

324246

PATENTE DE INVENCION

Ref: Le A 9324-Sp.



324246

Memoria Descriptiva

sobre

"Procedimiento para aislar colorantes azoicos, solubles en agua, que contienen radicales ácido sulfónicos".

=====

Solicitante: FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

=====

La elaboración de los colorantes azoicos solubles en agua, desde el momento de su terminación hasta el producto final listo para su venta, pasa a través de varias etapas. Primeramente se precipita el

5. colorante del medio, en la mayoría de los casos acuo-



- so, en el cual se obtiene después de su fabricación, mediante la adición de una cantidad de sal determinada. Según el grado de solubilidad del colorante a separar puede variar ampliamente la cantidad de sal necesaria.
5. Así se puede prescindir, por ej. en los colorantes de difícil solubilidad, totalmente de una adición de sal. Una vez efectuada la separación o precipitación se separan las suspensiones de colorantes así obtenidas, en aparatos adecuados tales como prensas de filtro, filtros rotativos o filtros de vacío, etc., de sus lejífas madre.
10. Se obtienen pastas de colorante que tienen un grado de humedad variable. Las lejífas madre o líquidos de filtrado, que se obtienen simultáneamente en este procedimiento, contienen aún en muchos casos cantidades considerables de productos secundarios orgánicos teñidos y sales inorgánicas.
15. Según las nuevas Leyes para mantener limpias las aguas residuales en los desagües, estos líquidos residuales no se pueden evacuar de la fábrica de colorantes en su estado original. La limpieza o elaboración de estas aguas residuales representa en muchos casos un problema técnico, aún sin resolver, cuya resolución puede ser muy costosa.
- 20.

- Los colorantes que se obtienen en forma de pastas se someten ahora a un secado y para lo cual se emplean los grupos más distintos, tales como cilindros calentados por vapor, armarios con aire en circulación o armarios de vacío. Después del secado se han de someter los colorantes a un proceso de molturación y mezclado para hacerlos más finos y obtenerlos en forma de polvos embalables y para hacer posible la fabricación de un tipo
- 25.
- 30.



standard, es decir, de un producto para la venta, que se obtenga siempre con igual fuerza colorante e igual tonalidad de color. Para esta finalidad se precisan de aditivos en forma de materiales de carga, tales como

5. sal, dextrina, fosfatos etc. así como otros colorantes (colorantes de tonalidad) en reducidas cantidades. Estos le dan al producto final la tonalidad de color deseada y la fuerza exigida. Todos estos procesos, tales como el aislamiento del colorante de su solución acuosa,

10. secado y mezcla y molturación exigen mucho tiempo y precisan de un volumen de trabajo bastante considerable que, además, va ligado a molestias fisiológicamente muy indeseables (suciedad y polvo).

Se ha descubierto ahora que se pueden suprimir

15. ventajosamente los procesos de la separación del colorante de sus soluciones de formación, del secado en los grupos arriba descritos, que implican mucho trabajo, y, en caso dado, también del proceso de mezcla y molturación, si las suspensiones o soluciones de los colorantes acuosos, que se obtienen en la fabricación de los

20. colorantes azoicos solubles en agua, que contienen radicales ácido sulfónico, se someten sin aislamiento previo de los colorantes directamente a un secado por pulverización. Se obtiene así inmediatamente un producto

25. final listo para la venta, si la tonalidad de color deseada y la intensidad de color buscada se ajusta, mediante adiciones correspondientes, tales como colorantes de tonalidad, sal común, dextrina, fosfatos y similares, ya en el recipiente de reacción en el cual se obtiene el

30. colorante. Después de la eventual adición de tales aditi-

324246

- 4 -



vos se alimenta la suspensión o solución del colorante, a través de una tubería, al secador por pulverización. Los secadores de rociado con pulverización a presión dan aquí un colorante seco en forma de un granulado pobre en polvo, que en su manejo y en muchos casos también en su comportamiento teñidor es superior a la forma en polvo hasta ahora usual. En muchos casos se logra también una mejor solubilidad de los colorantes.

