



P.- 50.859

403780

403780

Dr. WE/Hi  
Hoe 71/F 142

MEMORIA DESCRIPTIVA

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE _____
SUBCLASE _____

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de FARBERWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT  
VORMALS MEISTER LUCIUS & BRÜNING

entidad alemana

Int. Cl. <sup>2</sup> : 009B

con domicilio en Frankfurt/Main, República Federal  
Alemana.

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORAN-  
TES MONOAZOICOS INSOLUBLES EN AGUA"  
(Clase Internacional 009b)

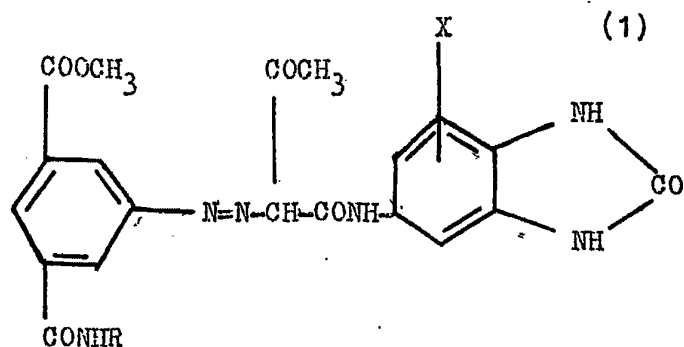
403780

13



El presente invento concierne a nuevos y valiosos colorantes monoazoicos solubles en agua de la fórmula general:

5

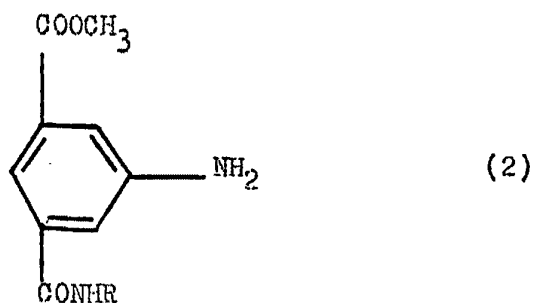


10

en que R significa un átomo de hidrógeno o un grupo alcohilo con 1 a 4 átomos de carbono y X significa un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, preferiblemente un átomo de cloro o de bromo, un grupo metilo o metoxi; así como a un procedimiento para su preparación, en el cual se copulan compuestos de diazonio de éster-amidas de ácido 5-amino-isoftálico de la fórmula general

15

20



25

5.5.72

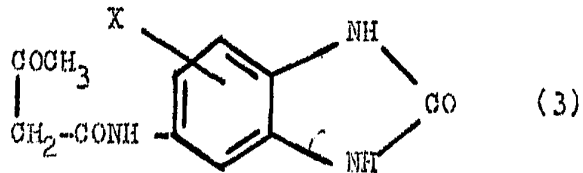
403780

13



con 5-acetoacetilamino-bencimidazolonas de la fórmula general.

5



10

en que R y X tienen los significados arriba indicados.

Los componentes diazolicos pueden ser preparados de acuerdo con métodos conocidos, haciendo reaccionar por ejemplo cloruro de mono(éster metílico) de ácido 5-nitro-isoftálico con amoníaco o con alcoholaminas con 1 a 4 átomos de carbono. Las mono(éster metílico)-amidas de ácido 5-nitro-isoftálico así obtenidas pueden ser transformadas luego, por ejemplo mediante hidrogenación catalítica, en las mono(éster metílico)-amidas de ácido 5-amino-isoftálico.

15

20

La preparación de colorantes de la fórmula general (1) se efectúa de acuerdo con procedimientos de por sí conocidos, por ejemplo por reunión de los compuestos de diazonio con los componentes de copulación en medio acuoso. En ciertas circunstancias puede ser útil en este caso utilizar una adición de agentes ten-

25

5.5.72

- 3 -

**POOR  
QUALITY**

403780

13



sioactivos, tales como por ejemplo agentes dispersantes no ionógenos, aniónicamente activos o catiónicamente activos. La diazotación y la copulación se pueden llevar a cabo también en presencia de disolventes orgánicos apropiados, tales como por ejemplo ácido acético glacial, alcohol, dioxano, tetrahidrofurano, formamida, dimetilformamida, dimetilsulfóxido o también piridina.

