

400242



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

P - 50.147
Dr. WE/HL Hoe 71/F071

Memoria descriptiva

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de FARBWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT
VORMALS MEISTER LUCIUS & BRUNING

entidad alemana

con domicilio en Frankfurt/Main, República Federal
Alemana.

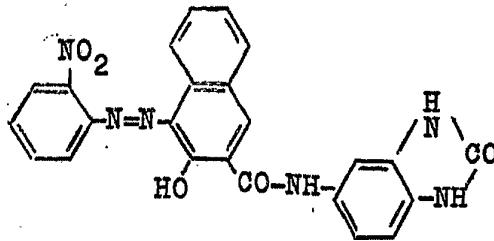
por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN
PIGMENTO MONOAZOICO" (Clase Internacional C09b)

400242



El presente invento concierne a un pigmento monoazoico de la fórmula

5



10 en su nueva modificación β , que está caracterizado por un espectro de difracción de rayos X por medio de radiación de $\text{Cu-K}\alpha$, que con ángulos de brillo de $3,7^\circ$, $4,5^\circ$, $13,1^\circ$ y $13,5^\circ$ tiene máximos de elevada intensidad y con $6,1^\circ$ y $8,2^\circ$ tiene máximos de intensidad media y con $6,4^\circ$, $7,3^\circ$,
15 $7,5^\circ$, $9,7^\circ$, $10,7^\circ$, $11,3^\circ$, $11,7^\circ$, $12,0^\circ$ y $14,1^\circ$ tiene máximos de pequeña intensidad con valores de tolerancia de $0,1^\circ$, así como también a un procedimiento para su preparación en el cual se somete de manera conocida a diazotación a 1-amino-2-nitrobenceno, se copula en presencia de un agente dispersante con la solución alcalina de 5-(2',3'-oxinaftoilamino)-bencimidazolona, se aísla el pigmento obtenido y a continuación se calienta en suspensión acuoso-alcohólica, que contiene una sal de una amina grasa con ácidos carboxílicos inferiores.

25

Se puede obtener la nueva modificación β sólo si

400242



se adoptan las dos medidas adicionales arriba indicadas, es decir es necesario tanto añadir durante la copulación un agente dispersante como también tratar ulteriormente el pigmento así obtenido por calentamiento en suspensión acuosa-alcohólica que contiene una sal de una amina grasa con ácidos carboxílicos inferiores. La sola adición de un agente dispersante proporciona un producto que muestra un espectro de difracción de rayos X todavía no característico, y sólo por el subsiguiente tratamiento térmico final se obtiene la nueva modificación β .

En calidad de agentes dispersantes entran en consideración alcohilsulfonatos y alcohilarilsulfonatos de cadena larga, tales como por ejemplo dodecylbencenosulfonato, sec-alcansulfonatos (Mersolate^R), diisopropilnaftalénsulfonato o diisobutilnaftalénsulfonato o dinaftilmetansulfonato así como también ésteres mixtos de ácido orto-fosfórico con poliglicoles (peso molecular entre 200 y 2000) y alcoholes grasos de cadena larga saturados o insaturados, que están oxetilados con 1 a 4 unidades de óxido de etileno, tales como por ejemplo los ésteres de ácido ortofosfórico, poliglicol (peso molecular 300) y el producto de reacción de un mol de óxido de alcoholeno y un mol de alcohol laurílico.

La diazotación de 1-amino-2-nitrobenceno se efectúa de acuerdo con procedimientos conocidos. La subsiguiente copulación se lleva a cabo añadiendo a la solución diazo

400242



ca la solución alcalina del componente de copulación, preferiblemente con tamponamiento. El pigmento bruto obtenido es aislado mediante filtración con succión o exprimiendo y a continuación es calentado en alcohol acuoso, por ejemplo en una suspensión acuosa al 10-90%, preferiblemente al 20-60%, de isopropanol, en presencia de una sal de una amina grasa de cadena larga con un ácido carboxílico inferior, a temperatura elevada, preferiblemente a 120-180°C. En calidad de sales de aminas grasas de cadena larga con ácidos carboxílicos inferiores entran en consideración por ejemplo los acetatos de laurilamina, estearilamina, oleilamina o aminas grasas de sebo.

