

377866

PATENTE DE INVENCION  
=====

Le A 12 167-5p

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION P. C.	
CLAS. C-09	_____
SUBCLASE B	_____



*Memoria Descriptiva*

sobre:

377866

24 MAR 1970

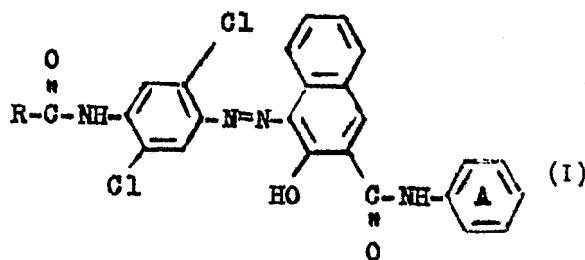
PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE COLORANTES MONO-  
AZOICOS.

---

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

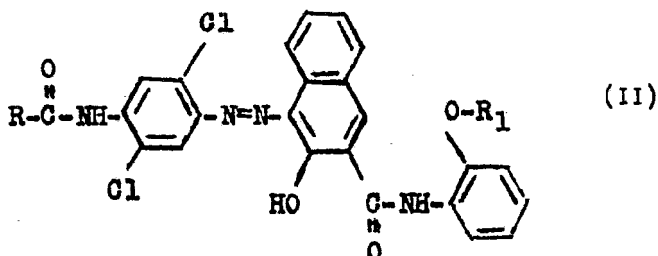
---

El objeto de la presente invención es un  
procedimiento para la preparación de colorantes monoazoicos,  
útiles como pigmentos, de fórmula general:



- en la que R representa un grupo alquilo con 1-5 átomos de carbono y el núcleo bencénico A puede estar sustituido por grupos alquilo, grupos trifluorometilo, grupos alcoxi, grupos nitro o átomos de halógeno.
- 5.

La invención proporciona igualmente colorantes monoazoicos de fórmula general:

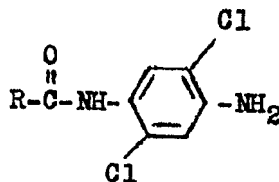


- en la que R y R<sub>1</sub> representan un grupo alquilo con 1-5 átomos de carbono.
- 10.

Los colorantes de fórmulas (I) y (II) se obtienen por reacción de componentes diazoicos de fórmula:

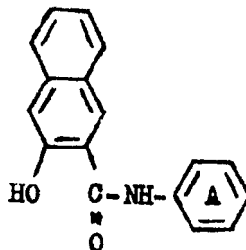
377866

- 3 -



(III)

en la que R se define como anteriormente, con componentes de copulación de fórmula:



(IV)

5. en la que el anillo A puede estar sustituido por grupos alquilo, trifluormetilo, alcoxi o nitro o por átomos de halógeno.

Como ejemplos de adecuados componentes diazoicos (III) se pueden mencionar los siguientes:

10. 4-(N-acetilamino)-2,5-dicloroanilina,  
4-(N-propionilamino)2,5-dicloroanilina,  
4-(N-isovaleroilamino)2,5-dicloroanilina.

Adecuados componentes de copulación (IV)

son, por ejemplo:

15. 1-(2',3'-hidroxinaftoilamino)-2-metilbenceno,  
1-(2',3'-hidroxinaftoilamino)-2-metoxibenceno,



- 1-(2',3'-hidroxinaftoilamino)2-etoxiben-  
ceno,
- 1-(2',3'-hidroxinaftoilamino)-4-metoxi-  
benceno,
5. 1-(2',3'-hidroxinaftoilamino)-4-etoxiben-  
ceno,
- 1-(2',3'-hidroxinaftoilamino)-2,4-dimeto-  
xi-5-clorobenceno,
10. 1-(2',3'-hidroxinaftoilamino)-2,5-dimeto-  
xi-4-clorobenceno,
- 1-(2',3'-hidroxinaftoilamino)-3-nitroben-  
ceno,
- 1-(2',3'-hidroxinaftoilamino)-4-nitroben-  
ceno,
15. 1-(2',3'-hidroxinaftoilamino)-3-trifluor-  
metilbenceno,
- 1-(2',3'-hidroxinaftoilamino)-2-metil-4-  
-metoxibenceno.