Para lograr la plena intensidad de color y una estructura cristalina especialmente favorable, es conveniente calentar durante algún tiempo la mezcla de copulación, por ejemplo ponerla en ebullición o mantenerla bajo presión a temperaturas por encima de 100°C, eventualmente en presencia de un disolvente orgánico, tal como etanol, orto-diclorobenceno o dimetilformamida o en presencia de jabón resínico. Se obtienen tinciones especialmente puras y sólidas con los colorantes de acuerdo con el invento si se somete a los colorantes, después de la copulación, en forma de torta comprimida húmeda o en forma de polvo seco, a un tratamiento ulterior con disolventes orgánicos, tales como piridina, dimetilformamida, alcohol, ácido acético glacial, dimetilsulfóxido, clorobenceno, diclorobenceno o nitrobenceno, a la temperatura de reflujo o bajo presión a temperatura elevada, o se realiza seguidamente una molienda de los colorantes con adición de agentes auxiliares de mo-

403780

13



lienda.

La preparación de los colorantes se puede efectuar también en presencia de un material de soporte, por ejemplo espato pesado.

5 Los nuevos colorantes constituyen pigmentos insolubles en agua. Son apropiados para la producción de tintas de impresión o estampación, barnices coloreados y colores para pinturas en dispersión, para teñir caucho, materiales sintéticos y resinas naturales o sintéticas. Los nuevos colorantes son apropiados además para la impresión o estampación con pigmento sobre substratos, especialmente materiales fibrosos textiles u otras estructuras de forma plana, tales como por ejemplo papel. Los colorantes pueden ser utilizados también para otros fines de utilización, por ejemplo en forma finamente dividida para teñir seda sintética de viscosa o éteres o ésteres de celulosa, poliamidas, poliuretanos, poli(tereftalato de glicol) o poliacrilonitrilo en la masa de hilatura, o para teñir papel.

15 20 Los colorantes pueden ser bien transformados en los medios citados. Las tinciones tienen buenas solidez frente a la luz, a las condiciones climáticas y a la emigración y son estables frente a acciones del calor y a la influencia de productos químicos, sobre todo disolventes.

5.5.72

403780

13



A partir de la memoria de patente belga  
723.012 y de la memoria de patente de los Estados Unidos  
3.555.002 ya son conocidos colorantes monoazoicos que  
también contienen 5-acetoacetilaminobencimidazolona en  
5 calidad de componente de copulación y que se diferencian  
de los colorantes del presente invento por otros compo-  
nentes diazoicos. En comparación con los colorantes co-  
nocidos de la citada memoria de patente de los Estados  
Unidos, por ejemplo el colorante monoazoico a base del  
10 componente diazoico diamida de ácido 5-amino-isoftálico  
y el componente de copulación 5-acetoacetilaminobenci-  
midazolona, los colorantes del presente invento se carac-  
terizan por una mejor solidez frente a la luz así como,  
en comparación con el colorante de la memoria de paten-  
15 te belga 723.012, por una mejor solidez frente a la luz.

Ejemplo 1

19,4 partes en peso de éster metílico-ami-  
da de ácido 5-aminoisoftálico son mezcladas con agitación  
durante aproximadamente una hora con 100 partes en volu-  
20 men de ácido clorhídrico 5 N y a continuación son dilui-  
das con 300 partes en volumen de agua. Se somete a dia-  
zotación a 0-5°C con 20 partes en volumen de solución 5  
N de nitrito de sodio, se clarifica con Kieselgur y se  
elimina un eventual exceso de ácido nitroso con algo de  
25 ácido amidosulfónico.

