

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA
Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

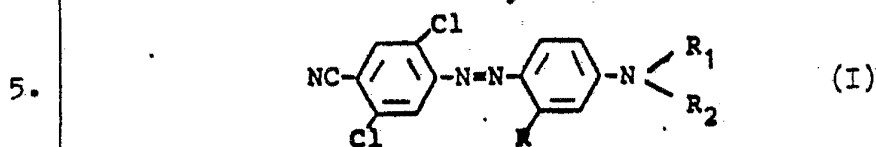
19 ES	21 NUMERO	476.047	20 A1
	22 FECHA DE PRESENTACION	15-12-78	

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

PATENTE DE INVENCION

46 PRIORIDADES: 51 NUMERO	52 FECHA	53 PAIS
P 27 56 331.1	17 de Diciembre 1.977	Alemania
47 FECHA DE PUBLICIDAD	61 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C 09 B	
64 TITULO DE LA INVENCION		
PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE AZOCOLORANTES		
71 SOLICITANTE (S)		
BAYER AKTIENGESELLSCHAFT		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana		
72 INVENTOR (ES)		
Gerhard Wolfrum		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
Don José Miguel Gómez-Acebo Pombo		

El objeto de la presente invención son azocolorantes de fórmula



en la que

R significa H, CH₃, C₂H₅, Cl, Br ó CF₃;

10. R₁ significa alquilo C₁-C₄; y

R₂ significa H, alquilo C₁-C₄, C₂H₄Cl, C₂H₄Br, C₂H₄F ó C₂H₄OCH₃ así como su aplicación para el estampado de estructuras de forma plana de materiales polímeros sintéticos o semisintéticos según el principio de estampado por transferencia.

15. Colorantes preferentes son aquellos de fórmula (I) en la que

R significa H, CH₃ ó Cl

R₁ significa C₂H₅; y

R₂ significa C₂H₅ ó C₂H₄Cl.

20. Los nuevos colorantes se obtienen en forma en si conocida, preferentemente mediante reacción de 2,5-dicloro-4-cianilinas diazotadas con componentes de copulación correspondientes tal como por ejemplo se describe en la DE-OS 25 000 71.

25. Otro objeto de la invención son tintas de estampado o bien pastas de estampado para el estampado por transferencia, los vehículos auxiliares estampados o bien impregnados con tales colorantes y los sustratos que han sido coloreados con tales colorantes según el principio de estampado por transferencia.

30. El procedimiento de estampado por transferencia es

conocido en general (ver por ejemplo Colour Index, 3ª Edición, Tomo 2, página 2480) y detallado por ejemplo en las memorias descriptivas las patentes francesas 1 223 330, 1 334 829 y 1 585 119).

5. Procedimientos de estampado particularmente adecuados para la preparación de vehículos auxiliares de papel estampados son el estampado por impresión y el estampado por película rotativa.

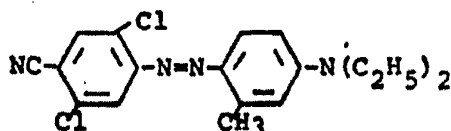
10. Estructuras de forma plana adecuadas son vellones, fieltros, pieles, folios y ante todo tejidos de poliamidas sintéticas y ante todo de poliésteres aromáticos y acetato de celulosa así como sus mezclas con algodón.

15. En el caso de los materiales fibrosos semisintéticos citados en último lugar así como en el caso de materiales fibrosos de fibras de celulosa pura, tal como algodón, es recomendable tratar el sustrato antes del estampado por transferencia propiamente dicho, con una sustancia reactiva hidrofobadora de las fibras, por ejemplo con resinas reactivas y/o agentes hinchadores de las fibras (ver DE-OS 24 18 519, 24 17 774, 20. 24 24 949, 24 36 783, 24 53 362, 24 58 660, 25 02 590, 26 16 993).

Según el procedimiento reivindicado se obtienen sobre los sustratos mencionados estampados fuertemente coloreados con buena resistencia al uso.

25. EJEMPLO 1

A) Se mezclaron 75 g del colorante de fórmula



5. con 50 g de un dispersante aniónico, por ejemplo un ligninsulfonato o un producto de condensación de ácido naftalenosulfónico y formaldehído, y 100 ml de agua y se transformaron en forma finamente dividida mediante molido en un molino de bolas durante 10 horas.

La dispersión así obtenida que contenía aproximadamente 30 % de colorante en bruto era estable al almacenaje.

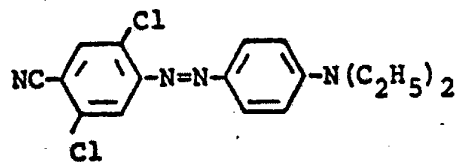
B) La dispersión acuosa obtenida según A) puede transformarse como sigue en una pasta de estampado.

