

97497

P.- 44.888

Hoe 69/F167

SECC.	
CL. ACC.	C
CLASE	609
GRUPO	B

380603



Memoria descriptiva

380603

para solicitar PATENTE DE INVENCION EN ESPAÑA por 20 años

a nombre de FARBWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT VORMALS
MEISTER LUCIUS & BRÜNING

entidad / de nacionalidad alemana

con domicilio en Frankfurt/Main, República Federal Alemana

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES MO-
NOAZOICOS"

(Clase Internacional C09b)

=====

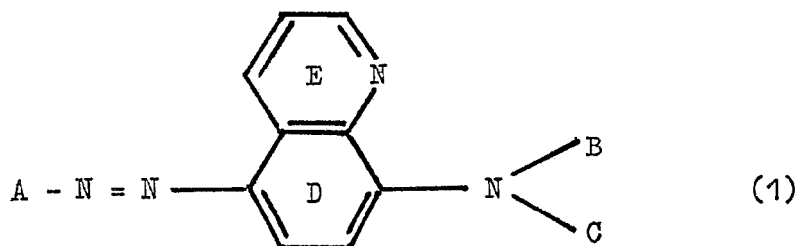
20.5.70.

25



Se ha encontrado que se pueden preparar nuevos colorantes monoazoicos insolubles en agua, de la fórmula general (1)

5



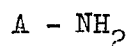
10

en la que A significa el radical de un componente diazoico de la serie del benceno o del naftaleno, que puede estar sustituido por átomos de halógeno y/o grupos alcohol, alcoxi, perfluoroalcohol, alcohol sulfonilo, arilsulfonilo, carboalcoxi, carbonamido, ciano o nitro, por ejemplo átomos de cloro o de bromo o grupos metilo, etilo, metoxi, etoxi, trifluorometilo, metilsulfonilo, fenilsulfonilo, carbometoxi o carboetoxi, B significa un átomo de hidrógeno o un radical alcohol, que puede estar sustituido por átomos de halógeno y/o grupos hidroxilo, ciano, alcoxi, acilo, aciloxi o carboalcoxi, C significa un átomo de hidrógeno o un radical alcohol inferior, un radical cicloalcohol, aralcohol o arilo, que están libres de grupos de ácido carboxílico o de grupos de ácido sulfónico, pero pueden estar sustituidos por átomos de halógeno y/o grupos hidroxilo, ciano, alcoxi, acilo, aciloxi o carboalcoxi, y D y E, que están libres de grupos de ácido carboxílico y de grupos de ácido sulfónico, pueden estar sustituidos por átomos de halógeno, y/o grupos hidroxilo, alcohol, alcoxi o acilamino, diazotando aminas de la fórmula general

(2)

30

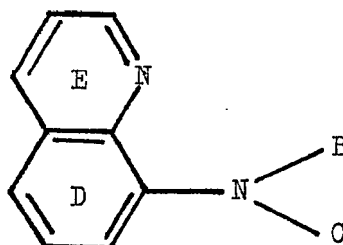
17.6.70.



(2)

en la que A tiene el significado precedentemente citado,
y combinándolas con componentes azoicos de la fórmula ge-
neral (3)

5



10

(3)

en la que B, C, D y E tienen los significados precedente-
mente citados.

15

En calidad de componentes diazoicos de la fór-
mula general $A-\text{NH}_2$ se consideran, para la preparación de
los nuevos colorantes, preferiblemente derivados de anili-
na, que están libres de grupos acuosolubilizantes tales
como grupos de ácido carboxílico o grupos de ácido sulfó-
nico.

20

A modo de ejemplo se pueden citar 2,4-dinitroa-
nilina, 2-ciano-4-nitroanilina, 2-cloro-4-nitroanilina,
2-ciano-4-nitro-6-cloroanilina, 2-ciano-4-nitro-6-bromoa-
nilina, 2-carbometoxi-4-nitro-6-bromoanilina, 2,4-dinitro-
6-cloroanilina, 2,4-dinitro-6-bromoanilina, 2,5-dicloro-
anilina, 2-metil-sulfonil-4-nitroanilina, 2-trifluorome-
til-4-nitroanilina, 2,4-dinitro-6-trifluorometilanilina,
2,4-dinitro-6-carbometoxianilina. La diazotación de estos
derivados de anilina tiene lugar según métodos usuales
apropiados.

