

P.- 46.335

Dr. Ot/KU
HOE 69/F 334

SECCION	
CLASIFICACION	
CLASE	C09
SUBCLASE	B

386440



14 D

Memoria descriptiva

386440

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de FARBERWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT VORMALS
MEISTER LUCIUS & BRUNING

entidad / ~~nacionalidad~~ alemana

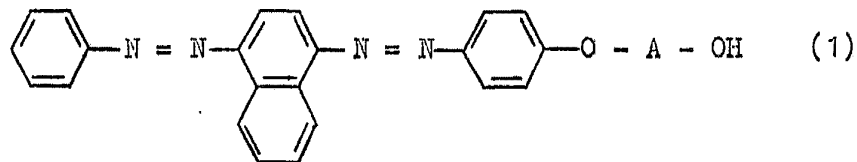
con domicilio en Frankfurt/Main, República Federal Alemana

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES
DISAZOICOS".- (Clase Internacional C09b).

Se ha encontrado que se obtienen nuevos colorantes disazoicos de la fórmula general



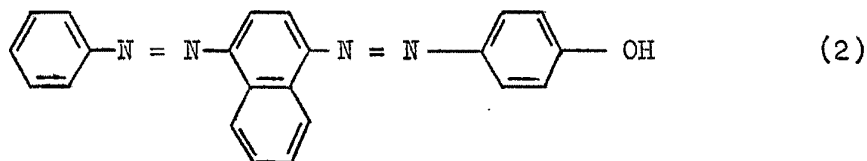
5



10

en que A significa un radical alcohileno con 2 hasta 5 átomos de carbono, que puede estar sustituido además por grupos alcohilo con 1 hasta 5 átomos de carbono, preferiblemente con 1 o con 2 átomos de carbono, haciendo reaccionar el colorante de la fórmula

15



20

con 1,2-epóxidos de la fórmula general



25

en que los radicales R significan átomos de hidrógeno y/o grupos alcohilo con 1 hasta 5 átomos de carbono, o con halogenuros de hidroxialcohilo de la fórmula general

30



17-11-70

386440

14 UH



en que A posee el significado antes citado y X representa un átomo de cloro, bromo o yodo.

5 El colorante de la fórmula (2) antes citada, utilizado como compuesto de partida, es conocido bajo la designación Disperse Orange 13 (véase Colour Index (1956), C.I. Nº 26.080). Ejemplos de 1,2-epóxidos, que se pueden utilizar en el presente procedimiento, son óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de s-dimetiletileno, óxido de s-metil-etil-etileno, óxido de trimetiletileno, óxido de tetrametil-etileno, óxido de isobutileno y óxido de isopropiletileno. A causa de su fácil accesibilidad se prefieren en general óxido de etileno y óxido de propileno. Ejemplos de halogenuros de hidroxialcoholo de la fórmula (4) anterior son beta-cloroetanol, 3-cloropropanol-(1), 5-cloropentanol-(1) y 6-bromo-hexanol-(2).

15 La reacción del compuesto de partida de la fórmula (2) con los compuestos de la fórmula (3) o los de la fórmula (4) tiene lugar bajo condiciones que son generalmente usuales en el caso de la reacción de fenoles con 1,2-epóxidos o con halogenuros de hidroxialcoholo.

20 El procedimiento de acuerdo con el invento se lleva a cabo convenientemente haciendo reaccionar el colorante de partida con el 1,2-epóxido o el halogenuro de hidroxialcoholo en una proporción molar entre aproximadamente 1:1 y 1:3. En general, se prefiere una proporción molar de aproximadamente 1:1,1 hasta 1:2. Como disolventes son apropiados sobre todo éteres de glicoles, tales como por ejemplo dietilénglicolmonoetiléter y dietilénglicoldimetiléter, así como dimetilformamida.