403780

13



Esta solución diazoica es vertida a aproximadamente 20°C bajo buena agitación a una suspensión en ácido acético del componente de copulación, la cual había sido preparada del siguiente modo:

5 A la temperatura ambiente se mezclan con agitación 24 partes en peso de 5-acetoacetilamino-bencimidazolona con 200 partes en volumen de agua y se disuelven por medio de adición de 60 partes en volumen de lejía de sosa 5 N. Esta solución es clarificada con carbón activo y después de esto es incorporada gota a gota en el espacio de aproximadamente 10 30 minutos en una solución que consiste en 300 partes en volumen de agua, 41 partes en volumen de ácido acético glacial y 80 partes en volumen de lejía de sosa 15 5 N.

La copulación está inmediatamente terminada. Se lleva a ebullición la mezcla de copulación, se filtra con succión, se lava a fondo con agua y se seca a 60°C. El pigmento amarill<sub>o</sub> obtenido es 20 pulverizado y calentado durante aproximadamente 3 horas a 145°C con 500 partes en volumen de dimetilformamida. A continuación se filtra con succión, se elimina la dimetilformamida por lavado con metanol y se 25 seca el colorante. Se obtiene un pigmento amarillo de grano blando, buena intensidad de color y tono de color

403780



puro. Incorporado en poli(cloruro de vinilo), en un barniz, en una tinta de impresión o en un color de pintura en dispersión, el colorante proporciona tinciones amarillas de elevada solidez frente a la luz, muy buena solidez frente al sobrepintado y una irreprochable solidez frente a la exudación en poli(cloruro de vinilo), al tiempo que posee muy buena estabilidad frente al calor.

Ejemplo 2.

10 19,4 partes en peso de éster metílico-amida de ácido 5-aminoisoftálico son mezcladas con agitación durante aproximadamente una hora con 100 partes en volumen de ácido clorhídrico 5 N y a continuación son diluidas con 300 partes en volumen de agua.

15 Se diazota a 0-5°C con 20 partes en volumen de solución 5 N de nitrato de sodio, se clarifica con Kieselgur y se elimina con un poco de ácido amidosulfónico un eventual exceso de ácido nitroso.

20 Esta solución diazoica se vierte a aproximadamente 20°C bajo buena agitación a una suspensión en ácido acético del componente de copulación, la cual es preparada del siguiente modo:

25 27,6 partes en peso de 5-acetoacetilamino-7-cloro-bencimidazolona son disueltas en 150 partes en volumen de lejía de sosa 2 N, y esta solución

403780

13 JUN. 1952



5 es mezclada con 400 partes en volumen de una solución de acetato de sodio 4 N. La solución es clarificada con carbón activo, se añaden 10 partes en volumen de una solución al 10% de un producto de reacción de aproximadamente 30 moles de óxido de etileno y 1 mol de alcohol olefínico, y se ajusta la solución por adición de 150 partes en volumen de un ácido acético 2 N a pH 5, siendo suspendido el componente de copulación.

10 La copulación está terminada con mucha rapidez. Se lleva a ebullición la mezcla de copulación, se filtra con succión, se lava a fondo con agua y se seca a 70°C. El pigmento amarillo obtenido puede ser mantenido a 115°C durante 5 horas en 450 partes en volumen de piridina y luego puede ser tratado  
15 ulteriormente tal como se describe en el Ejemplo 1.

El pigmento de color intenso obtenido de este modo proporciona tinciones amarillas con las mismas muy buenas solidez que el colorante descrito en el Ejemplo 1, pero el matiz es algo más verdoso.

20 Ejemplo 3.

20,8 partes en peso de éster metílico-N-metilamida de ácido 5-amino-isoftálico son diazotadas del modo indicado en el Ejemplo 1.

