

175726

P. 5334.
Case E-199. - No. 42818.-



1946

15 NOV. 1946

MEMORIA DESCRIPTIVA 175726

para solicitar

PATENTE DE INVENCION

en

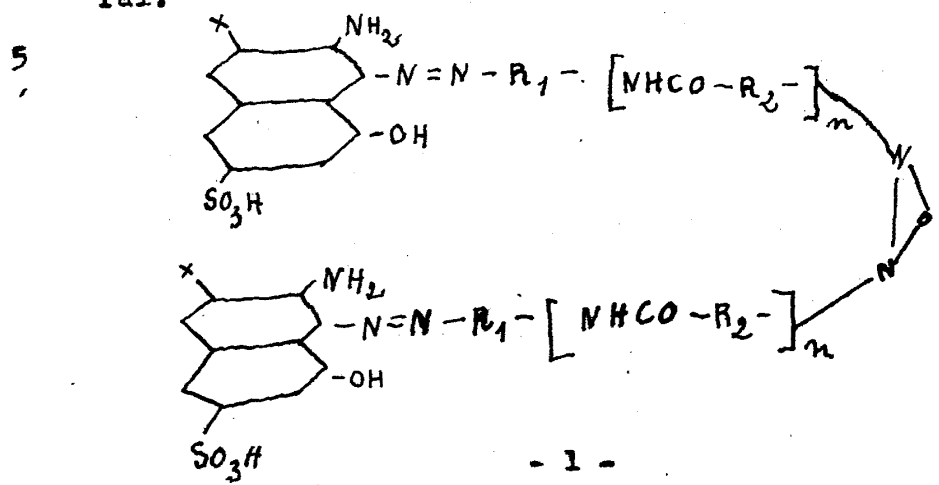
ESPAÑA

por VEINTE años

a nombre de GENERAL ANILINE & FILM CORPORATION, entidad norteamericana, establecida en 230 Park Avenue, Nueva York, Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO DE PREPARAR COLORANTES DISAZOICOS".

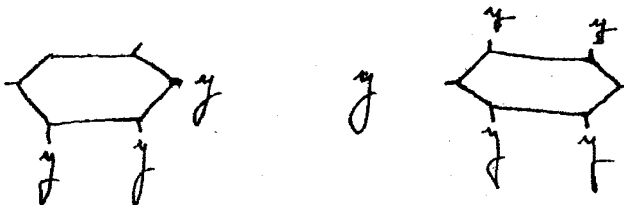
Este invento se refiere a nuevos tintes disazo, más especialmente a tintes disazo del tipo azoxi, que en estado libre puede representarse por la siguiente fórmula general.





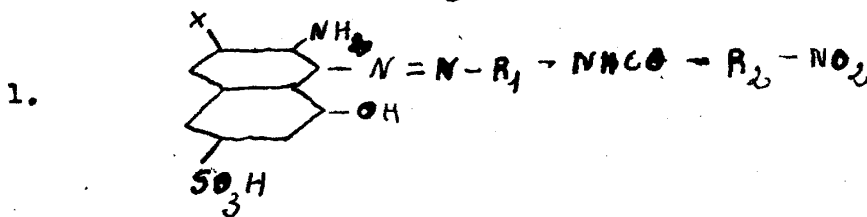
175726

donde x representa hidrógeno o el grupo de ácidos sulfónicos, R_1 representa radicales idénticos meta- o para-fenileno de la fórmula

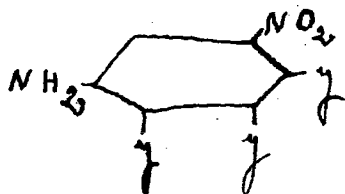


5 donde y representa un radical univalente que puede ser hidrógeno, alquilo, alcoxí, halógeno o el grupo de ácidos sulfónicos. Este último grupo puede ocurrir sólo una vez en cada uno de los radicales de fenileno R_1 y esto únicamente cuando un solo grupo de ácidos sulfónicos está presente en cada uno de los componentes de amino-naftol de la molécula de tinte, esto es, cuando x es hidrógeno. Así la suma de los grupos de ácidos sulfónicos en la molécula del tinte es siempre 4. R_2 representa idénticos radicales no sustituidos de meta- o para-fenileno y n puede ser 1 ó 2.