30 La reacción del colorante de la fórmula (2)

14 UN



con los 1,2-epóxidos se lleva a cabo preferiblemente en presencia de catalizadores alcalinos. En calidad de catalizadores son especialmente apropiados carbonatos alcalinos, tales como carbonato de sodio o de potasio, hidróxidos alcalinos tales como hidróxido de sodio y de potasio, así como intercambiadores de iones fuertemente básicos en la forma de hidróxido. Como catalizadores alcalinos se utilizan preferiblemente los citados intercambiadores de iones. Sin embargo, la reacción con los epóxidos se puede llevar a cabo también en presencia de catalizadores ácidos. Ejemplos de éstos son ácidos minerales, tales como ácido sulfúrico o ácido fosfórico, y ácidos sulfónicos, tales como ácido bencenosulfónico y ácido para-toluenosulfónico. La reacción con los epóxidos se lleva a cabo convenientemente a una temperatura entre aproximadamente 100 y 200°C.

Si en el presente procedimiento se utilizan halogenuros de hidroxialcoholo como participantes en la reacción, es conveniente llevar a cabo la reacción en presencia de un agente fijador de halogenuro de hidrógeno. Para esto entran en consideración sobre todo bicarbonatos, carbonatos e hidróxidos de metal alcalino y alcalino-térreo, tales como por ejemplo bicarbonato, carbonato o hidróxido de sodio. No obstante, se puede eliminar también el halogenuro de hidrógeno separado durante la reacción desde la mezcla de reacción, conduciendo durante la reacción un gas inerte, preferiblemente nitrógeno, a través de la mezcla de reacción. En esta forma de realización del procedimiento de acuerdo con el invento la reacción tiene lugar convenientemente a temperaturas entre aproximadamen-

14 UIC



te 50 y 200°C. Los yoduros de hidroxialcoholo son en general más capaces de reaccionar que los correspondientes cloruros y bromuros. Caso de que no estén disponibles para esto los yoduros de hidroxialcoholo, se puede proceder ventajosamente preparando éstos "in situ" durante la reacción a partir de los cloruros o bromuros por adición de yoduros alcalinos, sobre todo yoduro de potasio.

El tratamiento de la mezcla de reacción y la recuperación de los colorantes de acuerdo con el invento tienen lugar de manera de por sí usual.

Los colorantes de acuerdo con el invento son apropiados para teñir y estampar fibras textiles orgánicas sintéticas hidrófobas a partir de una dispersión acuosa, por ejemplo para teñir y estampar fibras de 2 $\frac{1}{2}$ -acetato de celulosa y fibras de triacetato de celulosa, pero especialmente para teñir ésteres de elevado peso molecular de ácidos policarboxílicos aromáticos con alcoholes polifuncionales, por ejemplo fibras de poli(tereftalato de etilén-glicol). No obstante, los colorantes pueden ser utilizados también para teñir fibras sintéticas de poliamida y fibras sintéticas de poliuretano. La tinción y estampación de los materiales textiles antes citados con los colorantes de acuerdo con el invento tiene lugar en este caso de manera de por sí conocida.

La tinción de fibras de poliéster con los nuevos colorantes a partir de una dispersión acuosa tiene lugar preferiblemente a temperaturas por encima de 100°C bajo presión. No obstante, la tinción se puede llevar a cabo también en el punto de ebullición del agua en presencia de vehículos, tales como por ejemplo fenilfenol,



compuestos de policlorobenceno o agentes auxiliares similares. Además, se obtienen tinciones intensas si se impregnan tejidos de telar o tejidos de punto a base de materiales de poliéster con suspensiones de los nuevos colorantes y luego se les somete a una corta acción de calor, por ejemplo a 180-210°C. Sobre fibras de poliéster se pueden producir tinciones naranjas de color intenso, muy sólidas frente a la humedad, a la sublimación, a los gases de escape y a la luz, que tienen un límite de saturación del color sobre la fibra muy bueno. Al teñir tejidos de telar mixtos a base de fibras de poliéster y de lana, los colorantes citados tiñen solo un poco la porción de lana, junto con un buen rendimiento de color sobre la porción de poliéster. La tinción de la porción de lana puede ser eliminada bien de nuevo mediante un lavado con agentes emulgentes o por tratamiento con agentes reductores.