Un colorante monoazoico de la fórmula arriba indicada se puede obtener también si se copula 5-(2',3'-oxinaftoilamino)-bencimidazolona con el 1-amino-2-nitrobenzene no citado en la memoria de patente alemana 1.217.008, columna 2, línea 36, y se trata ulteriormente el producto obtenido por subsiguiente calentamiento con alcohol acuoso. El colorante así obtenido - denominado en lo que sigue modificación α - muestra un espectro de difracción de rayos X por medio de radiación de Cu-K α , con máximos de elevada intensidad con 3,5°, 4,2° y 13,5°, máximos de intensidad media con 5,6°, 7,0°, 8,5° y 9,4° y máximos de pequeña intensidad con 10,1°, 10,6°, 10,9° y 12,1°. Este colorante posee en general buenas propiedades de solidez, pero mues-

400242



tra un matiz de color marrón turbio poco interesante en la técnica de los colores.

También en el caso de la utilización de otros componentes diazoicos que contienen grupos nitro conocidos de la memoria de patente alemana arriba citada, tales como por ejemplo el 1-amino-2-metoxi-5-nitro-benceno citado en el Ejemplo 4, el 1-amino-2-metil-4-nitrobenceno citado en los Ejemplos 5, 6, 7 y 11, y el 1-amino-2-nitro-4-acetaminobenceno, el 1-amino-2-metoxi-4-nitrobenceno, el 1-amino-2-metoxi-4-nitro-5-metilbenceno, el 1-amino-2,5-dimetoxi-4-nitrobenceno y el 1-amino-2-metoxi-3-metil-5-nitrobenceno, todos ellos citados en los Ejemplos de las tablas, se obtienen colorantes con un tono de color rojo azulado o burdeos turbio. Parecía por consiguiente que una propiedad general de componentes diazoicos que contienen grupos nitro era la de proporcionar pigmentos de color burdeos turbio por copulación con oxinaftoilamino-bencimidazolona.

Por lo tanto, resultó sorprendente que este colorante en su nueva modificación β tuviera un tono de color pardo neutro muy deseable. Este posee solidez sobresalientes, especialmente solidez frente a la luz, frente a las condiciones climáticas y frente a la emigración. Es estable frente al calor y estable frente a la influencia de productos químicos, tales como por ejemplo disolventes, ácidos y álcalis. Además de ello la nueva modificación β po-

400242

28 FEB 1972



see una mejor solidez frente a la descoloración a las temperaturas elevadas que la correspondiente modificación α .

El colorante de acuerdo con el invento puede ser utilizado para las más diferentes aplicaciones de pigmentos, por ejemplo para la producción de tintas de impresión o estampación, para la preparación de colores de barnices y colores para pinturas en dispersión o para teñir caucho, materiales sintéticos, resinas naturales y sintéticas. El colorante es apropiado además para la estampación con pigmento sobre un substrato, especialmente una fibra textil, así como sobre otras estructuras de forma plana, tales como por ejemplo papel. También se puede utilizar el colorante para otros fines de empleo, por ejemplo para teñir seda sintética de viscosa o éteres de celulosa o ésteres de celulosa, poliolefinas, poliamidas, poliuretanos, poli(tereftalatos de glicol) o poliacrilonitrilo en la masa de hilatura o para teñir papel.

Ejemplo 1.

