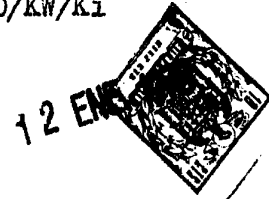


375345

PATENTE DE INVENCION

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE <u>609</u> <u>D06</u>
SUBCLASE <u>C</u> <u>12</u>

Case: 15-3032/a
1050/KW/Ki



375345

Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para la obtención de la modificación

β -cristalina del 4,4'-bis-(α -antraquinolilaminocarbonil)-
azobenceno.

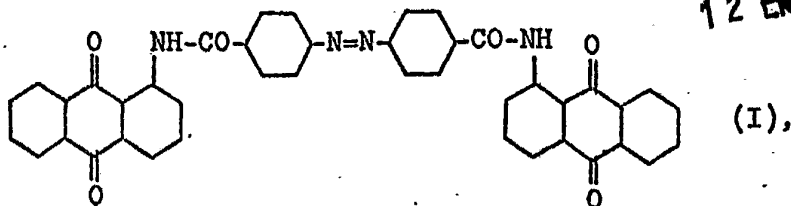
Solicitante: SANDOZ, A.G.,

entidad suiza, residente en
Basilea, Suiza.

5.

El objeto de la presente invención es la modificación β del 4,4'-bis-(α -antraquinolilaminocarbonil)-azobenceno que, como colorante de pigmento, especialmente para el teñido de masas de material sintético, tiene propiedades considerablemente mejores que la modificación α -cristalina conocida.

Se ha descubierto que la modificación β -cristalina del colorante de fórmula:



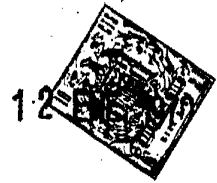
que se caracteriza por líneas específicas en el espectro de rayos X (irradiación Cu-K _{α 1}) entre 10° y 12° de ángulo de inflexión, en sus propiedades como colorante de pigmento es considerablemente más valioso que la modificación α conocida, cuyo espectro de rayos X (irradiación Cu-K _{α 1}) tiene una línea característica en 8,4° de ángulo de inflexión (θ según Bragg).

5. La obtención del colorante de fórmula (I) es conocida, se describe, por ejemplo, en la patente USA número 2.228.455. La transformación de la modificación α así obtenida en la forma β -cristalina, según la presente invención, se efectúa por molturación a temperaturas por encima de los 100°C, preferentemente entre 150° y 180°C.

10. El tratamiento de molturación se realiza preferentemente en presencia de agentes auxiliares de molturación, especialmente de sales inorgánicas inertes, por ejemplo, sal común, sal de Glauber, ferrocianuro potásico o carbonato de calcio. Estos agentes auxiliares se retirarán una vez terminada la molturación mediante extracción por lavado con agua,

15. y el hierro desprendido por desgaste, en caso necesario, con

20.



- ácidos diluídos. La molturación dura, por lo general, de 5 a 100 horas, especialmente entre 40 y 60 horas y se puede realizar en todos los aparatos adecuados usuales, por ejemplo, molinos de bolas, molinos de cilindros e instalación de molturación por vibración. El pigmento obtenido se caracteriza especialmente por un alto brillo y mejor fuerza cubridora en comparación con el pigmento sin molturar o molturado a temperatura más baja. Es prácticamente insoluble en los disolventes orgánicos usuales. Sus propiedades reológicas son buenas. Es adecuado, por ejemplo, para teñir el papel en masa, las masas de material sintético en caso dado disueltas, entre las que se han de entender aquí las masas que contienen resinas sintéticas o materiales sintéticos, de resinas naturales o de caucho, así como para el estampado de textiles y papel.
- 5.
- 10.
- 15.

Los teñidos obtenidos según los métodos generalmente conocidos son excelentemente sólidos a la migración, a la luz, al lavado, al blanqueo con cloro, al blanqueo con hipoclorito, al sobreteñido, al entinado ciego, al hidrosulfito, al blanqueo con peróxido, a la limpieza en seco, al frote, al sobrelacado y a los disolventes, y se caracterizan por una buena transparencia y estabilidad al calor.