25

30

17.6.70.

Como componentes azoicos de la fórmula general



(3) citada que se presentan para la utilización de acuerdo con el procedimiento, que son preparados según métodos de por sí conocidos, se pueden citar a modo de ejemplo 8-fenilamino-quinoleína, 8-(4'-metilfenilamino)-quinoleína, 8-(4'-clorofenilamino)-quinoleína, 8-beta-cianoetilamino-quinoleína, 8-beta-hidroxietilaminoquinoleína, 8-N-etil-N-beta-cianoetilamino-quinoleína, 8-ciclohexilamino-quinoleína, 8-bencilamino-quinoleína y 8-n-bután-3-on-il amino-quinoleína.

La reacción de copulación se lleva a cabo preferiblemente en medio acuoso, pudiendo ser ventajoso eliminar el exceso de ácido, que procede de la diazotación, por adición de agentes fijadores de ácido, tales como acetato de sodio, bicarbonato de sodio, carbonato de sodio, carbonato de potasio o lejía de sosa cáustica. Los colorantes así formados son insolubles en agua y se separan o depositan en forma cristalina. El aislamiento puede tener lugar por ejemplo por filtración. Entonces los colorantes son lavados convenientemente con agua hasta quedar libres de electrolito.

Con preparados, que contienen los nuevos colorantes en forma finamente dividida así como un agente dispersante, se obtienen sobre fibras sintéticas tales como fibras de acetato de celulosa y de poliamida, pero sobre todo sobre fibras de poliéster, tales como por ejemplo fibras de poli(tereftalato de etilén-glicol), tinciones y estampaciones de gran intensidad de color con muy buena constitución y con excelentes solidez frente a la fabricación y el uso. Se han de hacer resaltar especialmente las muy buenas solidez frente a la termofijación, al la



vado, a los gases de escape, a la fricción y a la luz.

Para teñir fibras de poliéster, los nuevos colorantes son empleados convenientemente en forma de granulado o de polvo o como preparado líquido susceptible de ser vertido. Son apropiados para tinciones a partir de un baño acuoso a temperaturas por encima de 100°C bajo presión, o a aproximadamente 100°C en presencia de vehículos, igual que para el procedimiento Thermosol, en el cual se impregna el tejido de telar o el tejido de punto de fibras de poliéster con suspensiones de los nuevos colorantes, se seca a temperaturas por debajo de 100°C y se somete durante corto tiempo a temperaturas entre aproximadamente 180 y 280°C. También son muy apropiados los nuevos colorantes para teñir mezclas de fibras que contienen fibras de poliéster. Al teñir, por ejemplo, mezclas de poliéster y lana, la porción de lana es teñida sólo un poco. Por tratamiento posterior reductivo o por lavado con emulgente se puede eliminar fácilmente de nuevo la tinción de la lana.

Además de esto, los nuevos colorantes son también muy apropiados para teñir fibras de poliéster a partir de disolventes orgánicos, en calidad de los cuales se consideran sobre todo hidrocarburos halogenados con puntos de ebullición entre 100 y 180°C, preferiblemente entre 110 y 150°C, tales como por ejemplo percloroetileno. A partir de soluciones de los nuevos colorantes en percloroetileno se obtienen, a la temperatura de ebullición, sobre fibras de poliéster, tinciones que se caracterizan por gran intensidad de color y también por excelentes solideces frente a la fabricación y al uso, tal como lo



10

muestran las tinciones obtenidas según métodos habituales.

Para la producción de estampaciones sobre materiales de fibras de poliéster, los nuevos colorantes son utilizados en forma de preparados acuosos los cuales, además del colorante finamente dividido, contienen agentes espesadores apropiados, tales como carbometoxicelulosa o preparados de harina de pepita de algarrobo o mezclas de éstos, y agentes aceleradores de la fijación. La fijación tiene lugar por tratamiento con vapor de agua durante 30 a 60 minutos a la presión atmosférica, o por tratamiento con vapor de agua durante 10 a 30 minutos bajo presión elevada, hasta de 2 atmósferas manométricas. Igualmente, se puede llevar a cabo la fijación por acción de aire caliente entre aproximadamente 180 y 220°C durante 30 a 90 segundos.