15 Nuestros nuevos tintes pueden prepararse por la simultánea reducción parcial y condensación, por ejemplo, por medio de levulosa en medio alcalino, de dos moles de un tinte nitro-moncazo de la fórmula general



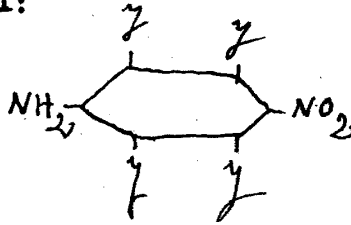
20 que puede prepararse acoplado en medio ácido una combinación diazotizada de m-nitro-aminobenceno de la fórmula general:



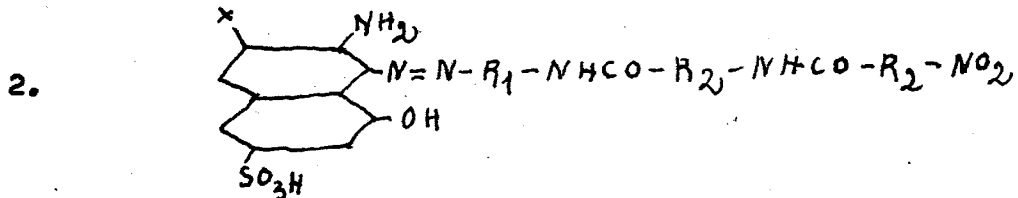


175726

o una combinación diazotizada de p-nitro-aminobenceno de la fórmula general:



5 con 1 mol. de ácido 2-amino-8-naftol-6-sulfónico o de ácido 2-amino-8-naftol-3,6-disulfónico, reduciendo el grupo nitro al grupo amino, condensando la combinación amino-azo resultante con 1 mol de cloruro m- o p-nitrobenzoilo; o de un tinte nitro-monoozo de la fórmula general:



10 que puede prepararse de igual manera, pero con la condensación de 1 mol. adicional de cloruro de p-nitrobenzoilo. Los radicales X , Y , R_1 y R_2 en cada ejemplo tienen la significación arriba mencionada.

15 Combinaciones de m- y p-nitro-aminobenceno, adecuadas para la preparación de los componentes diazo de los nuevos tintes son, por ejemplo, m-nitroanilina, p-nitroanilina, 4-cloro-m-nitroanilina, 2-cloro-p-nitroanilina, ácido 2-amino-5-nitrobenzeno-sulfónico, 4- o 5-nitro-o-toluidina, 5- o 6-nitro-m-toluidina, 2-nitro-p-toluidina, 4- o 5-nitro-20 o-anisidina, 5- o 6-nitro-m-anisidina, 2-nitro-p-anisidina etc.

Todas las operaciones anteriores para la preparación de tintes pueden realizarse de la manera conocida, sien-



175726

do notablemente llanas y con rendimiento prácticamente cuantitativo aquellas en que se emplean los intermedios de para-fenileno.

5 Los nuevos tintes son polvos rojizos que se disuelven en ácido sulfúrico concentrado con un color mate de naranja a rojo azul-pardusco. Tienen fibras vegetales de naranja brillante a rojo-azulado, con buenas propiedades de resistencia en general.

10 El invento se ilustrará más por los siguientes ejemplos específicos a los cuales, no obstante, no se limita. Las partes son de peso.

Ejemplo 1.

15 21.8 partes de ácido 2-amino-5-nitrobenceno-sulfónico, sal de sodio, se disuelven en 300 partes de agua y se diazetizan por medio de 27.5 partes de ácido clorhídrico (22° Bé) y 6.9 partes de nitrito sódico en la forma ordinaria. La solución diazo se añade luego a un lodo frío, finalmente dispersado y acidificado de 25 partes de ácido 2-amino-8-naftol-6-sulfónico en agua. La mezcla se agita hasta que
20 es completa la formación del tinte azo violeta. Añadiéndole sal, próximo al punto de saturación, se provoca la precipitación y el tinte se filtra.