- Para preparar los pigmentos monoazoicos
20. de fórmula (I) o (II), se diazota, en la forma usual, la ami-  
na correspondiente con ácido clorhídrico acuoso, hielo y ni-  
trito sódico y el producto se hace reaccionar con las corres-  
pondientes arilamidas del ácido hidroxinaftoico, opcionalmen-  
te en presencia de un agente de superficie activa aniónico
25. catiónico o no iónico, por ejemplo, un alquilsulfonato y/o  
un producto de policondensación de alcohol octílico y óxido  
de etileno, o en presencia de un disolvente orgánico tal co-  
mo, por ejemplo, dimetilformamida o 1,2-diclorobenceno. Con  
frecuencia ha resultado conveniente calentar el pigmento en
30. un disolvente orgánico tal como n-butanol, tolueno, cloro-

377866

- 5 -



benceno o 1,2-diclorobenceno, con el fin de incrementar la resistencia del color y la solidez a los disolventes y a la luz por este ulterior tratamiento.

- A causa de la sobresaliente solidez a la luz y la buena solidez a los disolventes, los colorantes resultantes de fórmulas (I) y (II) pueden emplearse para una gran variedad de aplicaciones de pigmentos. Los mismos son adecuados para la preparación de sistemas muy firmemente pigmentados, tales como mezclas con otras sustancias, agentes de revestimiento, colores para impresión, papel de color y materiales macromoleculares coloreados.
- 5.
  - 10.

- Las mezclas con otras sustancias pueden comprender, por ejemplo, aquellas con pigmentos inorgánicos blancos, tales como dióxido de titanio. El término "agente de revestimiento" significa, por ejemplo, lacas física y oxidativamente secantes, lacas de estufado, lacas de reacción, lacas de dos componentes, tintes dispersos para revestimientos resistentes a la intemperie y colores de apresto. Los colores para impresión comprenden aquellos para la impresión en metal laminar, textiles y papel. Los materiales macromoleculares pueden ser de origen natural, tales como caucho; estos pueden obtenerse por modificación química, tal como acetilcelulosa, butirato de celulosa o viscosa; o pueden producirse sintéticamente, tales como polímeros, productos de poliadición y policondensados. Como ejemplos se pueden citar los materiales plásticos, tales como cloruro de polivinilo, acetato de polivinilo, propionato de polivinilo, poliésteres, por ejemplo, tereftalato de polietileno, poliamidas, superpoliamidas, polímeros y copolímeros de ésteres acrílicos, ésteres metacrílicos, acrilonitrilo, acrilamida, butadieno,
- 15.
  - 20.
  - 25.
  - 30.



estireno, así como poliuretanos y policarbonatos.

Las partes dadas en los siguientes ejemplos son partes en peso a menos que se indique lo contrario. Las temperaturas se expresan en grados centígrados.

5.