5

10

15

En los ejemplos, la relación de las partes en peso con las partes en volumen es igual que la del kilogramo con el litro.

Ejemplo 1

163 partes en peso de 2-ciano-4-nitroanilina son agitados con 750 partes en peso de ácido acético glacial, son disueltas en parte, y después son diazotadas, bajo enfriamiento a la temperatura ambiente, con 324 partes en peso de ácido nitrosilsulfúrico al 40%, que se añaden gota a gota lentamente. En este caso resulta una solución transparente que se sigue agitando durante 1 hora más a la temperatura ambiente. Esta solución diazoica se vierte bajo agitación sobre una solución de 220 partes en peso de 8-fenilamino-quinoleína en 250 partes en peso de ácido acético glacial, 200 partes en volumen de ácido

20

25

30
20.5.70.

380603

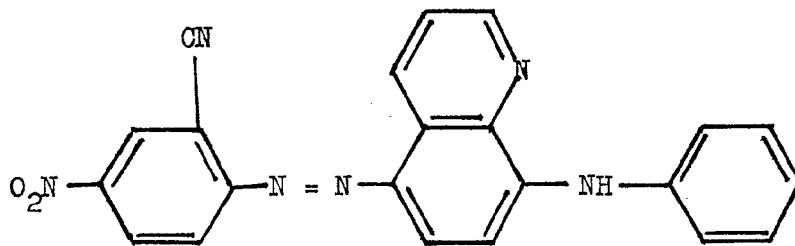


10

clorhídrico 5 N y 1000 partes en peso de agua, que además contiene también 1000 partes en peso de hielo. Durante el vertido de la solución diazoica se añaden en porciones 2000 partes en peso más de hielo.

5 A continuación se ajusta a 4 el valor de pH de la solución por adición de 650 partes en peso de acetato de sodio. Entonces, la copulación está terminada después de corto tiempo. El colorante separado en forma cristalina es filtrado con succión, y la torta de filtración es lavada con agua hasta quedar libre de electrolito. Después de secar a 60°C se obtienen 376 partes en peso del colorante de la fórmula

15



20 que en forma finamente dividida proporciona, sobre fibras de poliéster, tinciones violetas claras de color intenso con muy buenas solidez frente a la luz y a la termofijación.

Ejemplo 2

25 217,5 partes en peso de 2,4-dinitro-6-cloroanilina son mezcladas en 740 partes en peso de ácido sulfúrico concentrado bajo agitación y enfriamiento a la temperatura ambiente, lentamente con 324 partes en peso de ácido nitrosilsulfúrico al 40%, resultando una solución transparente, que es agitada posteriormente durante 1 hora más

30
20.5.70.

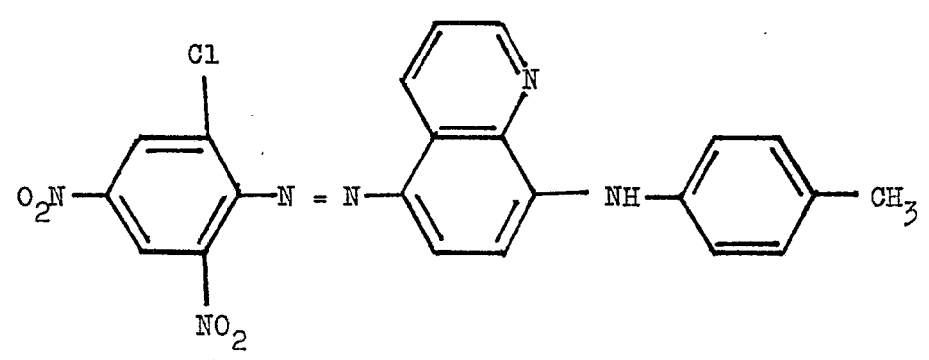
380603



10

a la temperatura ambiente. La solución diazoica así obtenida es vertida bajo vigorosa agitación sobre una solución de 234 partes en peso de 8-(4'-metilfenilamino)-quinoleína en 400 partes en volumen de ácido clorhídrico 5 N y 500 partes en peso de agua, que además contiene también 3000 partes en peso de hielo. La copulación está terminada después de corto tiempo. La mezcla de reacción es agitada posteriormente durante 2 horas más y el colorante separado en forma cristalina es aislado por filtración con succión y por lavado con agua, hasta que la torta de filtración está libre de electrólito. Después del secado a 60°C, se obtienen 435 partes en peso del colorante de la fórmula