25 La pasta del tinte nitro-monoazo se disuelve en 1.600 partes de agua a 55° C con ayuda de unas 6 partes de ceniza de sosa. Se añaden 70 partes de cristales de sulfuro sódico disueltos en agua y la temperatura se eleva lentamente a 60° C. Terminada la reducción, la mezcla presenta una solución roja. Saturando la mezcla con sal y neutralizando con ácido, el tinte amino-monoazo se precipita en for-



1946

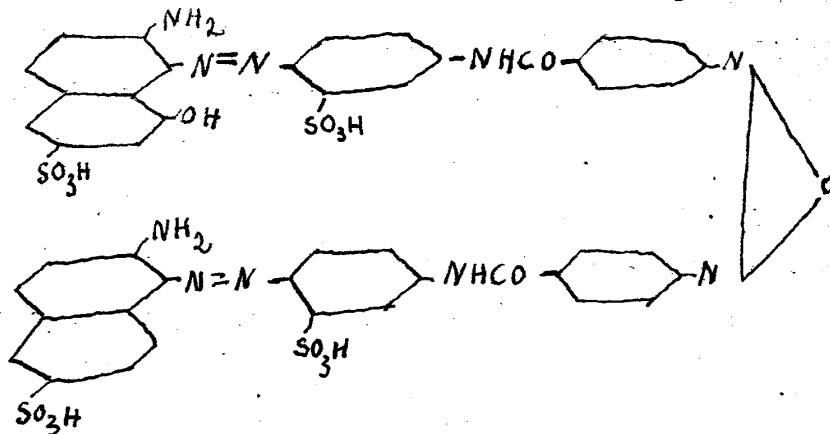
175726

ma arenosa fácilmente filtrable.

La pasta del tinte amino-monocazo se disuelve en 1.600 partes de agua a 50° C con ayuda de 8 partes de ceniza de sosa. Se añaden gradualmente 19.4 partes de cloruro de p-nitrobenzilo, disueltas en una pequeña cantidad de acetona o finamente molidas simultáneamente con unas 7 partes de cenizas de sosa, elevándose lentamente la temperatura de la mezcla hasta 75° C. para promover la condensación. Al cabo de dos horas la mezcla se filtra de pequeñas cantidades de residuo y el tinte precipita de ella añadiendo sal (20% del volumen de la mezcla) y filtrando.

La pasta del tinte nitro-benzoil-monocazo se vuelve a incorporar a 1.500 partes de agua formando un lodo y luego se añaden 32 partes de hidróxido sódico en solución acuosa al 40% y 40 partes de levulosa en solución en unas 400 partes de agua. La mezcla se calienta gradualmente a 55-60° C. Toma una forma muy viscosa. Después de enfriar a 25° C y de añadir sal (25% del volumen) el tinte se separa por filtración y se seca. Tiene la fórmula probable:

20



y tiñe el algodón de rojo-azulado brillante.

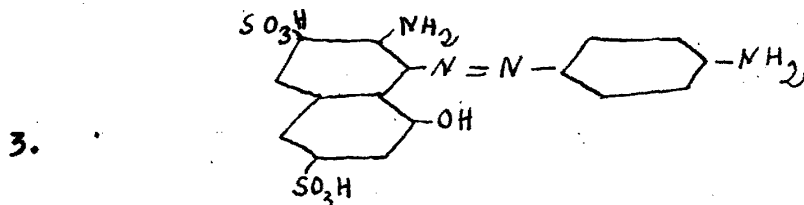


115120

Ejemplo 2.

13.8 partes de p-nitroanilina se diazotizan con una solución de 69 partes de nitrito sódico y 27.5 partes de ácido clorhídrico en la forma conocida. La solución diazo se agita en una suspensión de ácido 2-amino-8-naftol-3,6-disulfónico que se prepara disolviendo 319 partes del ácido en 275 partes de agua con ayuda de 5.5 partes de ceniza de sosa, vertiendo la solución en 13.8 partes de ácido clorhídrico (20° Bé) diluido con agua, con lo que se obtiene un lodo blanco grisáceo. A esta mezcla se añade gradualmente a gotas una solución acidificada al 20% de 275 partes de acetato sódico (anhidro) en agua. La solución rojo-azulada obtenida se agita hasta que el acoplamiento es completo. El tinte nitro-azo precipita por la adición de sal (20-25% calculado sobre el sólido del acoplamiento) y se filtra.