Los colorantes de acuerdo con el invento tienen, en comparación con el colorante de partida, la ventaja de que son mejor apropiados para teñir cuerpos de enrollamiento, tales como por ejemplo bobinas cruzadas a base de fibras de poliéster o mezclas de fibras de poliéster y de lana texturizadas a partir de dispersiones acuosas. También, los colorantes de acuerdo con el invento reservan fibras vegetales y animales, especialmente lana o algodón, esencialmente mejor que el Disperse Orange 13. Además de ello, las tinciones producidas con los colorantes de acuerdo con el invento son más sólidas frente a la luz y a la sublimación, y su tono de color es esencialmente más transparente e intenso.

En los siguientes ejemplos las partes en

30

17-11-70

- 6 -

386440

14 DIC

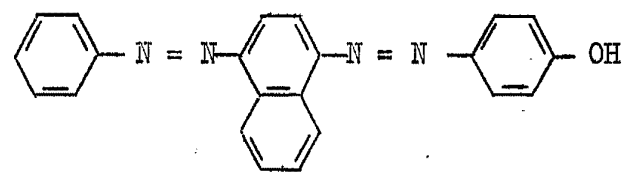


peso tienen con las partes en volumen la misma relación que el kilogramo con el litro.

5

Ejemplo 1. La reacción se ejecuta en un recipiente de varias bocas con agitador, termómetro interno, tubo de introducción de gas y refrigerador de reflujo, que es llenado preferiblemente con una salmuera de refrigeración a base de dióxido de carbono sólido y cloruro de metileno. En el recipiente, en 100 partes en volumen de dietilénglicol monoéter a 160°C, se disuelven 35,2 partes en peso del colorante de la fórmula

10



15

A la solución obtenida se añaden en primer lugar 2 partes en peso de un intercambiador de aniones fuertemente básico, por ejemplo [®]Lewatit M 600 AA, en su forma de hidróxido y luego, con ayuda de una corriente de nitrógeno gaseoso, se introducen 8,8 partes en peso de óxido de etileno a la temperatura indicada, regulándose la adición de óxido de etileno de tal modo que en el refrigerador se establece un ligero reflujo. Después de aproximadamente 1 hora, la reacción está prácticamente terminada. Se trabaja, separando por filtración primero el catalizador desde la solución de reacción todavía caliente y precipitando luego con agua el producto de reacción desde el filtrado. Se filtra con succión, se lava con agua hasta quedar libre de disolventes orgánicos.

20

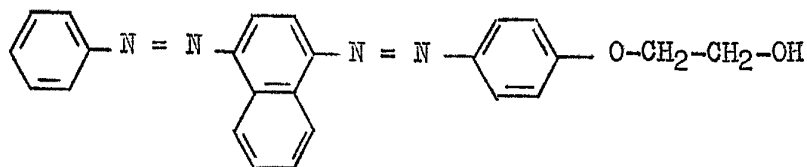
25

30



y se seca. Quedan 37,6 partes en peso (95% de la teoría) de un colorante, cuyos datos analíticos corresponden a la fórmula:

5



10

15

20

Una bobina cruzada a base de fibras de poli(tereftalato de etileno) y lana (55/45) con un peso de aproximadamente 500 partes en peso es teñida con circulación alternativa del baño, en un recipiente de presión, con un baño acuoso de 6000 partes en volumen, durante 1 hora a 106°C. El baño contiene 10 partes en peso del colorante preparado de acuerdo con el ejemplo anterior en forma dispersada y 2 partes en peso de un vehículo a base de orto-fenilfenol. El valor del pH asciende a 5,5. La bobina cruzada, después de la tinción y del lavado, no muestra ninguna segregación de color, a diferencia de las tinciones que se han obtenido según este procedimiento con el colorante de base Disperse-Orange 13.