15



20

El colorante en forma finamente dividida, proporciona sobre fibras de poliéster, tinciones azules claras con muy buenas solideces frente a la luz y a la termofijación.

25 Ejemplo 3

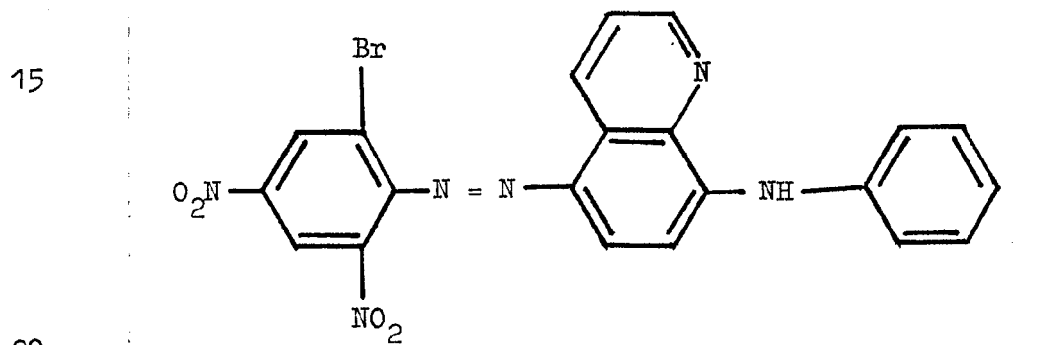
262 partes en peso de 2,4-dinitro-6-bromo-anilina son mezcladas en 740 partes en peso de ácido sulfúrico concentrado, bajo agitación y enfriamiento a la temperatura ambiente, lentamente, con 324 partes en peso de ácido nitrosilsulfúrico al 40%, resultando una solución

30
20.5.70.

380603



transparente que es agitada posteriormente durante 1 hora más a la temperatura ambiente. La solución diazoica así obtenida es vertida bajo vigorosa agitación sobre una solución de 220 partes en peso de 8-N-fenilamino-quinoleína en 400 partes en volumen de ácido clorhídrico 5 N y 500 partes en peso de agua, que además contiene 3000 partes en peso de hielo. La copulación está terminada después de corto tiempo. La mezcla de reacción es agitada posteriormente durante 2 horas más, y el colorante separado en forma cristalina es aislado por filtración con succión y por lavado con agua, hasta que la torta de filtración está libre de electrólito. Después del secado a 60°C se obtienen 465 partes en peso del colorante de la fórmula



que en forma finamente dividida proporciona, sobre fibras de poliéster, tinciones de color azul marino rojizo con muy buenas solidez frente a la luz y a la termofijación.

25 Ejemplo 4

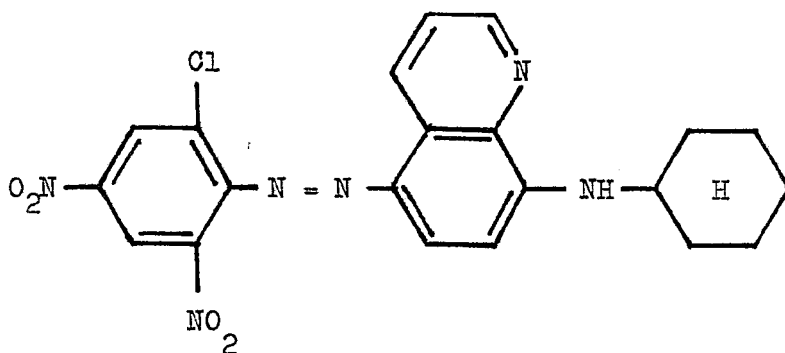
217,5 partes en peso de 2,4-dinitro-6-cloroanilina son mezcladas en 740 partes en peso de ácido sulfúrico concentrado, bajo agitación y enfriamiento a la temperatura ambiente, lentamente, con 324 partes en peso de ácido nitrosilsulfúrico al 40%, resultando una solución

30
17.6.70.

