



SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I. P. C.	
CLASE <u>C09</u>	<u>D06</u>
SUBCLASE <u>B</u>	<u>P</u>

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

por VEINTE años

cuyo privilegio se solicita para España, sus territorios y plazas de soberanía, a favor de:

SUMITOMO CHEMICAL CO., LTD.

entidad japonesa, domiciliada en No. 15, 5-chome, Kitahama, Higashi-ku, Osaka, Japón, relativa a:

"PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE COLORANTES Y SIMILARES Y METODO DE TEÑIDO CORRESPONDIENTE"

=====

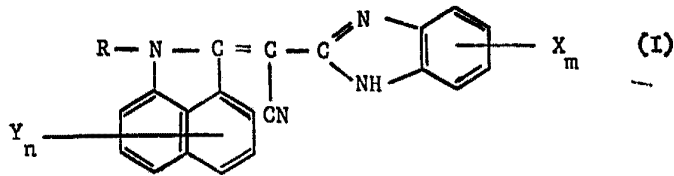
Inventores: Eiji Yamada, Kiichiro Yamaguchi y Takashi Akamatsu

Prioridades: Solicitudes de patente en Japón, Nos. 45458/68 y 17902/69 de fechas 29 junio 1968 y 8 marzo 1969, respectivamente.



MEMORIA DESCRIPTIVA

5. La presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de un nuevo colorante disperso, así como al método de teñido correspondiente. Más específicamente, esta invención se refiere a la preparación de un nuevo colorante disperso representado por la fórmula general:



10. en donde R es hidrógeno o un grupo alquilo sustituido o no sustituido que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, X e Y son individualmente hidrógeno, un átomo de halógeno, un alquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, un alcoxi que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, un alquilmercapto que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, un grupo nitro o ciano y m y n son un entero de 1 a 3. - - - - -

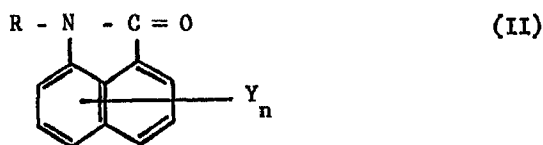
15. El presente colorante que tiene la fórmula (I) es un nuevo colorante disperso útil para teñir fibras sintéticas, tales como fibras de poliéster, poliéster éter, acetato de celulosa y poliamida, con un color claro y con elevada afinidad y buena solidez a la luz y a la sublimación. - - - - -

Es un propósito de la presente invención proporcionar un método para la producción de un nuevo colorante disperso. - - - - -

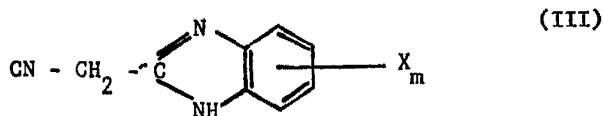


Es otro propósito de la presente invención teñir productos con tono claro y con buena solidez a la luz y a la sublimación. - - -

5. La presente invención proporciona un método para la producción de dicho colorante disperso representado por la fórmula (I), el cual método comprende hacer reaccionar naftoestirilo o un derivado del mismo representado por la fórmula general (II):



en donde R, n e Y tienen el mismo significado que anteriormente, con cianometilbencimidazol o sus derivados, representados por la fórmula general (III):



10. en donde X y m tienen el mismo significado que anteriormente. - - - - -

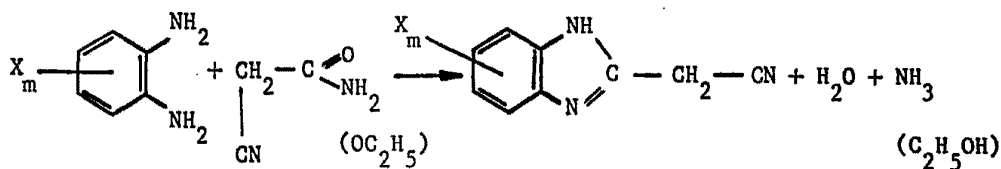
Se dará ahora una explicación detallada de la invención. - -