25

30

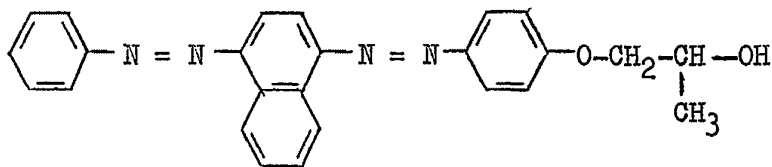
Ejemplo 2. Se procede de acuerdo con el Ejemplo 1, sólo que en lugar de 8,8 partes en peso de óxido de etileno se utilizan 11,6 partes en peso de óxido de propileno. También, en este caso se puede cambiar el refrigerador de hielo seco por un refrigerador a reflujo enfriado con agua. Después de la reacción se aislan 38,5 partes en peso (94% de la teoría) de un producto casi homogéneo, al cual con base en sus datos analíticos

corresponde la fórmula

14 U10



5



10

La asignación del grupo OH con el átomo de carbono beta tuvo lugar de modo análogo a las observaciones de A. R. Sexton y E. C. Britton (J. Am. Chem. Soc. 70, 3606 (1.948)). El colorante tiñe material de poliéster en tonos de color naranja.

15

Ejemplo 3. 17,6 partes en peso de colorante de partida son hechos reaccionar en 150 partes en volumen de dimetilformamida a 100°C, en presencia de 2,8 partes en peso de lentejuelas de hidróxido de potasio pulverizado con 5 partes en peso de 3-cloro-propanol-(1), durante 2 horas. Para terminar la reacción, se incorporan a continuación nuevamente 2,8 partes en peso de lentejuelas

20

de hidróxido de potasio pulverizadas y 5 partes en peso de 3-cloro-propanol-(1). Después que se hubo agitado durante 6 horas más a 100°C, la mezcla de reacción se mezcla con agua y se acidifica con ácido clorhídrico 5 N. El colorante precipitado es filtrado con succión, es lavado con agua hasta quedar libre de disolvente y neutro, y es secado. Se obtienen 19,5 partes en peso (95% de la teoría) de un producto casi homogéneo, cuya fórmula

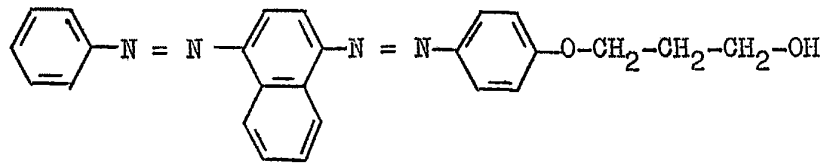
25

30

386440



14 Dic



5

es confirmada por los datos analíticos. El colorante tinte material textil a base de poli(tereftalato de etilén-glicol) en tonos de color naranja.

10

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en la República Federal Alemana, el 19 de Diciembre de 1.969, bajo el Nº P 19 63 674.9, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

15

REIVINDICACIONES

20

25

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 disazoicos de la fórmula general:

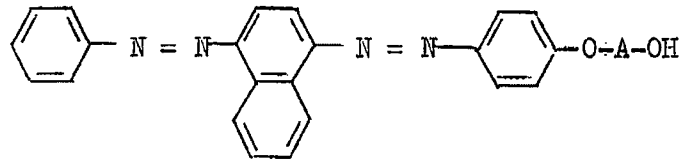
30

77-11-70

- 10 -

386440

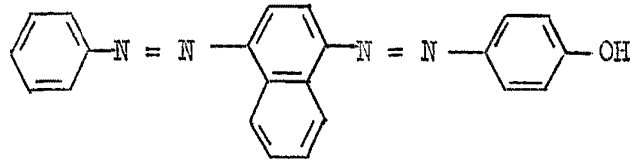
140



5

en que A significa un radical alcohileno con 2 a 5 átomos de carbono, que puede estar sustituido además por grupos alcohilo con 1 hasta 5 átomos de carbono, caracterizado porque se hace reaccionar el colorante de la fórmula

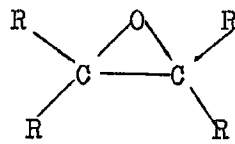
10



15

con 1,2-epóxidos de la fórmula general

20



en que los radicales R significan átomos de hidrógeno y/o grupos alcohilo con 1 hasta 5 átomos de carbono, o con halogenuros de hidroxialcohilo de la fórmula general

25



en que A posee el significado antes citado y X representa un átomo de cloro, bromo o yodo.

30

386440



2.- Procedimiento para la preparacion de colorantes disazoicos.

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

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

5
10
15
20
25

Madrid, 17 FEB. 1970

P.A.

30
12-2-71 RMM

386440