10 JUN



transparente que es agitada posteriormente durante 1 hora a la temperatura ambiente. La solución diazoica así obtenida es vertida bajo vigorosa agitación sobre una solución de 226 partes en peso de 8-(ciclohexilamino)-quinoleína en 400 partes en volumen de ácido clorhídrico 5 N y 500 partes en peso de agua, que además contiene también 3000 partes en peso de hielo. La copulación está terminada después de corto tiempo. La mezcla de reacción es agitada posteriormente durante 2 horas y el colorante separado en forma cristalina es aislado por filtración con succión y por lavado con agua, hasta que la torta de filtración está libre de electrólito. Se obtienen 410 partes en peso del colorante de la fórmula



que en forma finamente dividida proporciona, sobre fibras de poliéster, tinciones azul marino de intenso color con muy buenas solideces frente a la luz y a la termofijación.

Ejemplo 5

163 partes en peso de 2-ciano-4-nitroanilina son agitadas con 750 partes en peso de ácido acético glacial, son disueltas en parte y después son diazotadas, bajo enfriamiento a la temperatura ambiente, con 324 partes en peso de ácido nitrosilsulfúrico al 40%, que son añadi-

30
20.5.70.

380603

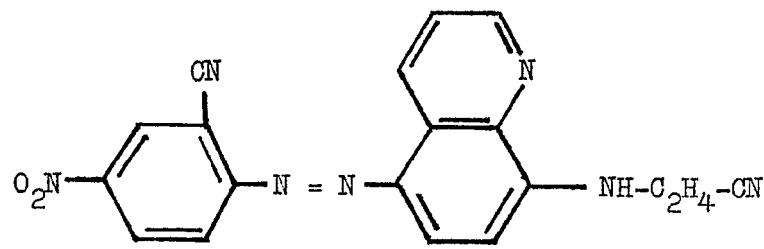
10 JUN 1970



das gota a gota lentamente. En este caso resulta una so-
 lución transparente, que es agitada posteriormente duran-
 te 1 hora a la temperatura ambiente. Esta solución diazoi-
 ca es vertida bajo agitación sobre una solución de 197
 5 partes en peso de 8-beta-cianoetilamino-quinoleína en 250
 partes en peso de ácido acético glacial, 200 partes en vo-
 lumen de ácido clorhídrico 5 N y 1000 partes en volumen
 de agua, que además contiene 1000 partes en peso de hielo.
 Durante el vertido de la solución diazoica se añaden en
 10 porciones 2000 partes en peso más de hielo.

A continuación, el valor del pH de la solución
 es ajustado a 4 por adición de 650 partes en peso de ace-
 tato de sodio. Entonces, la copulación está terminada des-
 pués de corto tiempo. El colorante separado en forma cris-
 15 talina es filtrado con succión y la torta de filtración
 es lavada con agua hasta quedar libre de electrólito. Des-
 pués del secado a 60°C se obtienen 342 partes en peso del
 colorante de la fórmula

20



25

que en forma finamente dividida proporciona, sobre fibras
 de poliéster, tinciones de color violeta, que se caracte-
 rizan por muy buenas solideces frente a la luz y frente
 a la termofijación.

30
 20.5.70.

Se diazotan los componentes diazoicos indica-

380603



25



dos en la siguiente tabla, columna 1, según uno de los métodos descritos en los ejemplos precedentes o según otro método apropiado, y se copulan, eventualmente con eliminación del exceso de ácido que procede de la diazotación por adición de un agente fijador de ácido, con los componentes azoicos indicados en la columna 2; de este modo resultan colorantes que en forma finamente dividida proporcionan, sobre fibras de poliéster, tinciones con los tonos de color indicados en la columna 3 con propiedades de solidez en todos los casos similarmente buenas a las de los ejemplos precedentes.

17.6.70.

20.5.70.