15. Como derivado naftoestirilo, representado por la fórmula general (II), utilizado como producto intermedio en la presente invención, se incluyen naftoestirilo, 5-cloronaftoestirilo, 6-cloronaftoestirilo, 6-bromonaftoestirilo, 6,8-dicloronaftoestirilo, 6,8-dibromonaftoestirilo, 6-nitronaftoestirilo, 6,8-dinitronaftoestirilo, 6-metilnaftoestirilo, 8-metilnaftoestirilo, 8-etilnaftoestirilo, 5-metoxinaftoestirilo, 6-metoxinaftoestirilo, N-metilnaftoestirilo, N-etilnaf-



toestirilo, N-n-propilnaftoestirilo, N-beta-cianoetilnaftoestirilo, N-metil-6-cloronaftoestirilo, N-metil-6-bromonaftoestirilo, N-beta-metoxietilnaftoestirilo, N-bencilnaftoestirilo, N-etil-6-metoxinaftoestirilo y N-metil-6-etilmercaptonaftoestirilo. - - - - -

5. El 2-cianometilbencimidazol o sus derivados representados por la fórmula general (III) se preparan según el método que se describe en J.A.C.S. 61, 1072, y que comprende hacer reaccionar o-fenilendiamina o sus derivados con un cianoacetato o una cianoacetamida alquílicos como sigue:



en donde X y m tienen el mismo significado que anteriormente. - - - - -

10. Los derivados de o-fenilendiamina pueden estar representados, a título de ejemplo, por o-fenilendiamina, 2,3-diaminoanisol, 3,4-diaminobenzonitrilo, 3,4-diaminotoluol, 6-cloro-2,3-diaminotoluol, 4-bromo-1,2-diaminobenceno, 4-cloro-1,2-diaminobenceno, 4-nitro-1,2-diaminobenceno y similares.-

15. Puede lograrse la reacción de condensación del naftoestirilo o sus derivados con cianometilbencimidazol o sus derivados agitándolos en cantidad equimolar en un solvente inerte y en presencia de un agente de condensación, manteniendo el sistema a una temperatura de, preferentemente, 70 a 130°C. Después de acabada la reacción de condensación, la mezcla de reacción se enfría o se diluye con alcoholes, con lo que precipitan cristales que se separan por filtración. - - - - -

20. La separación del producto puede obtenerse también por destilación al vapor de agua del solvente utilizado, después de neutralizar la



mezcla de reacción. - - - - -

5. En el caso de que el producto se obtenga en forma de una sal ácida, tal como el cloruro, puede obtenerse la fácil eliminación del ácido tratándola con una base tal como un álcali cáustico o un carbonato de metal alcalino o diluyendo el producto con agua, después de disolver el producto en bases tales como piridina y trietilamina. - - - - -

10. El solvente inerte utilizado para la reacción de condensación incluye benceno, tolueno, xileno, monoclorobenceno, diclorobenceno, triclorobenceno, nitrobenceno y tetracloruro de carbono. El agente de condensación incluye oxiclорuro de fósforo, oxibromuro de fósforo, tricloruro de fósforo, tribromuro de fósforo, pentacloruro de fósforo y cloruro de tionilo. - - -

15. El colorante obtenido según la presente invención puede emplearse satisfactoriamente para teñir fibras sintéticas o para colorear materiales a base de resinas sintéticas y puede ser especialmente útil para teñir poliéster tal como tereftalato de polietileno, poliamida, poliuretano, éster de celulosa, tal como triacetato de celulosa, y similares según el método convencional de teñido por inmersión, estampado o termosol. - - -

20. Especialmente, el presente colorante tiene una alta afinidad para la con la fibra de poliésteres aromáticos y puede emplearse para teñir tal fibra con un color brillante y con buena solidez a la luz y a la sublimación. - - - - -

Los ejemplos siguientes servirán para comprender más específicamente la presente invención, pero no deben limitar el alcance de la misma. - - - - -

25. Las expresiones "parte" o "partes" que figuran en los ejemplos



siguientes significan partes en peso . - - - - -

Ejemplo 1

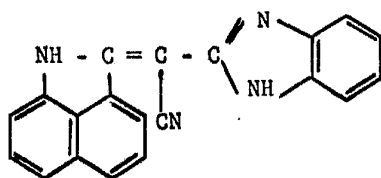
A 30 partes de monoclorobenceno se les añadieron 5,0 partes de naftoesirilo y 4,7 partes de 2-cianometilbencimidazol. - - - - -

5. La temperatura se elevó a 100°C y se añadieron gota a gota 5,0 partes de oxiclورو de fósforo en aproximadamente 10 minutos. La mezcla de reacción se mantuvo a una temperatura de 100 a 110°C durante dos horas, luego la mezcla de reacción viró a un color naranja rojizo y la reacción estuvo acabada. - - - - -