Con la pasta del tinte nitro-azo se hace un nuevo lodo en 2.000 partes de agua y se añaden 10 partes de ceniza de sosa. La solución se calienta a 35° C, se añaden 48 partes de cristales de sulfuro sódico disueltos en 250 partes de agua y se sigue calentando hasta que la temperatura llega a 45° C. Al cabo de 30 minutos la reducción es completa y el tinte de amino-azo de la fórmula probable:



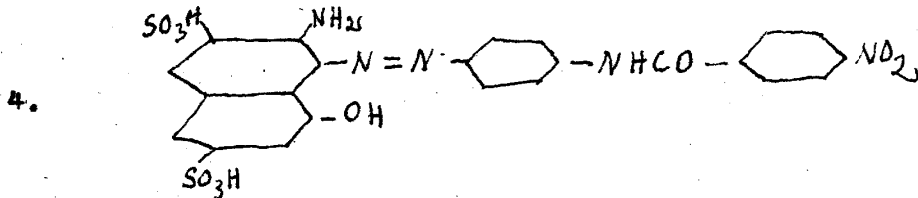
se separa enfriando la solución, acidificándola y filtrándola. La pasta del tinte de amino-azo se disuelve en 1.600



175120

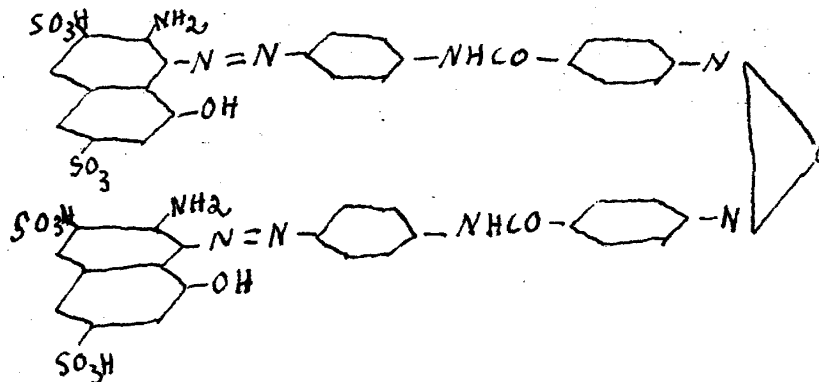
partes de agua a 50° C con ayuda de 8 partes de ceniza de so-
 sa. Se añaden gradualmente 19.4 partes de cloruro de p-nitro-
 benzóilo, disueltas en una pequeña cantidad de acetona o fi-
 namente molidas, simultáneamente con unas 7 partes de cenizas
 5 de sosa, y se eleva lentamente la temperatura de la mezcla pa-
 ra llegar a 75° C para promover la condensación. Al cabo de
 unas dos horas la mezcla se filtra de pequeñas cantidades de
 residuo.

El tinte de nitro-benzoil-monoazo de la probable
 10 fórmula:



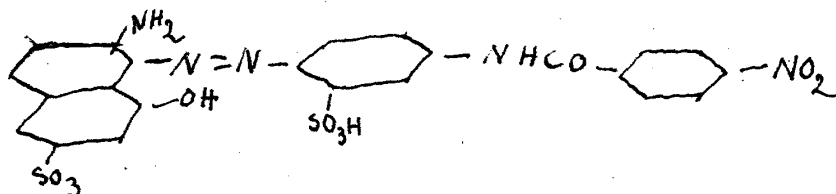
se precipita del filtrado añadiendo sal (20% del volumen del
 filtrado) y se filtra.

15 Siguiendo el procedimiento descrito en el último
 párrafo del ejemplo 1, este tinte nitro-monoazo puede conver-
 tirse en el tinte azoxi-disazo de la probable fórmula:



Ejemplo 3.