Tabla

Ejemplo número	Componente diazoico	Componente azoico	Tinción sobre fibras de poliéster
6	2,4-dinitroanilina	8-fenilamino-quinoleína	Violeta rojizo
7	2,4-dinitro-6-cloroanilina	8-fenilamino-quinoleína	Azul marino rojizo
8	2-ciano-4-nitro-6-cloroanilina	8-fenilamino-quinoleína	Azul marino
9	2-carbometoxi-4-nitro-6-bromoanilina	8-fenilamino-quinoleína	Violeta
10	2-cloro-4-nitroanilina	8-(4'-metilfenilamino)-quinoleína	Violeta
11	2,4-dinitroanilina	8-(4'-metilfenilamino)-quinoleína	Violeta azulado
12	2-ciano-4-nitroanilina	8-(4'-metilfenilamino)-quinoleína	Azul rojizo
13	2,4-dinitro-6-bromoanilina	8-(4'-metilfenilamino)-quinoleína	Azul
14	2,5-dicloroanilina	8-(4'-metilfenilamino)-quinoleína	Rojo
15	2,4-dinitro-6-cloroanilina	8-bencilamino-quinoleína	Violeta azulado
16	2,4-dinitroanilina	8-ciclohexilamino-quinoleína	Violeta
17	2-ciano-4-nitroanilina	8-ciclohexilamino-quinoleína	Violeta
18	2,4-dinitro-6-bromoanilina	8-ciclohexilamino-quinoleína	Azul marino
19	2,4-dinitro-6-cloroanilina	8-amino-quinoleína	Violeta
20	2,4-dinitro-6-cloroanilina	8-(n-bután- β -on-il)-amino-quinoleína	Azul rojizo
21	2-ciano-4-nitroanilina	8-(n-bután- β -on-il)-amino-quinoleína	Violeta rojizo

- 13 -

380603



20.5.70.

(Continuación)

Ejemplo número	Componente diazoico	Componente azoico	Tinción sobre fibras de poliéster
22	2,4-dinitro-6-cloroanilina	8-(4'-clorofenilamino)-quinoleína	Azul rojizo
23	2,4-dinitro-6-bromoanilina	8-(4'-clorofenilamino)-quinoleína	Azul rojizo
24	2-ciano-4-nitroanilina	8-(4'-clorofenilamino)-quinoleína	Violeta
25	2-nitro-4-trifluorometil-anilina	8-bencilamino-quinoleína	Pardo rojo
26	2-trifluorometil-4-nitroanilina	8-bencilamino-quinoleína	Rojo azulado
27	2,4-dinitroanilina	8-N-etil-N-beta-cianoetilaminoquinoleína	Violeta rojizo
28	2-ciano-4-nitroanilina	8-N-etil-N-beta-cianoetilaminoquinoleína	Violeta rojizo
29	2,4-dinitro-6-cloroanilina	8-N-etil-N-beta-cianoetilaminoquinoleína	Azul rojizo
30	2,4-dinitroanilina	8-beta-cianoetilaminoquinoleína	Rojo azulado
31	2,4-dinitro-6-bromoanilina	8-beta-cianoetilaminoquinoleína	Violeta azulado
32	2,4-dinitro-6-cloroanilina	8-beta-cianoetilaminoquinoleína	Violeta azulado
33	2,4-dinitro-6-cloroanilina	8-beta-hidroxi-etilaminoquinoleína	Azul marino
34	2,4-dinitroanilina	8-gamma-hidroxi-propilamino-quinoleína	Violeta rojizo
35	2-ciano-4-nitroanilina	8-gamma-hidroxi-propilamino-quinoleína	Violeta
36	2,4-dinitro-6-cloroanilina	8-gamma-hidroxi-propilamino-quinoleína	Azul rojizo