10. La mezcla de reacción se enfrió a 25°C, para precipitar con ello cristales, que se separaron por filtración y se lavaron con metanol y después con agua. Los cristales separados se agitaron conjuntamente con una solución acuosa diluida de sosa cáustica y la mezcla se sometió a filtración para separar los cristales, que se lavaron con agua y se secaron. - - - - -

15. - - - - -

Se obtuvo así un nuevo colorante representado por la fórmula siguiente:



p.f.: superior a 300°C

20. El colorante tenía una buena afinidad para con las fibras poliéster y se utilizó para teñir fibras poliéster con un color amarillo rojizo brillante y con buenas solideces y especialmente con solidez a la luz. - - - - -

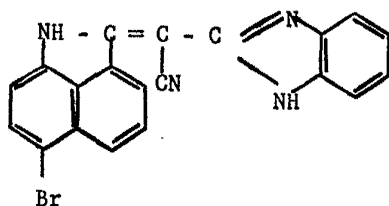


Ejemplo 2

A 30 partes de monoclorobenceno se les añadieron 5,0 partes de 6-bromonaftoestirilo y 3,2 partes de 2-cianometilbencimidazol. - - -

5. La temperatura se elevó a 90°C y se añadieron gota a gota 3,4 partes de oxiclорuro de fósforo a una temperatura de 90 a 105°C en aproximadamente 30 minutos, y luego la mezcla se agitó al mismo orden de temperatura durante 3 horas. - - - - -

10. Después de confirmarse el acabado de la reacción por medio de una cromatografía en capa delgada, la mezcla se enfrió a 25°C. Precipitó un cristal naranja rojizo que luego se filtró, se lavó con metanol y con agua caliente y después se secó para obtener 7,7 partes de un colorante en cristales naranja rojizos representado por la fórmula siguiente:



p.f.: superior a 300°C

15. El nuevo colorante tenía una buena afinidad para la fibra poliéster y se utilizó para teñir fibra poliéster con color naranja brillante y con buena solidez a la luz y a la sublimación. - - - - -

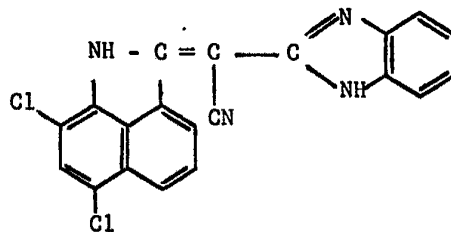
Ejemplo 3

A 50 partes de monoclorobenceno se les añadieron 5 partes de 6,8-dicloronaftoestirilo y 3,5 partes de 2-cianometilbencimidazol. - - -

La temperatura se elevó a 100°C y se añadieron gota a gota 3,6



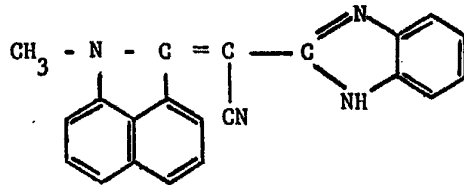
5. partes de oxiclورو de fósforo en aproximadamente 10 minutos. Después de mantenerla a una temperatura de 100 a 105°C durante tres horas, la mezcla resultante se enfrió para que precipitaran los cristales, que se separaron por filtración a una temperatura de 25°C, se lavaron con metanol y con agua y luego se secaron para obtener un colorante en cristales naranja representado por la fórmula:



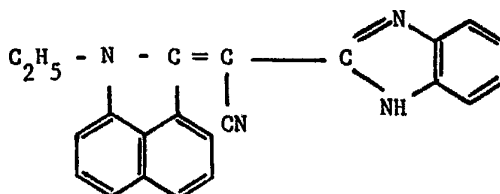
El nuevo colorante se utilizó para teñir fibras poliéster con un color amarillo brillante y con buena solidez. - - - - -

Ejemplo 4

10. Se realizó el tratamiento de manera similar a la del ejemplo 1 con la excepción de que el naftoestirilo del ejemplo 1 se substituyó por N-metilnaftoestirilo para obtener un colorante nuevo representado por la fórmula siguiente:



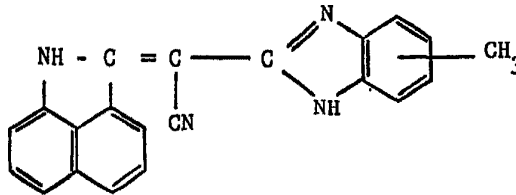
15. El tinte se utilizó para teñir fibras poliéster con un color naranja y con buena solidez. En este ejemplo, incluso la substitución de N-metilnaftoestirilo por N-etilnaftoestirilo era capaz de dar un colorante similar que tenía la fórmula:





Ejemplo 5

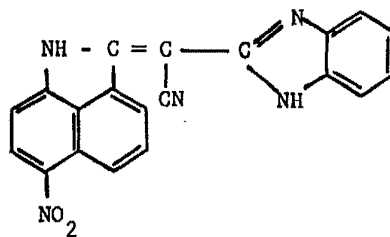
5. Se realizó el tratamiento de manera similar a la del ejemplo 1 con la excepción de que el 2-cianometilbencimidazol del ejemplo 1 se substituyó por 2-cianometil-5- ò 6-metilbencimidazol para obtener un nuevo colorante representado por la fórmula siguiente:



El colorante se empleó para teñir fibras poliéster con color naranja brillante y con buena solidez. - - - - -

Ejemplo 6

10. Se realizó el tratamiento de manera similar a la del ejemplo 1 con la excepción de que el naftoestirilo del ejemplo 1 se substituyó por 6-nitronaftoestirilo para obtener un nuevo colorante representado por la fórmula:

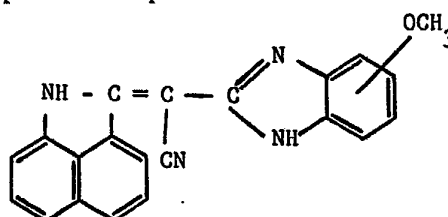


El colorante se empleó para teñir fibras poliéster con color naranja brillante y con buena solidez. - - - - -



Ejemplo 7

5. Se realizó el tratamiento de manera similar a la del ejemplo 1 con la excepción de que el 2-cianometilbencimidazol del ejemplo 1 se substituyó por 2-cianometil-4-δ-7-metoxibencimidazol para obtener un nuevo colorante representado por la fórmula:



El colorante se utilizó para teñir fibras poliéster con color naranja brillante y con buena solidez. - - - - -

Ejemplo 8

10. Se molieron 4 partes del colorante obtenido en el ejemplo 1, 6 partes de disulfonato de dinaftilmetano sódico y 20 partes de agua y se mezclaron en un molino de bolas durante 24 horas. - - - - -

La mezcla en estado coloidal se secó por atomización para obtener 10 partes de un agente tintóreo. - - - - -

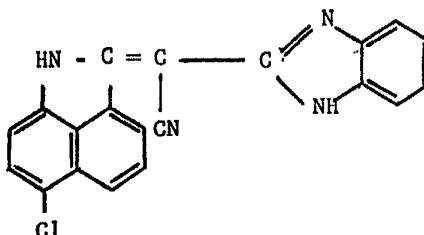
15. Se añadieron 1 parte del agente tintóreo y 25 partes de un hilado fabricado a base de polietilentereftalato, respectivamente, a 1000 partes de agua. La temperatura se aumentó gradualmente a 130°C y el teñido se condujo al mismo orden de temperatura durante 60 minutos bajo presión. El producto teñido se lavó después con agua caliente, se lavó en condiciones de reducción y se secó. - - - - -



El producto teñido así obtenido proporcionó un tono amarillo rojizo brillante con varias solideces, especialmente solidez a la luz, a la sublimación y al lavado. - - - - -

Ejemplo 9

5. Se dispersaron 0,5 partes de un colorante que tenía la fórmula:



en 1000 partes de agua utilizando una cantidad adecuada de disulfonato de dinaftilmetano sódico. - - - - -

10. Se añadieron a la dispersión 4 partes de un soporte compuesto por metilnaftaleno y 20 partes de hilado fabricado a base de tereftalato de polietileno, respectivamente, y se condujo el teñido a 100°C durante 90 minutos. El producto teñido se trató del mismo modo que en el ejemplo 8.-

15. El producto teñido así obtenido proporcionó un tono naranja brillante con solideces a la luz, a la sublimación y al lavado extremadamente buenas. - - - - -

Ejemplo 10

Se dispersaron 15 partes del colorante obtenido en el ejemplo 2 en 1000 partes de agua, utilizando una cantidad adecuada de un agente dispersante y se añadió a la dispersión 1 parte de alginato sódico. - - - -



5. Después de ello, se impregnó una tela de tereftalato de polietileno. La tela impregnada se escurrió hasta obtener un aumento de peso de la misma del 60% por medio de un mangle y después se secó uniformemente con un secador de aire caliente o con un secador de infrarrojos. La tela, casi secada, se secó adicionalmente a 200°C durante 90 segundos con una máquina de tratamiento térmico para el teñido por termosol. - - - - -