18,3 partes en peso de 1-amino-2-nitrobenceno son diazotadas con utilización de 80 partes en volumen de ácido clorhídrico 5 N y 20 partes en volumen de solución 5 N de nitrito de sodio. Se clarifica la solución y se elimina con ácido amidosulfónico un eventual exceso de ácido nitroso. La solución de sal de diazonio es mezclada a 5°C con 50 partes en volumen de solución de acetato de sodio 4 N y con

400242



46 partes en volumen de una solución acuosa al 10% en peso de la sal sódica de ácido diisobutil-naftalensulfónico. Se ajusta con lejía de sosa diluida a un valor de pH de 4,0 y luego se deja afluir a 10°C, manteniendo constante el valor del pH ajustado, la solución de 35,8 partes en peso de la sal sódica de 5-(2',3'-oxinaftoilamino)-bencimidazolona bajo buena agitación, se agita posteriormente durante 2 horas a la temperatura ambiente y se calienta a 90-95°C durante 30 minutos por introducción de vapor de agua. Luego se filtra con succión en caliente y se lava con agua.

La torta de colorante húmeda obtenida es mezclada con 440 partes en volumen de isopropanol, 40 partes en volumen de una solución acuosa al 10% en peso de acetato de oleilamina y una cantidad de agua tal que en total se presentan 880 partes en volumen de disolvente y se agita durante 6 horas a 150°C en el autoclave. A continuación se filtra con succión, se lava a fondo con agua, se seca a 65°C y se reduce a tamaño de polvo. Se obtienen 47 partes en peso de un polvo de pigmento de color pardo, que en el diagrama de difracción de rayos X muestra los ángulos de brillo característicos de la fase β .

Si 5 partes en peso del pigmento de la fase β obtenido de acuerdo con este ejemplo se trituran con 95 partes en peso de una mezcla de barniz de secado en estufa, consistente en 40 partes en peso de resina alcídica de ri-

400242



5 cino, 20 partes en peso de una solución al 50% de resina de melamina en butanol, 32,5 partes en peso de xileno, 6 partes en peso de etilglicol y 1,5 partes en peso de éster butílico de ácido glicólico, para formar un barniz teñido de color pardo, se pulveriza éste sobre una chapa de aluminio y se seca en estufa durante 30 minutos a 140°C, se obtiene una tinción de color pardo con una excelente solidez frente al sobrepintado y excelente solidez frente a la luz y a las condiciones climáticas.

10 Ejemplo 2.

15 A partir de 18,3 partes en peso de 1-amino-2-nitrobenzeno se prepara de manera conocida la solución de sal de diazonio, se ajusta ésta, a 5 hasta 10°C, con una solución de acetato de sodio 4 N a un valor de pH de 4,0, y se mezcla con 40 partes en volumen de una solución acuosa al 10% en peso de un éster obtenido a partir de un mol de ácido ortofosfórico un mol de poliglicol (peso molecular 300) y el producto de reacción de un mol de óxido de etileno y un mol de alcohol laurílico. A 15°C se vierte luego, tal como se indica en el Ejemplo 1, la solución alcalina de 35,8 partes en peso de 5-(2',3'-oxinaftoilamino)-bencimidazolona, se calienta a continuación con vapor de agua a 90°C y se deja durante 30 minutos a esta temperatura. Luego se filtra con succión en caliente y se lava con agua. La torta de 25 filtración húmeda (232 partes en peso) es mezclada con 440

400242



partes en volumen de etanol, 80 partes en volumen de una so-
lución acuosa al 5% en peso de acetato de oleilamina y 160
partes en volumen de agua y se calienta durante 7 horas a
150°C. A continuación se filtra con succión, se lava con
5 agua, se seca a 65°C y se reduce a tamaño de polvo. De es-
te modo se obtienen 45 partes en peso de un pigmento de co-
lor pardo, que se corresponde en sus propiedades con el pig-
mento obtenido de acuerdo con el Ejemplo 1.