20.

En los ejemplos siguientes, las partes significan partes en peso y las temperaturas se indican en grados centígrados.

25.

- 4375345



EJEMPLO 1 -

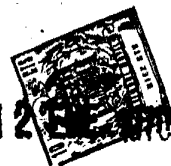
- 75 partes del colorante de fórmula (I), obtenido según el ejemplo 1 de la patente USA nº 2.228.445, se calientan previamente con 600 partes de sal común secada, en un molino de bolas de hierro, con 7.000 partes de bolas de hierro de unos 2,5 cm de diámetro y una cadena de hierro, en un baño de aire durante unas 3 horas a 150° y después se moltura durante 48 horas a unas 90 revoluciones por minuto y una temperatura del baño de aire de 150°. La mezcla molturada se introduce y agita en agua, después de retirar las bolas, el pigmento se filtra y se lava hasta que esté libre de sal.

- Si la cantidad de hierro desprendida por la fricción al molturar fuese demasiado grande se puede separar ésta de la suspensión acuosa con ácido clorhídrico, aproximadamente, al 5%. Para la ulterior purificación se puede tratar el pigmento, por ejemplo, en forma conocida con lejía de Javelle. Después del último proceso de lavado con agua destilada se seca el pigmento en vacío a 60 - 90° y se moltura (por ejemplo, en un molino de pernos).

Se obtiene un polvo amarillo claro que tinte el PVC en tonalidades amarillas brillantes tirando a verde.

- Si el mismo colorante se moltura, por ejemplo, en un disolvente (por ejemplo, acetona), pero solo a temperatura ambiente, entonces se obtienen sobre PVC tejidos ama-

37534512



rillos tirando a rojo más turbios.

5. El coloranté molturado en caliente, la modificación β -cristalina, se diferencia del producto sin tratar o molturado a temperatura ambiente (de la modificación α -cristalina), por la presencia de líneas específicas en el espectro de rayos X (irradiación $\text{Cu-K}\alpha_1$) entre 10° y 12° de ángulo de inflexión. El producto sin tratar y el molturado en frío no se diferencian entre sí en el espectro de rayos X, ambos muestran, sin embargo, una línea en aproximadamente $8,4^\circ$ de ángulo de inflexión, que falta en el pigmento molturado, según la presente invención.
- 10.

EJEMPLO 2 -

10. g del compuesto empleado según el ejemplo 1, se calientan con 100 g de sal común secada en un molino de cilindros de hierro de una capacidad de unos 1,2 litros, con tres cilindros de unos 4 cm de diámetro y unos 1,3 kg de peso, en un baño de aire a 180° y se moltura durante 60 horas a unas 85 revoluciones por minuto a la temperatura indicada. La mezcla molturada se elabora como se ha indicado en el ejemplo 1. Se obtiene finalmente un polvo amarillo claro cuyas propiedades coinciden totalmente con el producto obtenido, según el ejemplo 1.
- 15.
- 20.

25. Las figuras 1 y 2 muestran una representación gráfica de los espectros de rayos X. La figura 1 representa el espectro de la modificación β y la figura 2 el espectro de

-6- 375345¹²

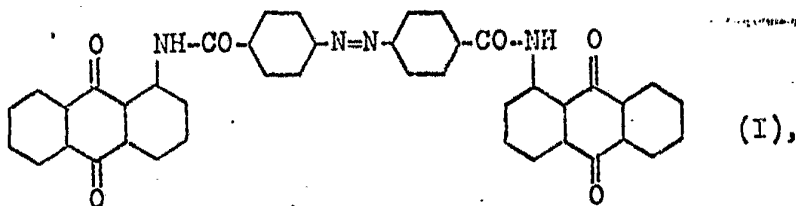


la modificación α . La intensidad I de las líneas está registrada en una escala relativa, el ángulo de desviación θ de Bragg en grados de arco.

N O T A

5. 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 se refiere a una Solicitud de Patente presentada en Suiza nº 415/69 de 14 de Enero de 1.969 acogiéndose, 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: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE LA MODIFICACION β -CRISTALINA DEL 4,4'-BIS-(α -ANTRAQUINOLILAMINOCARBONIL)-AZOBENCENO; caracterizándose por lo siguiente:
- 10.
- 15.
- 20.