20 El tinte nitrobenzoil-monoazo





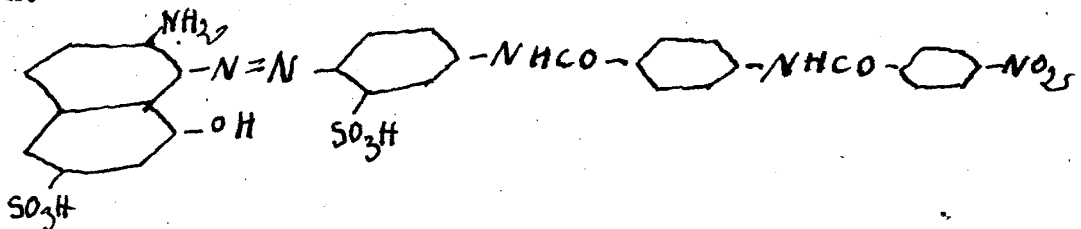
115/20

cuya preparación se describe en el ejemplo 1, en lugar de reducirse y condensarse al tinte azoxi-disazo se condensa con una segunda mol. de cloruro de p-nitrobenzoilo de la manera siguiente:

5 Lo mejor es saturar casi de sal la solución de este tinte nitrobenzoil-monoazo, según se obtiene por el procedimiento del ejemplo 1 para precipitar el tinte. Después de la filtración, con la pasta del tinte se vuelve a formar lodo en 700 partes de agua, se calienta a 80° C, y se añaden

10 16.4 partes de cloruro de p-nitrobenzoilo, disueltas en 10 partes de acetona, y luego se añaden gradualmente 8 partes de ceniza de sosa en solución acuosa. La mezcla, con agitación, se deja enfriar por un periodo de 4-5 horas, luego se calienta a 85° C para obtener solución, se filtra y al filtrado se le añade sal hasta casi al punto de saturación. El

15 tinte de la siguiente fórmula probable se separa por filtración:



20 El matiz del tinte ha cambiado ligeramente al azul. Muestra una gran afinidad con el algodón y también tiñe la lana, de modo que representa un buen tinte de unión.

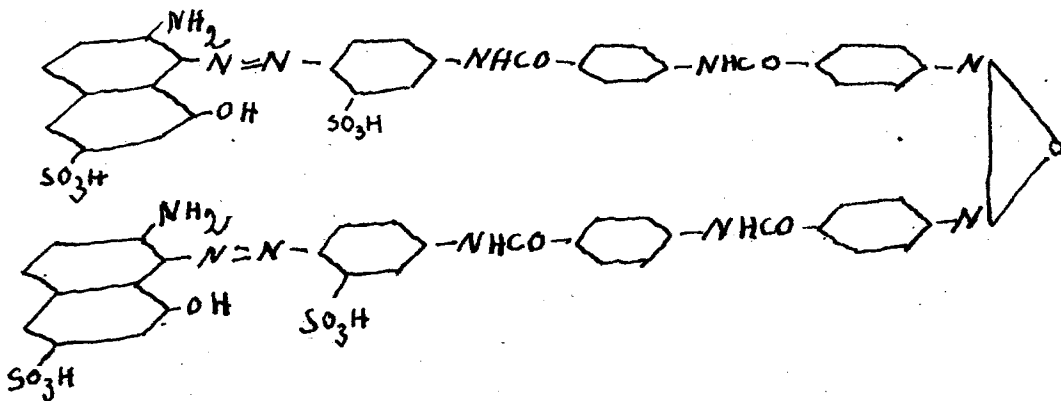
Ejemplo 4.

25 Con la pasta del tinte nitrobenzoil-monoazo según se obtiene en el ejemplo 3 se vuelve a formar un lodo con 200 partes de agua. Se añaden una solución acuosa de 24 partes de hidróxido sódico y 25 partes de levulosa disuelta en



175/20

agua y la temperatura aumenta gradualmente a 70° C. La masa se vuelve viscosa y se mantiene en este periodo durante dos horas por lo menos. Después de enfriar a 25° C, el tinte precipita completamente por la adición de 20-25% de sal (de volumen) y se filtra y se seca. Se obtiene un tinte de la siguiente constitución probable:



que tinte el algodón de un matiz rojo-azulado.

10 Como otras varias realizaciones del invento se les ocurrirán a los profesionales, no se desea que la finalidad de esta patente sea limitada salvo en lo requiere la técnica anterior.