10. La tela resultante se trató en una solución que contenía de 1 a 2 partes de hidrosulfito, 1 a 2 partes de hidróxido sódico y 1 a 2 partes de un detergente sintético no iónico en 1000 partes de agua a 75-85°C durante 20 minutos, y luego se lavó con agua y se secó. - - - - -

El producto teñido así obtenido proporcionó un tono naranja brillante con excelentes solidesces. - - - - -

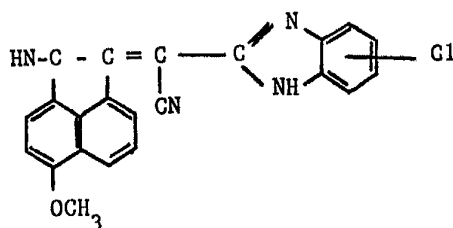
15. Según un proceso similar al de los ejemplos 8 a 10, se tiñeron fibras poliéster en el tono mencionado en la tabla siguiente con el colorante mencionado en la tabla siguiente. - - - - -

Se obtuvieron resultados similares para fibras de acetilcelulosa.

Ejemplo Nº	Fórmula	Tono
11		amarillo rojizo brillante
12		naranja claro
13		naranja claro



14



20 naranja brillante

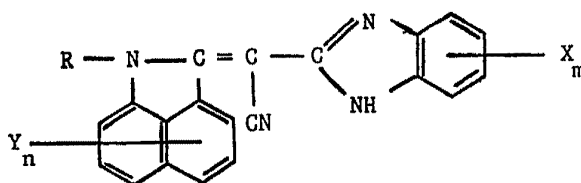
N O T A

Se declaran de novedad y propiedad para España, sus territorios y plazas de soberanía, las siguientes: - - - - -

REIVINDICACIONES

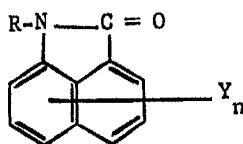
5.

1.- Procedimiento de preparación de colorantes y similares, particularmente colorantes dispersos de la fórmula: - - - - -



10.

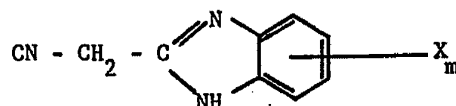
en donde R es hidrógeno o un grupo alquilo sustituido o no sustituido que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, X e Y son individualmente hidrógeno, un átomo de halógeno, un alquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, un alcoxi que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, un alquilmercapto que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, un grupo nitro o ciano y m y n son un entero de 1 a 3, caracterizado porque comprende hacer reaccionar naftoestirilo o un derivado del mismo representado por la fórmula: - - - - -



en donde R, n e Y tienen el mismo significado que anteriormente, con 2-cia-

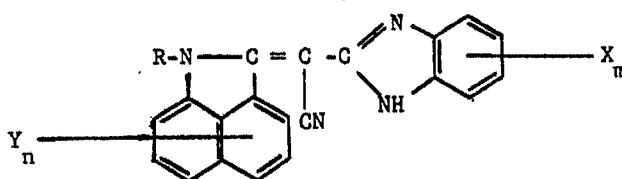


nometilbencimidazol o un derivado del mismo representado por la fórmula: -



en donde X y \underline{m} tienen el mismo significado que anteriormente, en un solvente inerte y en presencia de un agente de condensación. - - - - -

5. 2.- Método para teñir fibras sintéticas y más particularmente fibras poliéster, poliamida, poliuretano y éster de celulosa, caracterizado por someter dichas fibras a la acción de un agente tintóreo que tiene como principio activo un colorante disperso de la fórmula: - - - - -



10. en donde R es hidrógeno o un grupo alquilo sustituido o no sustituido que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, X e Y son individualmente hidrógeno, un átomo de halógeno, un alquilo que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, un alcoxi que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, un alquilmercapto que tiene de 1 a 5 átomos de carbono, un grupo nitro o ciano y \underline{m} y \underline{n} son un entero de 1 a 3. - - - - -

15. 3.- "PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE COLORANTES Y SIMILARES Y METODO DE TEÑIDO CORRESPONDIENTE". - - - - -

Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de quince hojas, foliadas y mecanografiadas por una

sola de sus caras.



BARCELONA, 20 JUN. 1969

P. A. M. CURELL SUÑOL

A handwritten signature in cursive script is written below the typed name. The signature is fluid and appears to be a stylized version of the name 'M. Curell Suñol'. It is written in dark ink on a white background.

dv.