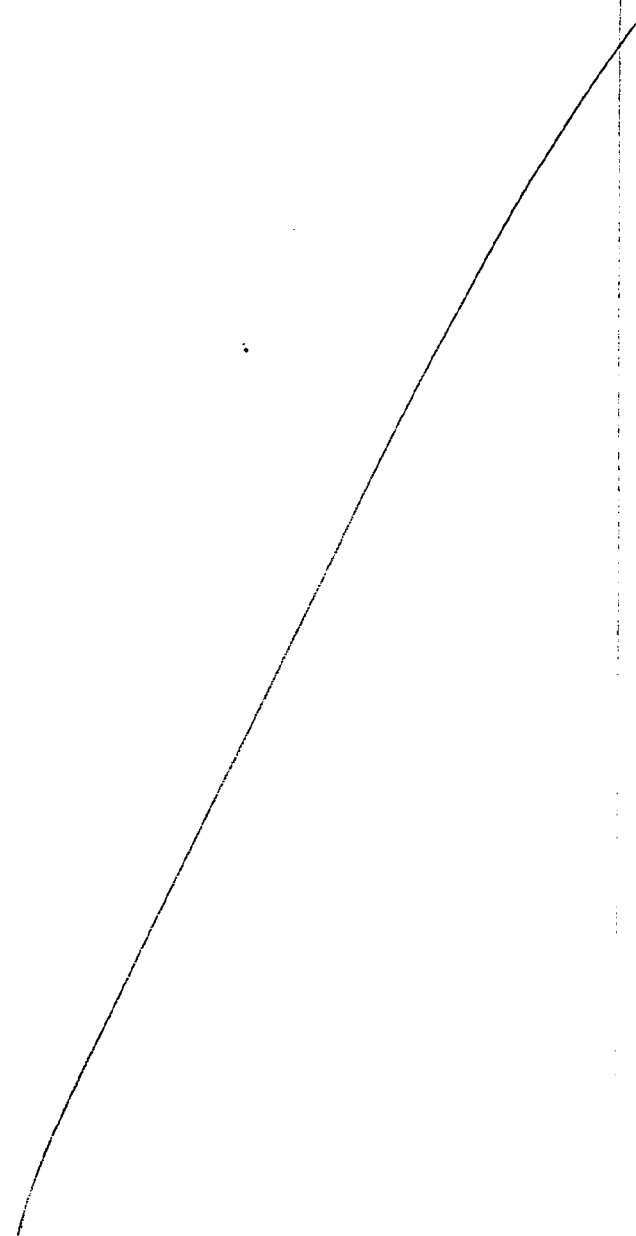
380603



20.5.70.

(Continuación)

Ejemplo número	Componente diazoico	Componente azoico	Tinción sobre fibras de poliéster
37	2-ciano-4-nitroanilina	8-n-bután-3-onilamino-quinoleína	Violeta rojizo
38	2,4-dinitro-6-cloroanilina	8-n-bután-3-onilamino-quinoleína	Violeta azulado
39	2-ciano-4-nitroanilina	8-beta-feniletilamino-quinoleína	Violeta



380603



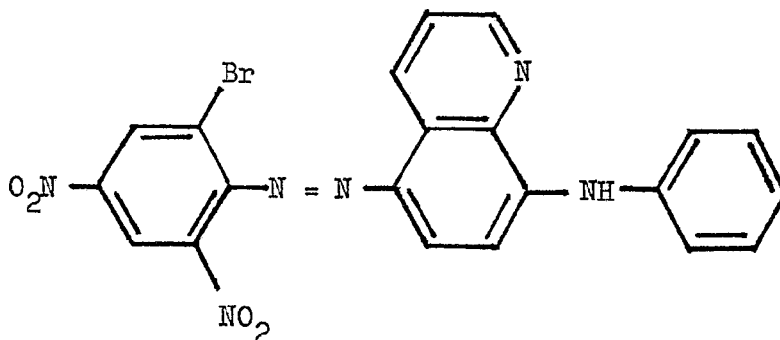


10

Ejemplo 40

Cuando se procede tal como se describe en el ejemplo 3, y se utiliza el colorante así obtenido de la fórmula

5



10

15

20

en un preparado acuoso que, además del colorante finamente dividido y un agente dispersante, contiene un agente espesador tal como por ejemplo carbometoxi celulosa y un acelerador de la fijación, según procedimientos usuales, para estampar materiales de fibra de poliéster, se obtienen estampaciones azul marino de color intenso con muy buenas solidez frente a la termofijación, al lavado, a la fricción y a la luz.