El procedimiento de la presente invención ofrece además la ventaja de que, debido a la más amplia automatización, en comparación con los procedimientos tradicionales para el aislamiento de los colorantes, resulta considerablemente menos trabajoso. Por lo demás representa una solución ideal al problema, cada vez más agudo de las aguas residuales, ya que no es necesario evacuar las aguas residuales de la reacción de copulación.

La comprobación de que un procedimiento de esta clase se puede aplicar en la fabricación técnica de los colorantes azoicos solubles en agua es extraordinariamente sorprendente, ya que era de suponer, y hasta ahora también se partía de esta base, de que los productos secundarios que se forman en la fabricación de colorantes, que en el modo de trabajo tradicional se separaban del colorante precipitado en el filtrado (lejía madre o aguas residuales), influenciaban en forma desfavorable las calidades o bien las propiedades de teñido del colorante final. Se ha demostrado ahora, sin embargo, que esta disminución de la calidad, contrario a lo esperado, por lo general no se presenta o solo en una escala subordinada.

Del procedimiento según la presente invención queda

324246



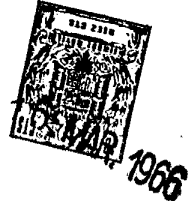
- excluido el aislamiento de los colorantes Negro ¹⁹⁶⁶amente PV y P2B (Colour Index, segunda edición, nº 16500 y 16505) y CI Acid Black 94 (Colour Index, segunda edición, Suplemento 1963, nº 30336) y CI Acid Black 69 (Colour Index), segunda edición, nº 30260). Por lo demás, se pueden aislar según el procedimiento de la presente invención cualesquiera colorantes azoicos solubles en agua que contengan radicales ácido sulfónicos, tanto los colorantes mono azoicos como también los poliazoicos, tales como los colorantes dis- y tris-azoicos. Los colorantes azoicos pueden estar libres de metales o ser también metalosos; entre los metalosos especialmente los compuestos complejos de cobre, cromo y cobalto, así como los complejos de cromo como complejos 1:1 ó 1:2. Los colorantes azoicos a aislar según la presente invención pueden ser también colorantes reactivos, así por ejemplo representar aquellos colorantes azoicos, que contienen radicales ácido sulfónico, que muestran un radical de halógeno-triazinilamino, halógenodiazinilamino, tal como halógeno-pirimidinilamino, dicloroquinoxalin-carbonilamino, clorobenz-tiazolcarbonilo y -sulfonilamino u otros radicales reactivos conocidos.

Ejemplo 1

- La solución alcalina del colorante que se obtiene después de terminar el colorante trisazoico CI Direct Black 38 (Colour Index, segunda edición, nº 30235) se com- prueba, mediante la toma de una muestra, en su fuerza de color y tonalidad. De acuerdo con el resultado de esta comprobación se agregan las cantidades de material de carga y colorantes de tonalidad necesarias en caso dado para lograr la fuerza de color y la tonalidad. Se agita

324246

- 6 -



- durante aprox. una hora y la suspensión o solución del colorante se conduce a un secador por pulverización. El secado se efectúa según las prescripciones usuales para estos aparatos. Si se efectúa bajo una presión de aprox.
5. 15 - 20 atm. se obtiene el polvo de colorante, listo para su venta, en forma de un granulado que es pobre en polvo y que es tanto en esto como también por su muy buena solubilidad en agua, superior al colorante aislado según los procedimientos tradicionales.
10. Ejemplo 2
- El colorante trisazoico CI Direct Black 4 (Colour Index, segunda edición, nº 30245) se fabrica en la forma usual. La solución alcalina del colorante final obtenido se comprueba mediante toma de una prueba en su tonalidad e intensidad de color y, a continuación, se ajusta al tipo de venta unificado mediante la adición de determinadas cantidades de material de carga y colorantes de tonalidad. Después se alimenta la solución a un secador pulverizador, que suministra el colorante listo para su venta.
15. Este último se caracteriza por una mejor solubilidad, en comparación con el colorante aislado según los procedimientos tradicionales. Como modificación de este procedimiento se puede alimentar la solución o suspensión del colorante terminado directamente al secador por pulverización y efectuar el ajuste al tipo normalizado con materiales de carga y colorantes de tonalidad, con el colorante seco en un tambor mezclador.
- 20.
- 25.

