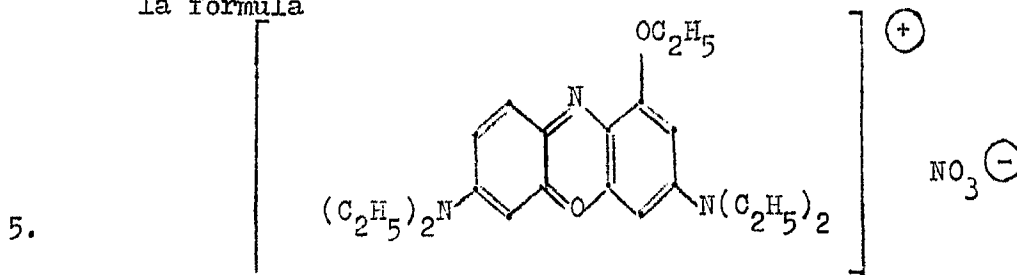
De la misma manera pueden disolverse 45 partes del colorante que se ha descrito antes en 255 partes de tiodiglicol, sin adición de ácido acético glacial .



368196

Ejemplo 15

Agitando, se introducen en 50 partes de tiodiglicol, 17 partes del colorante azul, seco, Azul básico 3 C.I., de la fórmula

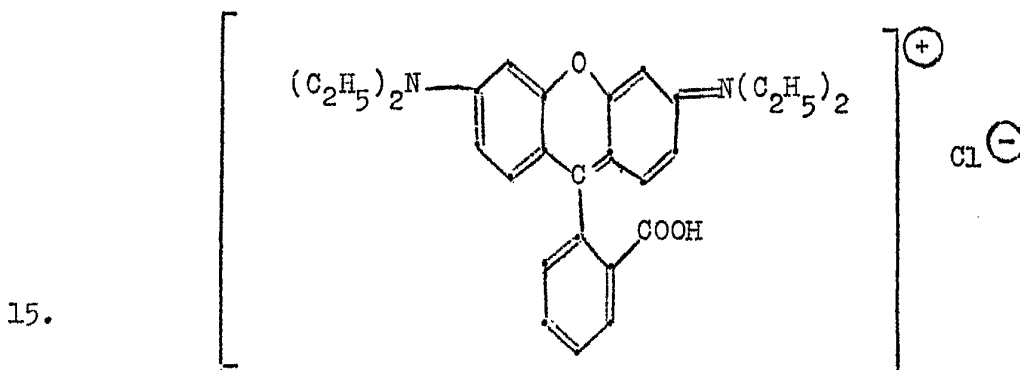


Para la disolución más rápida del colorante, de preferencia se calienta la mezcla a 40°. Después de clarificar por filtración en un filtro de Sparkler, se obtiene un preparado estable en el almacenamiento.

10.

Ejemplo 16

Se deslían por agitación en 52,5 partes de dietilenglicol 7,5 partes del colorante violado, seco, Violado básico 10 C.I., de la fórmula



368196



y 45 partes de etilenglicol, se obtienen, después de clarificar por filtración, igualmente un preparado estable en el almacenamiento.

Ejemplo 18

5. Se introducen en 480 partes de formamida, agitando 100 partes del colorante azul, seco, Azul básico 22 C.I. Después de clarificar por filtración, se ajusta a la concentración deseada con el mismo disolvente. Resulta un preparado estable en el almacenamiento.

Ejemplo 19

10. Se introducen en 110 partes de ácido fórmico anhidro 60 partes del colorante azul, seco, Azul básico 80 C.I. y se disuelve todo agitando a la temperatura ambiente. A continuación se clarifica la solución filtrándola en un filtro de Sparkler. Se origina una solución fluida, estable en el almacenamiento.

= 20 =

368 368 196
368 196



N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran como no divulgadas ni practicadas en España, las siguientes reivindicaciones con prioridad de las demandas de patentes suizas núms. 8660/68 del 11.6.68., 11207/68 del 25.7.68., 11208/68 del 25.7.68., 11209/68 del 25.7.68., 11210/68 del 25.7.68., 11211/68 del 25.7.68., y 5898/69 del 18.4.69.

5. 1.- Procedimiento para preparar soluciones anhidras, concentradas y estables de colorantes básicos, caracterizado porque las sales derivadas de ácidos inorgánicos fuertes de colorantes azoicos, metínicos o azametínicos básicos, de colorantes di y tri-arilmetánicos conteniendo a lo menos un grupo amínico primario o secundario ligado a un núcleo fenílico, o de colorantes acridínicos, acínicos, oxacínicos, tiacínicos, xanténicos y antraquinónicos, se agitan durante un período necesario para su disolución, a temperatura ambiente o con calefacción moderada, en proporción de 10 a 80 % en peso y preferentemente de 10 a 50 % en peso, con un medio disolvente, miscible a lo menos parcialmente con el agua, cuyo punto de ebullición sea superior a 80°C, elegido de entre el grupo de alquilenglicoles y sus éteres con más de 4 átomos de carbono y complementariamente o no ácidos carboxílicos alifáticos de peso molecular bajo y sus amidas, en forma tal que el disolvente elegido contenga complementariamente de 0 a 5 % a lo sumo de otro disolvente, en presencia o no de un tensiuro no-ionógeno o cationactivos.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en calidad de disolventes del grupo de alquilenglicoles preferentemente se eligen etilenglicol, dietilenglicol, trietilenglicol, glicerina y tiodiglicol, y del grupo de ácidos de peso molecular bajo, los ácidos líquidos fórmico, acético glacial y propiónico, así como del grupo de amidas de estos últimos preferentemente formamida y dimetilformamida.

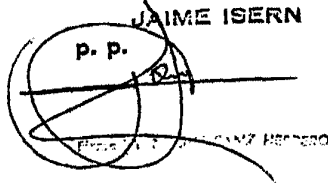
5. 3.- Procedimiento para preparar soluciones anhidras, concentradas y estables de colorantes básicos.

10. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de 21 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid a, 10 de Junio de 1.969.

JAIMÉ ISERN

P. P.

A circular stamp with a horizontal line through it. The text "P. P." is written inside the circle. Below the circle, the name "JAIMÉ ISERN" is printed. There is a handwritten signature over the stamp and the name.