Si se mezclan en una amasadora de rodillos 67 par-
10 tes en peso de poli(cloruro de vinilo), 33 partes en peso
de ftalato de dioctilo, 2 partes en peso de un estabiliza-
dor orgánico de estaño y 0,1 partes en peso del pigmento
así obtenido durante 8 minutos a 130°C y se transforma en
una lámina, se obtiene una tinción de color pardo con buen
15 poder cubriente, excelente solidez frente a la luz y exce-
lente estabilidad frente a la emigración.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en
la República Federal Alemana, el 4 de Marzo de 1.971, bajo
el N° P 21 10 349.1, se acoge a los beneficios del artícu-
20 lo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

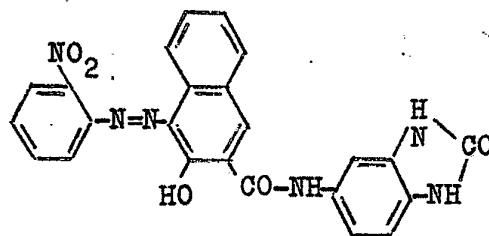
400242



REIVINDICACIONES

Los puntos de invención propia y nueva que se pre-
sentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de
Inventi3n, en Espa1a, por VEINTE a1os, son los siguientes:

1.- Pigmento monoazoico de la f3rmula

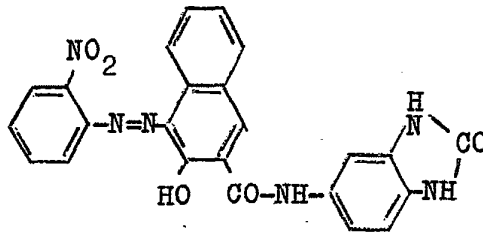


en su nueva modificaci3n β , caracterizado por un espectro
de difracci3n de rayos X mediante radiaci3n de Cu-K α , que
con 1ngulos de brillo de 3,7 $^{\circ}$, 4,5 $^{\circ}$, 13,1 $^{\circ}$ y 13,5 $^{\circ}$ tiene
m1ximos de elevada intensidad y con 6,1 $^{\circ}$ y 8,2 $^{\circ}$ tiene m1xi-
mos de intensidad media y con 6,4 $^{\circ}$, 7,3 $^{\circ}$, 7,5 $^{\circ}$, 9,7 $^{\circ}$,
10,7 $^{\circ}$, 11,3 $^{\circ}$, 11,7 $^{\circ}$, 12,0 $^{\circ}$ y 14,1 $^{\circ}$ tiene m1ximos de peque-
1a intensidad.

2.- Procedimiento para la preparaci3n de un pig-
mento monoazoico de la f3rmula

400242

28 FEB 1972



10 en su nueva modificación β , que tiene un espectro de difracción de rayos X mediante radiación de $\text{Cu-K}\alpha$ con máximos de elevada intensidad con ángulos de brillo de $3,7^\circ$, $4,5^\circ$, $13,1^\circ$ y $13,5^\circ$, máximos de intensidad media con ángulos de brillo de $6,1^\circ$ y $8,2^\circ$ y máximos de pequeña intensidad con ángulos de brillo de $6,4^\circ$, $7,3^\circ$, $7,5^\circ$, $9,7^\circ$, $10,7^\circ$, $11,3^\circ$, $11,7^\circ$, $12,0^\circ$ y $14,1^\circ$, caracterizado porque se somete a diazotación a 1-amino-2-nitrobenceno, se copula en presencia de un agente dispersante con la solución alcalina de 5-(2',3'-oxinaftoilamino)-bencimidazolona, se aísla el pigmento obtenido y a continuación se calienta en suspensión acuoso-alcohólica, que contiene una sal de una amina grasa de cadena larga con ácidos carboxílicos inferiores.

15 20 3.- Utilización del pigmento según la reivindicación 1, para teñir o estampar materiales sintéticos, resinas naturales y sintéticas, caucho, papel, seda de viscosa, ésteres de celulosa o éteres de celulosa, poliolefinas, poliuretanos, poliacrilonitrilo, o poli(tereftalatos de glicol), así como para la producción de tintas de impresión o

400242

28



estampación, colores para barnices o colores para pinturas en dispersión.

4.- Procedimiento para la preparación de un pigmento monoazoico.

5

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.

Madrid, 28 FEB. 1972
P.A.

Alberto de Eizaburu
Por Poderes

- 12 -

16.2.72
AMC/