25 La suspensión del componente de copulación es preparada del siguiente modo:

5.5.72

403780

13 JUN



5 25 partes en peso de 7-metil-5-aceto-  
acetilamino-bencimidazolona son disueltas en una mez-  
cla de 200 partes en volumen de agua y 60 partes en  
volumen de lejía de sosa 10 N a 20-25°C. Después de  
la clarificación con carbón activo se precipita en el  
filtrado el componente de copulación a 10-15°C bajo  
agitación por medio de adición de 18 partes en volu-  
men de ácido acético glacial.

10 La copulación se efectúa también según  
los datos del Ejemplo 1.

15 El polvo de colorante seco es calenta-  
do a 140°C a continuación bajo presión, durante 6 ho-  
ras, con 500 partes en volumen de etanol. Después de  
filtrar con succión, lavar con agua y secar se obtie-  
ne un pigmento amarillo, que posee las mismas muy bue-  
nas propiedades de solidez que las del colorante des-  
crito en el Ejemplo 1.

Ejemplo 4.

20 24 partes en peso de éster metílico-N-  
butilamida de ácido 5-amino-isoftálico son diazotadas  
del modo indicado en el Ejemplo 1.

La suspensión del componente de copula-  
ción es preparada del siguiente modo:

25 27 partes en peso de 7-metoxi-5-acetoace-  
tilamino-bencimidazolona son disueltas en una mezcla de

403780



300 partes en volumen de agua y 60 partes en volumen de lejía de sosa 10 N a 20-25°C. Después de la clarificación con Kieselgur se precipita en el filtrado el componente de copulación a 10°C bajo agitación por medio de adición de 18 partes en volumen de ácido acético glacial.

La copulación se efectúa de modo correspondiente a los datos del Ejemplo 1.

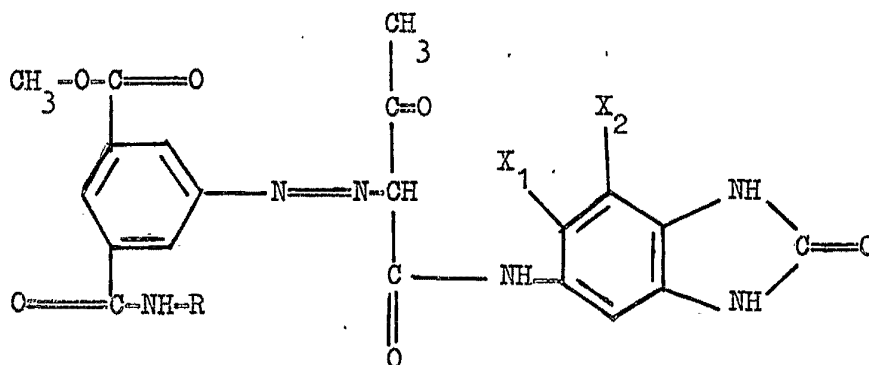
El polvo de colorante seco es calentado a continuación con 350 partes en volumen de ácido acético glacial durante 4 horas a 100-110°C. Después de filtrar con succión, lavar con metanol y agua, y secar, se obtiene un pigmento amarillo rojizo, cuyas tinciones tienen prácticamente las mismas muy buenas propiedades de solidez que las del colorante indicado en el Ejemplo 1.

La siguiente tabla contiene todavía un cierto número de otros colorantes, que se pueden obtener de manera análoga, así como también los tonos de color de estos colorantes.

# 403780



5



10

R	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	Tono de color
H	H	Br	Amarillo verdoso
H	Cl	H	Amarillo
H	CH <sub>3</sub>	H	Amarillo verdoso
H	OCH <sub>3</sub>	H	Amarillo
H	Br	H	Amarillo
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	H	Amarillo
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	Cl	Amarillo verdoso
CH <sub>3</sub>	H	Cl	Amarillo
CH <sub>3</sub>	Cl	H	Amarillo rojizo
CH <sub>3</sub>	H	Br	Amarillo
CH <sub>3</sub>	Br	H	Amarillo rojizo
CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	H	Amarillo rojizo
n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	H	Amarillo
i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	Cl	Amarillo
i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	Cl	H	Amarillo rojizo
i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	Br	Amarillo rojizo

20

403780



La presente solicitud, que corresponde a  
la presentada en la República Federal Alemana, el día  
18 de Junio de 1.971, bajo el Nº P 21 30 040.3, se acoge  
a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto  
5 sobre Propiedad Industrial.