10. 50 a 200 g se espesaron con 400 g de un espesante al 10 % de éter de harina de semillas de algarroba y 550 a 400 ml de agua.

15. C) Con esta pasta de estampado se estampa un papel mediante el procedimiento de estampado por impresión. Si se prensa este papel durante 15 a 60 segundos a una temperatura de 200°C con un textil de fibras de poliéster, se obtiene un estampado rojo claro.

EJEMPLO 2

20. A) Se amasan 50 g del colorante de fórmula



25. con 5 a 10 g de una mezcla de emulgente de nonilfenol etoxilado (4 a 12 moles de óxido de etileno) en agua. Se mezclan 10 g de etilcelulosa N 4 (Hercules Powder) y 30 a 40 partes de una resina de maleína, obtenida por condensación de colofonium con ácido maléico. Se amasa a una temperatura compren-

30.

dida entre 80 y 100°C aproximadamente durante 2 horas y a continuación se muele en un molino usual. Se obtiene un polvo de colorante de tamaño de partícula fino.

5. B) 200 g del polvo de colorante obtenido según A) se agregan, bajo agitación a una mezcla de

730 g de etanol

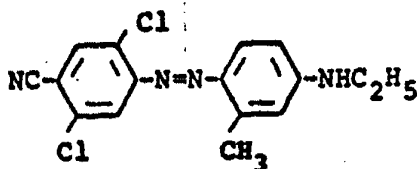
50 g de etilenglicol y

20 g de etilcelulosa N 22 (Hercules Powder).

10. C) Con la tinta de estampado así obtenida se puede estampar por el procedimiento de estampado por impresión. Con estos papeles estampados se pueden estampar, mediante el procedimiento de transferencia, textiles de acetato de celulosa, por ejemplo y se obtiene igualmente un estampado rojo claro.

EJEMPLO 3

15. Se dispersan finamente 75 g del colorante de fórmula



20. conjuntamente con 50 g de un producto de condensación de ácido naftaleno-sulfónico y formaldehído y 100 g de agua en un molino de bolas. La dispersión de colorante así obtenida se agita con un espesador constituido por:

21 partes de agua

7 partes de alcohol diacetónico

41,3 partes de Microdol (R) extra (carbonato de calcio y magnesio natural)

30. 0,2 partes de hexametafosfato de sodio

0,5 partes de producto de condensación de ácido nafenosulfónico/formaldehído

8 partes de Bentone (R) EW al 3 % (Quellton)

12 partes alginato acrílico DA (disolución al 50% de sal amónica de un poliacrilato en alcohol etílico acuoso al 33%. El poliacrilato es un copolimerizado de

60 de acrilato de etilo

25 de metacrilato de etilo

10. 15 de ácido acrílico).

Esta pasta de estampado se estampa con plantilla de estampado de tamiz o con plantilla redonda sobre un vehículo intermedio, preferentemente papel con un peso por metro cuadrado de aproximadamente 60 a 80 g/cm² y un valor Cobb₆₀ de aproximadamente 80. Se obtiene un estampado liso.

15.

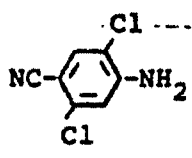
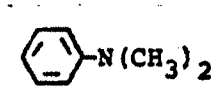
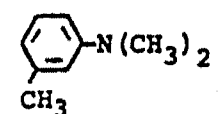
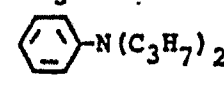
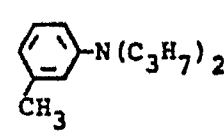
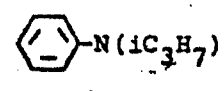
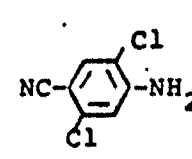
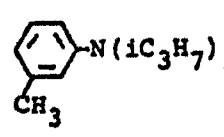
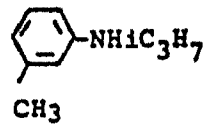
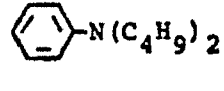
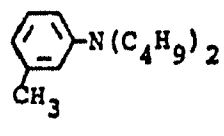
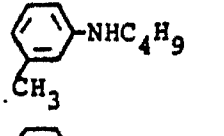
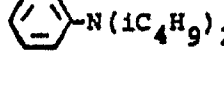
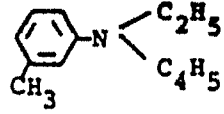
Con el papel así preparado se pueden estampar textiles de poliéster/algodón de tal forma que se pone el textil en contacto con el papel durante 15 a 60 segundos y se calienta a una temperatura comprendida entre 190 y 200°C.