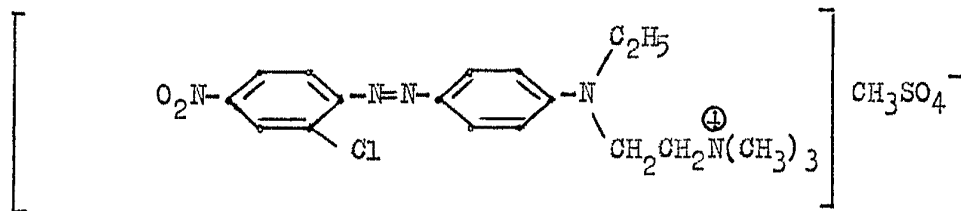
Ejemplo 3

- Análogo al procedimiento descrito en los ejemplos
30. 1 y 2 se pueden aislar también los colorantes siguientes:



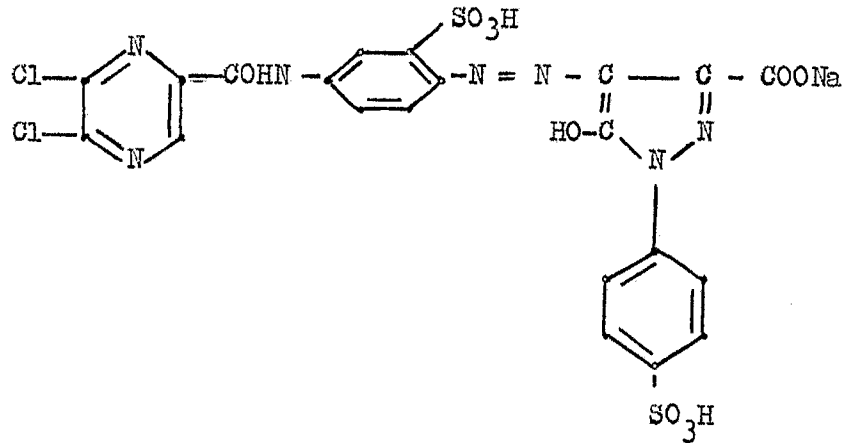
CI Direct Black 77	Colour Index, seg. ed. No. 27 700
CI Mordant Black 11	" " " " No. 14 645
CI Acid Black 1	" " " " No. 20 470
CI Direct Green 1	" " " " No. 30 280
CI Acid Black 24	" " " " No. 26 370
CI Direct Brown 95	" " " " No. 30 145
CI Direct Red 23	" " " " No. 29 160
CI Mordant Brown 15	" " " " No. 14 870
CI Direct Black 19	" " " " No. 35 255
CI Direct Tellow 50	" " " " No. 29 025
CI Direct Blue 158	" " " " No. 24 555
CI Acid Red 73	" " " " No. 27 290
CI Direct Brown 106	" " " " No. 36 200
CI Direct Red 28	" " " " No. 22 120
CI Direct Blue 6	" " " " No. 22 610
CI Direct Blue 2	" " " " No. 22 590
CI Direct Black 22	" " " " No. 35 435
CI Direct Black 32	" " " " No. 35 440
CI Acid Blue 117	" " " " No. 17 055
CI Direct Green 6	" " " " No. 30 295
CI Acid Red 32	" " " " No. 17 065
Mezcla de los colorantes	
CI Acid Black 24	" " " " No. 26 370
CI Acid Red 89	" " " " No. 23 910
CI Acid Yellow 65	" " " " No. 14 170