1ª - Procedimiento para la obtención de la modificación β -cristalina del 4,4'-bis-(α -antraquinolilaminocarbonil)-azobenceno de fórmula



375345



caracterizado porque el colorante de fórmula I, se moltura a temperaturas superiores a 100°C, preferentemente entre 150 y 180°C, en presencia de agentes auxiliares de molturación.

3ª.- Procedimiento para la obtención de la modificación β -cristalina del 4,4'-bis(α -antraquinil-aminocarbonil)-azobenceno, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria, y plano.

Esta Memoria consta de siete hojas escritas a máquina por una sola cara.

29 MAYO 1972

Madrid,

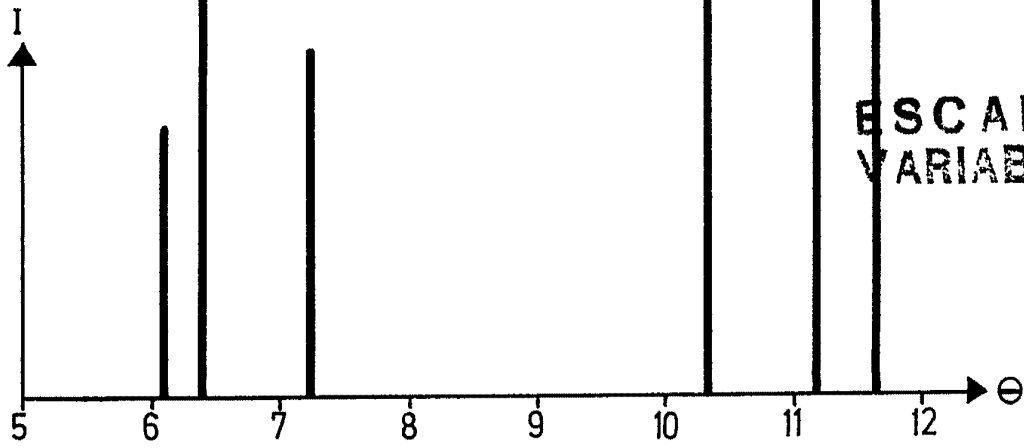
SANDOZ, A.G.

J. GÓMEZ AGEBO Y MODET
S. S. ~~Empleados~~ La Gesta Ferrocarrilera

573545

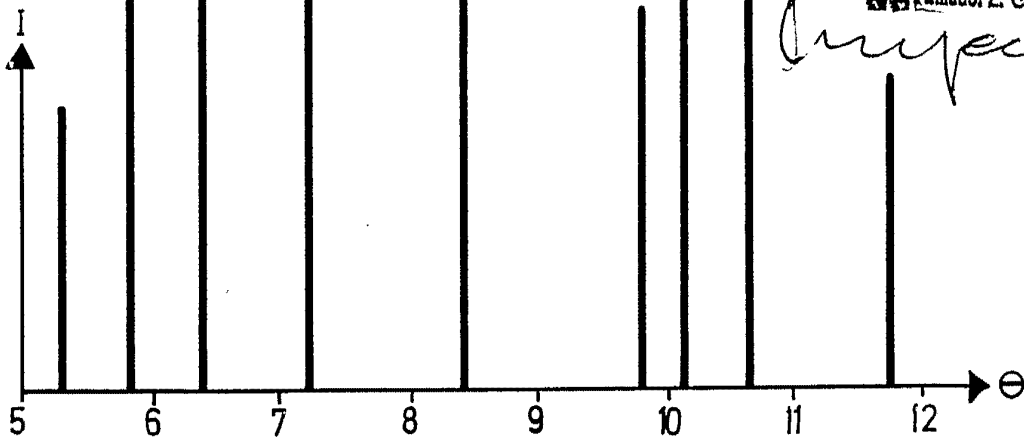
29 MAYO 1972

FIG.1



ESCALA VARIABLE

FIG.2



29 MAYO 1972

Madrid
L. GOMEZ ACEDO Y CA
Elmadon L. Gato

[Handwritten signature]