20.

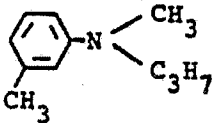
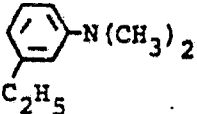
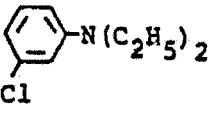
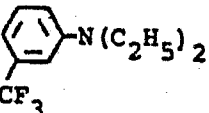
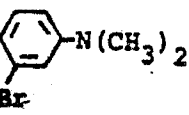
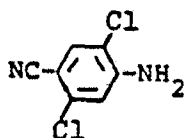
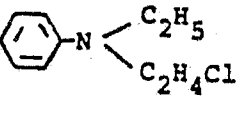
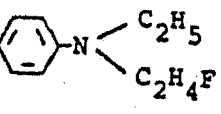
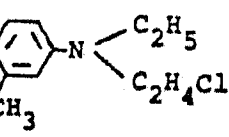
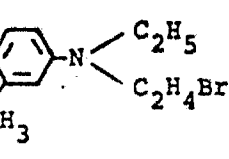
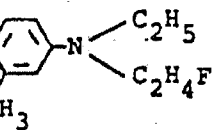
Se obtiene un estampado de transferencia rojo fuerte con buena resistencia al uso. Resultados similares se obtienen si se emplean aquellos colorantes de fórmula (I) que se obtienen mediante diazotación y copulación de los componentes indicados en la tabla siguiente:

25.

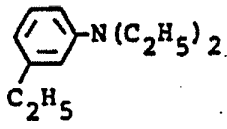
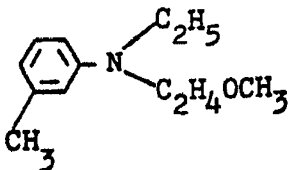
T a b l a

	Diazocomponente	Componente de copulación	
5.			
	4		
	5		
	6		
10.	7		
	8		
15.	9		
	10		
20.	11		
	12		
	13		
25.	14		
	15		
30.			

T a b l a (continuación)

	Diazocomponente	Componente de copulación	
5.	16	"	
	17	"	
10.	18	"	
	19	"	
15.	20	"	
	21		
20.	22	"	
	23	"	
25.	24	"	
	25	"	
30.			

T a b l a (continuación)

	Diazocomponente	Componente de copulación	
5.	26	"	
10.	27	"	

EJEMPLO DE OBTENCION

El colorante empleado en el ejemplo 1 se obtiene de la forma siguiente:

15. Se agregan 187 g de 2,5-dicloro-4-ciananilina bajo agitación y enfriamiento a 0°C en 1000 g de ácido sulfúrico concentrado. Se sigue agitando durante 1 hora más. A continuación se gotean a una temperatura comprendida entre 0 y 3°C bajo buena agitación, durante 1 hora, 315 g de ácido nitrosilsulfónico. Se agita durante 1 hora más y a continuación se vierte sobre 3000 g de hielo, al tiempo que se agita vigorosamente. El ácido nitroso en exceso se destruyó por ejemplo mediante ácido amidosulfónico. A la solución de sal de diazonio así obtenida se agrega la solución de 163 g de 25. 3-N,N-dietilaminotolueno en una mezcla de 300 ml de ácido clorhídrico concentrado y 3000 ml de agua.