Ejemplo 41

Si en el Ejemplo 3, en lugar de las 262 partes en peso de 2,4-dinitro-6-bromoanilina, se utilizan 217,5 partes en peso de 2,4-dinitro-6-cloroanilina y se procede por lo demás tal como se describe en el Ejemplo 3, se obtienen 420 partes en peso del colorante citado en el ejemplo 7 de la fórmula

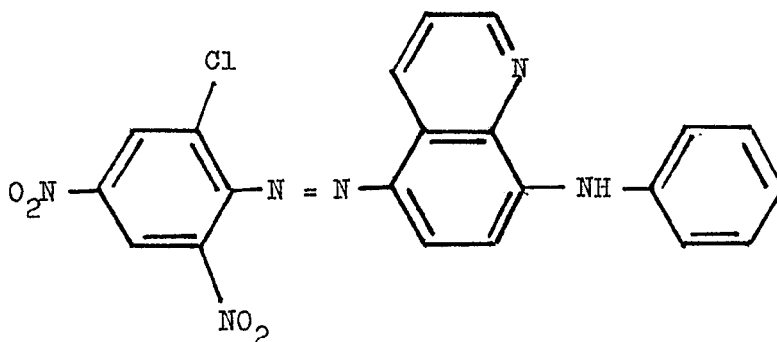
20.5.70.

380603



10

5



10 que, a partir de una solución en percloroetileno a la temperatura de ebullición, proporciona, sobre fibras de poliéster, tinciones azules de color intenso con muy buenas solidez frente a la termofijación y a la luz.

15 La presente solicitud que corresponde a la presentada en la República Federal Alemana, el 11 de Junio de 1.969, bajo el número P 19 29 573.9, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

20 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

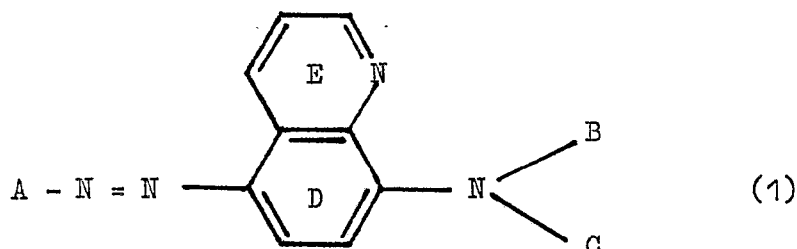
1.- Procedimiento para la preparación de colorantes monoazoicos insolubles en agua de la fórmula general (1)

25

20.5.70.

380603

10



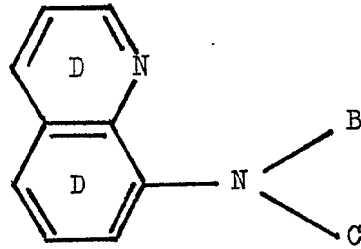
5 en la que A significa el radical de un componente diazoico de la serie del benceno o del naftaleno, B significa un átomo de hidrógeno o un radical alcohilo, que puede estar sustituido por átomos de halógeno y/o por grupos hidroxii, ciano, alcoxi, acilo, aciloxi o carboalcoxi, C significa un átomo de hidrógeno o un radical alcohilo inferior, un radical cicloalcohilo, aralcohilo o arilo, que están libres de grupos de ácido carboxílico o de grupos de ácido sulfónico, pero pueden estar sustituidos por átomos de halógeno y/o grupos hidroxii, ciano, alcoxi, acilo, aciloxi o carboalcoxi, y D y E, que están libres de grupos de ácido carboxílico y grupos de ácido sulfónico, pueden estar sustituidos por átomos de halógeno y/o grupos hidroxii, alcohilo, alcoxi o acilamino, caracterizado porque se diazotan aminas de la fórmula general (2)



18 en la que A tiene los significados precedentemente citados, y se combinan con componentes azoicos de la fórmula general (3)

20.5.70.

380603



(3)

en la que B, C, D y E tienen los significados precedentemente citados.

2.- Procedimiento para la preparación de colorantes monoazoicos.

5

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

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

Madrid,

10 JUN. 1970

P. A.

Alberto *(signature)*
Por Poder.

380603

G.D.S.
20.5.70.