15 Esta solicitud, que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, el 24 de Noviembre de 1945, bajo el Número 630.689, se acoge a los beneficios del artículo 51 del Estatuto vigente sobre Propiedad Industrial.

 ---- N O T A ----

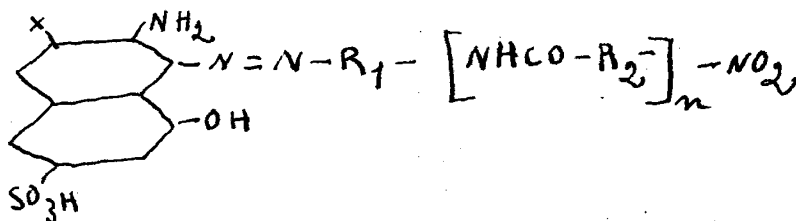
20 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, son los siguientes:



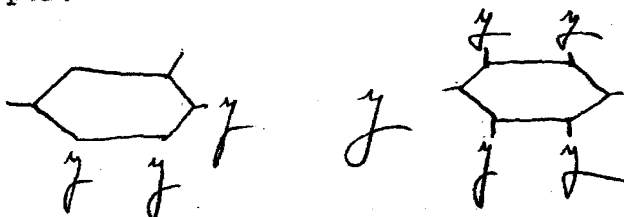
175720

15

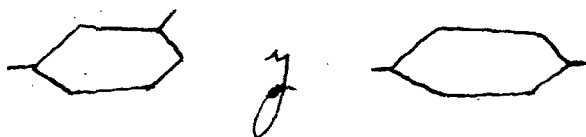
1º. Un procedimiento de preparar tintes disazo que tienen un enlace azoxi que comprende reducir parcialmente al periodo azoxi y condensar en la única operación en medio alcalino, dos moles de un tinte nitro-monoazo de la fórmula general:



donde x representa un radical seleccionado del grupo compuesto de hidrógeno y el grupo de ácidos sulfónicos, R_1 representa idénticos radicales de fenileno seleccionados del grupo compuesto por:



donde y representa un radical seleccionado del grupo compuesto por el hidrógeno, alkilo, alkoxi, halógeno y el grupo de ácidos sulfónicos, siendo y una vez sola el grupo de ácidos sulfónicos y sólo cuando x es hidrógeno; R_2 representa idénticos radicales de fenileno seleccionados del grupo compuesto de



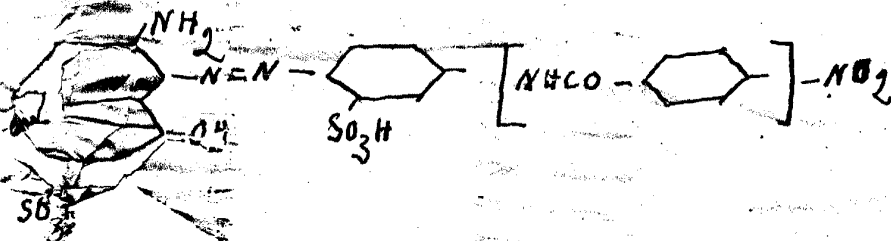
y n es 1 ó 2.

2º. Un procedimiento según se reivindica en el



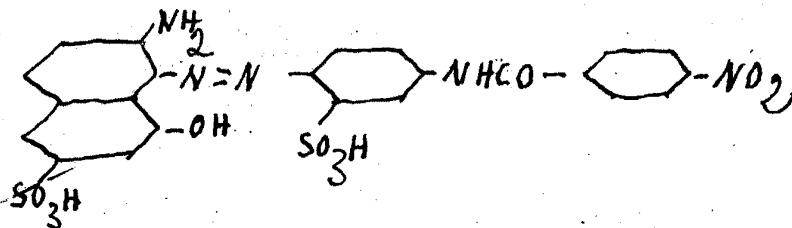
175/20

punto 1º., en el cual el tinte nitro-monoazo de partida es de la fórmula general:



donde n es 1 ó 2

5 3. Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º., en el cual el tinte de partida nitro-monoazo tiene la fórmula:



10 4. Un procedimiento de preparar colorantes diazoicos.

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

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

Madrid a 15 NOV. 1946

P. A.

RICARDO DE LIZASOLA
Por Poder