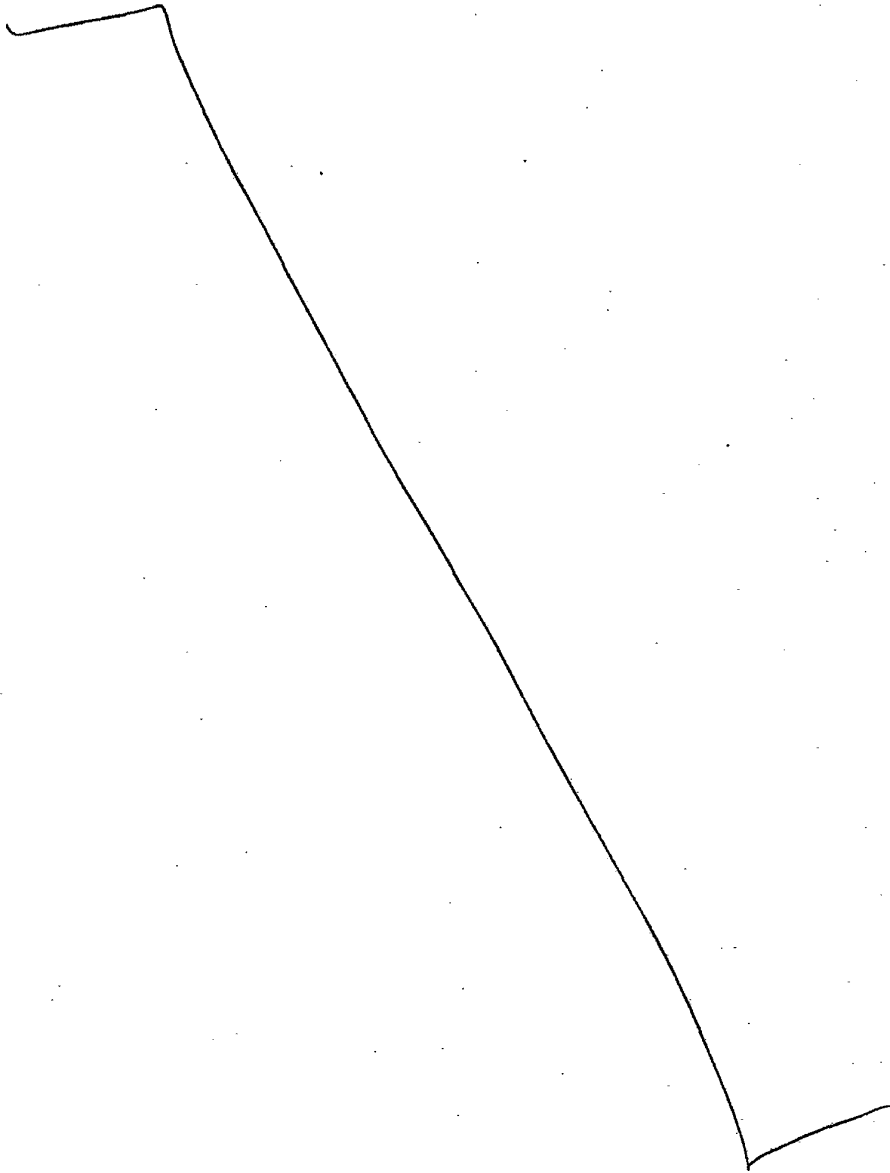
La copulación que se verifica inmediatamente se completa mediante goteo de NaOH concentrada hasta un valor del pH de 5. Mediante adición de hielo se mantiene durante este proceso la temperatura por debajo de 10°C. Tras finaliza-

30.

da la copulación se filtra el colorante por succión y se lava repetidas veces con agua. Se obtienen, tras el secado, 343 g de un polvo rojo.

5. 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.

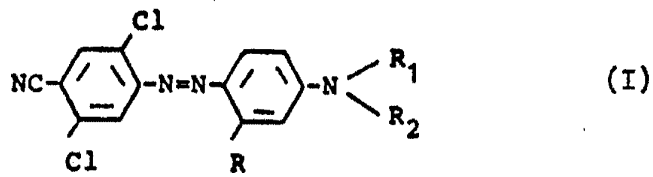
10.



REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la obtención de azocolorantes, de fórmula general:

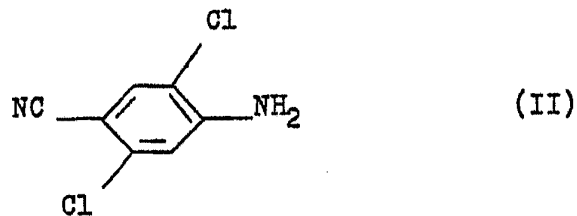
5.



10.

en la que R significa H, CH₃, C₂H₅, Cl, Br ó CF₃; R₁ significa alquilo C₁-C₄; y R₂ significa H, alquilo C₁-C₄, C₂H₄Cl, C₂H₄Br, C₂H₄F ó C₂H₄OCH₃, caracterizado porque comprende diazotar anilinas de fórmula general:

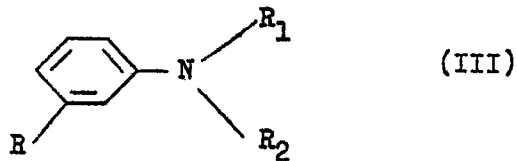
15.



20.

y copular el producto de diazotación con un compuesto de fórmula general:

25.



30.

en la que R, R₁ y R₂ tienen el significado anteriormente in-

MCE

dicado.

2.- Procedimiento para la obtención de azocolorantes, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

5. Esta Memoria consta de 11 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 4 ABR. 1970

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

J. M. GOMEZ DEBU Y FERNANDEZ
P. P. Firmado: Alejandro Calvo López

10.

mlc