EJEMPLO 1

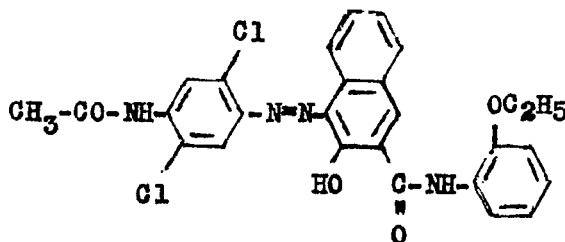
- 22 partes (0,1 moles) de 4-(N-acetilamino)-2,5-dicloroanilina se diazotan en 770 partes de agua y 35 partes en volumen de ácido clorhídrico 10N, a una temperatura de 0°C, mediante la adición gota a gota de 23 partes en volumen de una solución al 30 % de nitrito sódico. Después de ulterior agitación durante 1 hora, la mezcla se clarifica con carbón vegetal activo y el exceso de ácido nitroso se destruye con ácido amidosulfónico. 33 partes (0,105 moles) de 1-(2',3'-hidroxinaftoilamino)-2-etoxibenceno se disuelven brevemente en 1.000 partes de agua y 45 partes en volumen de una solución 10N de hidróxido sódico, a 80°C, y la solución caliente se clarifica con carbón vegetal activo. Después de enfriar a temperatura ambiente, el derivado de naftol-AS se mezcla con 0,4 partes de un producto de poli-condensación de alcohol octílico y óxido de etileno y se reprecipita por la adición de 91 partes en volumen de ácido acético al 50 % mientras se agita vigorosamente. La solución diazotada fría se deja llegar a temperatura ambiente. Se ajusta un pH de 4,5-4,8 por la adición gota a gota de 170 partes en volumen, aproximadamente, de una solución acuosa al 20 % de acetato sódico y la temperatura se incrementa simultáneamente a 30 - 35°C. Después de 1 - 2 horas, la mezcla se calienta a 85 - 90°C aproximadamente y se aísla el producto a esta temperatura mediante filtración por succión. El producto se enjuaga con 2.000 - 3.000 partes de agua caliente

377866



- 7 -

(80°C). Después de secar a 80 - 90°C, se obtiene en buen rendimiento el colorante de fórmula



el cual posee muy buena solidez a los disolventes y a la luz.

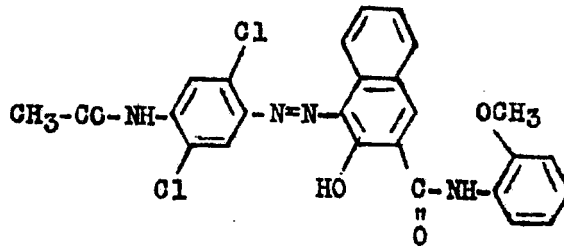
5.

#### EJEMPLO 2

- De forma similar al ejemplo 1, se diazotan 22 partes (0,1 moles) de 4-(N-acetilamino)-2,5-dicloroanilina. 32 partes (0,105 moles) de 1-(2',3'-hidroxinaftoil-amino)-2-metoxibenceno se disuelven brevemente en 530 partes de agua, 35 partes en volumen de etanol y 45 partes en volumen de una solución 10N de hidróxido sódico, a 80°C, y la solución caliente se clarifica con carbón vegetal activo.
- Después de enfriar a temperatura ambiente y después de la adición de 0,4 partes de un producto de policondensación de alcohol acílico y óxido de etileno, se reprecipita el derivado de naftol-AS por la adición de 91 partes en volumen de ácido acético al 50 % mientras se agita vigorosamente. La copulación y procesamiento se llevan a cabo como se ha descrito en el ejemplo 1. Se obtiene en un buen rendimiento el colorante naranja de fórmula:
- 10.
- 15.
- 20.