10

REIVINDICACIONES

15

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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

20

1ª- Procedimiento para la preparación de  
colorantes monoazoicos insolubles en agua de la fórmula  
general

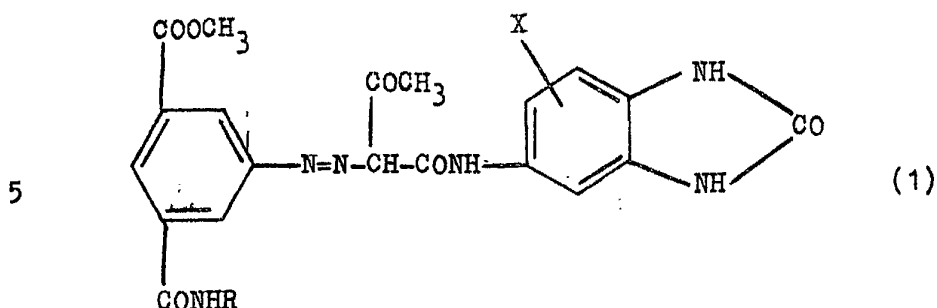
25

22-12-72

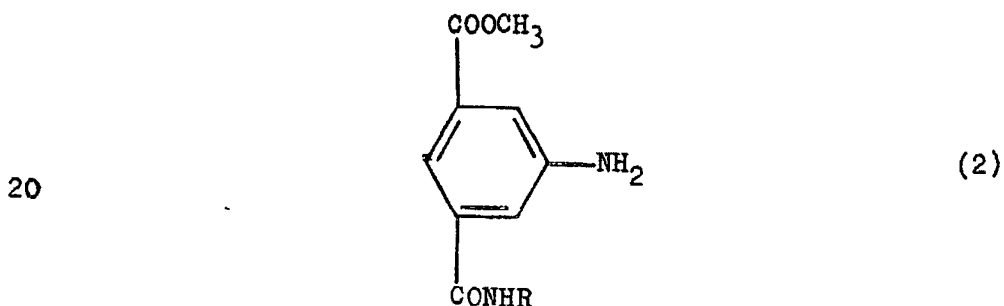
- 13 -

A large, handwritten scribble or signature in the bottom left corner of the page, consisting of several overlapping loops.

403780



10 en que R significa un átomo de hidrógeno o un grupo al-  
cohilo con 1 a 4 átomos de carbono y X significa un áto-  
mo de hidrógeno, un átomo de halógeno, preferiblemente  
un átomo de cloro o de bromo, un grupo metilo o un gru-  
po metoxi, caracterizado porque se copulan los compues-  
tos de diazonio de mono(éster metílico)-amidas de ácido  
15 5-amino-isoftálico de la fórmula general



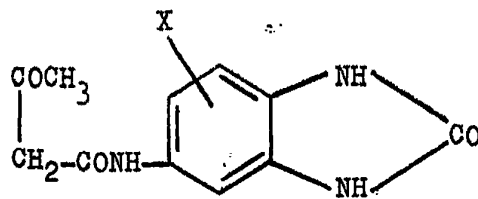
25 con 5-acetoacetilaminobencimidazolonas de la fórmula ge-  
neral

22-12-72

403780



5



(3)

en que R y X tienen los significados arriba indicados.

2º.- Procedimiento para la preparación de colorantes monoazoicos insolubles en agua.

10

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

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

15

11 ENE. 1973

Madrid,

P.A.

20

Alberto de Eizaburu  
Per Fodde

25

22-12-72

- 15 -