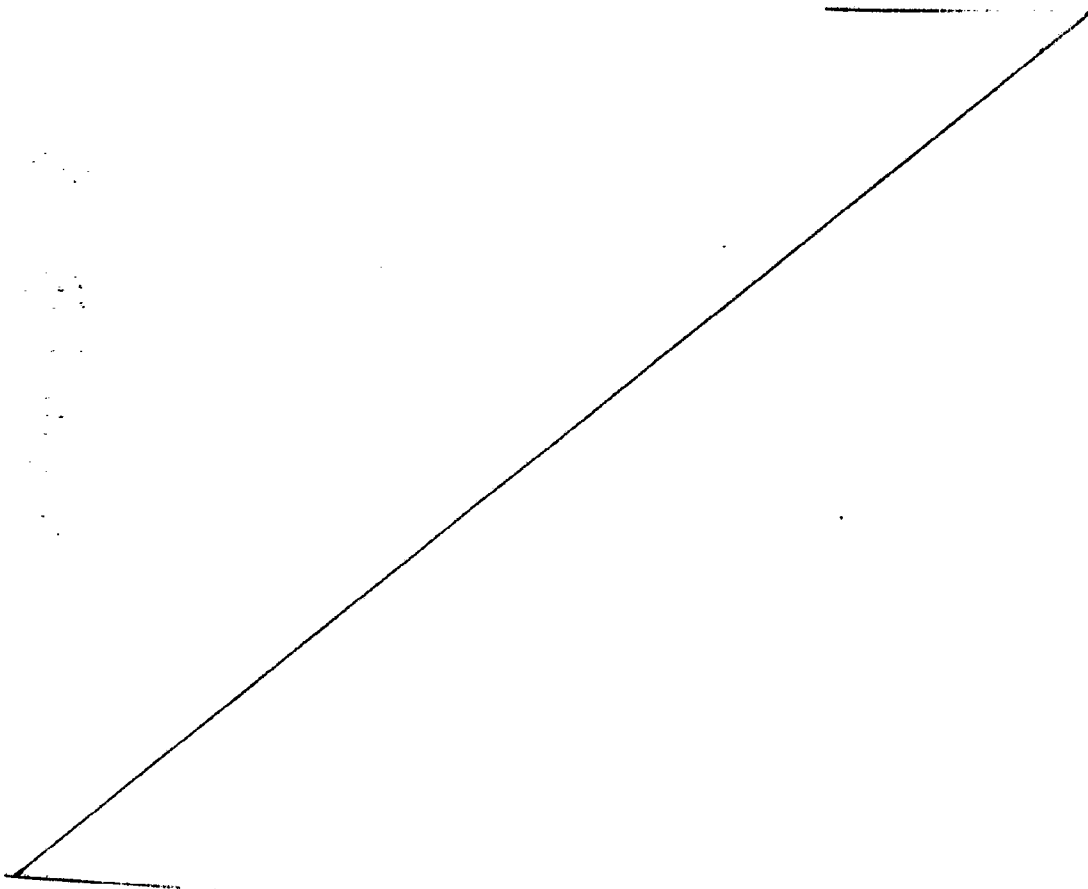
377866

- 8 -



el cual tiene una muy buena solidez a los disolventes y a la luz.

- Si se sigue el procedimiento descrito en
5. los ejemplos 1 y 2, pero con el empleo de los compuestos diazoicos y de copulación indicados en la siguiente tabla, se obtienen igualmente valiosos colorantes con las tonalidades especificadas en la tabla.



377866



1004

377866



Tabla

Componente diazoico	Componente de con	ulaci3n	Tonalidad
4-(N-acetilamino)-2,5-dicloro-anilina.	1-(2',3'-hidroxinaftoil-amin	o)-2-metilbenceno	naranja
"	1-(2',3'-hidroxinaftoil-amin	o)-4-metoxibenceno	naranja
"	1-(2',3'-hidroxinaftoil-amin	o)-4-etoxibenceno	marr3n-rojo
"	1-(2',3'-hidroxinaftoil-amin benceno.	o)-2,4-dimetoxi-5-cloro-	marr3n
"	1-(2',3'-hidroxinaftoil-ami benceno.	no)-2,5-dimetoxi-4-cloro-	marr3n rojo
"	1-(2',3'-hidroxinaftoil-amin	o)-3-nitrobenceno	rojo
"	1-(2',3'-hidroxinaftoil-amin	o)-4-nitrobenceno	rojo
4-(N-propionilamino)-2,5-di- cloroanilina	1-(2',3'-hidroxinaftoil-amin	o)-2-etoxibenceno	naranja
4-(N-isovaleroil-amino)-2,5- dicloroanilina	"		

377866



Tabla

Componente diazoico	Componente de cop	ulaci3n
4-(N-acetilamino)-2,5-dicloro-anilina.	1-(2',3'-hidroxinaftoil-amin	o)-2-metilbe
"	1-(2',3'-hidroxinaftoil-amin	o)-4-metoxit
"	1-(2',3'-hidroxinaftoil-amin	o)-4-etoxibe
"	1-(2',3'-hidroxinaftoil-amin benceno.	o)-2,4-dimet
"	1-(2', 3'-hidroxinaftoil-ami benceno.	no)-2,5-dime
"	1-(2',3'-hidroxinaftoil-amin	o)-3-nitrobe
"	1-(2',3'-hidroxinaftoil-amin	o)-4-nitrobe
4-(N-propionilamino)-2,5-di- cloroanilina	1-(2',3'-hidroxinaftoil-amin	o)-2-etoxibe
4-(N-isovaleroil-amino)-2,5- dicloroanilina	"	

377866



e cop	ulaci3n	Tonalidad
-amin	o)-2-metilbenceno	naranja
-amin	o)-4-metoxibenceno	naranja
-amin	o)-4-etoxibenceno	marr3n-rojo
-amin	o)-2,4-dimetoxi-5-cloro-	marr3n
l-ami	no)-2,5-dimetoxi-4-cloro-	marr3n rojo
-amin	o)-3-nitrobenceno	rojo
-amin	o)-4-nitrobenceno	rojo
-amin	o)-2-etoxibenceno	naranja
"		



EJEMPLO 3

30 partes del pigmento monoazoico descrito en el ejemplo 1, 65 partes de aceite de linaza y 1 parte de un secante (naftenato de Co, 50 % en bancina de ensayo), se muelen en la forma usual para producir un color para impresión. Cuando se emplea para impresión de libros u offset, este color de impresión rinde unas impresiones coloreadas de naranja brillante de muy buenas propiedades de solidez, particularmente una solidez muy elevada a la luz. Si este color para impresión se utiliza para tofograbado, litografía o grabado en acero, se obtienen impresiones coloreadas en naranja con similares propiedades de solidez. El uso del pigmento para colorear metal laminar o colores para huecograbado o tintas de impresión conduce a impresiones coloreadas de naranja de similares propiedades de solidez.

EJEMPLO 4

4 partes del pigmento monoazoico descrito en el ejemplo 1 se dispersan en un molino de bolas o perlas con una laca clara consistente en 30 partes de una resina alquídica, 25 partes de una resina de melamina, 5 partes de etilenglicol y 36 partes de xileno. Después de estufar a 130°C durante 1/2 hora, se obtienen películas de laca de color naranja de alta transparencia y brillantez, caracterizadas por una solidez muy buena a la luz.

N O T A

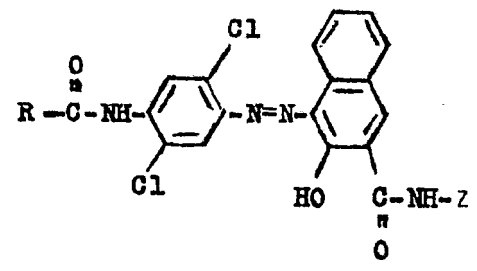
Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace


0:3:7  
- 11 - 377866

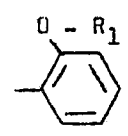


constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en Alemania nº P 19 16 270 de 29 de marzo de 1969, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE COLORANTES MONOAZOICOS, caracterizándose por lo siguiente:

5. 1.- Procedimiento para la producción de colorantes monoazoicos, de fórmula general:

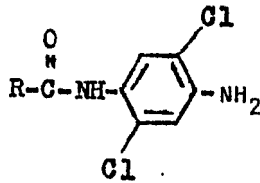


en la que R representa un grupo alquilo con 1 - 5 átomos de carbono y Z representa un núcleo bencénico A  que puede estar sustituido por grupos alquilo, grupos trifluorometilo, grupos nitro y átomos de halógeno, o un núcleo bencénico de fórmula:

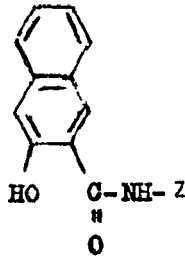


en la que R<sub>1</sub> significa un grupo alquilo con 1 - 5 átomos de carbono, caracterizado porque comprende hacer reaccionar una amina diazotada de fórmula general:

20.



en la que R se define como anteriormente, con un componente de copulación de fórmula general:



5. en la que Z se define como anteriormente.

2.- Procedimiento para la producción de colorantes monoazoicos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

10. Esta Memoria consta de 12 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid

- 4 JUL. 1972

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

J. GOMEZ ACEBO Y MOJER  
P. p. Firmado L. Gasia Fernández