Colorante de fórmula

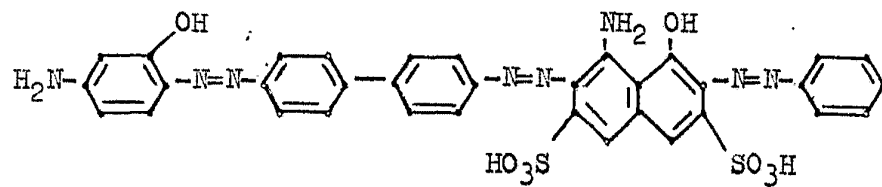




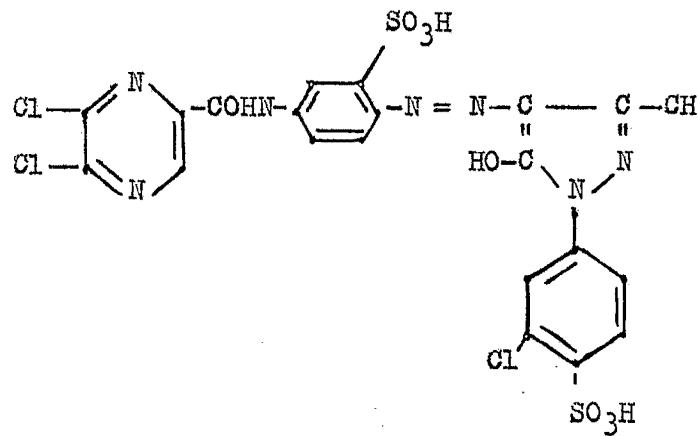
Colorante de fórmula



Colorante de fórmula

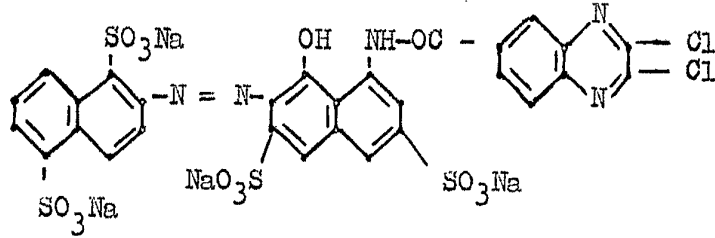


Colorante de fórmula

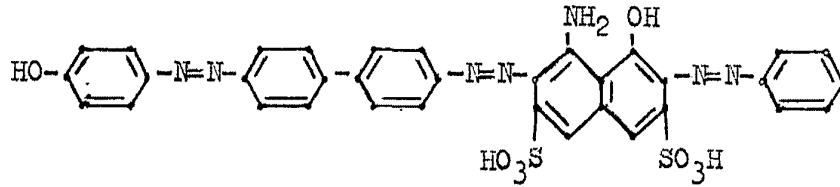




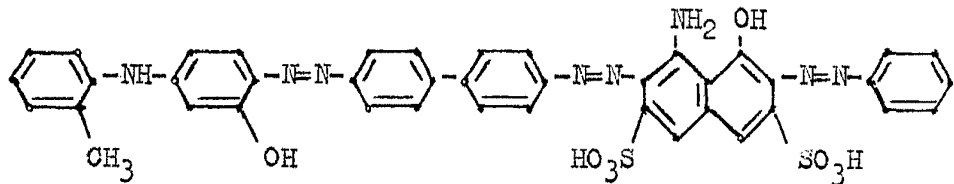
Colorante de fórmula



Mezcla de los colorantes



y



Se obtienen colorantes listos para la venta en forma libre de polvo con muy buena solubilidad en agua.

Ejemplo 4

El colorante azoico, que se obtiene por copulación de
5. ácido 4-amino-1-metilbenceno-2-sulfónico diazotado con 3-amino



5. -1-glicolaminobenceno y ulterior fosgenización se alimenta junto con su solución de formación a un secador por pulverización. Al emplear pulverización a presión se obtiene un producto final pobre en polvo, listo para venta, de muy buena solubilidad.

Ejemplo 5

10. La solución de copulación del colorante azoico de N-etil-N-fenilamida del ácido 1-amino-4-metilbenceno-3-sulfónico diazotado y 1-(2',5'-dicloro-4'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolon se somete, según las indicaciones del ejemplo 1, al secado por pulverización. Se obtiene un producto final, listo para venta, que en su calidad es igual al colorante aislado según el procedimiento tradicional.

15. Medicos de carga adecuados que se pueden emplear en los procedimientos de los ejemplos son por ej. la sal, tal como la sal mineral (NaCl) y el sulfato sódico, la dextrina, los fosfatos, tal como el hexametafosfato sódico y el fosfato trisódico, el bencenosulfonato sódico y el carbonato sódico.

20.

NOTA

25. 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. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente presentada en Alemania, con fecha 16 de marzo de 1965 nº F 45 532 IVc/8m; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del

30.



referido invento y por lo que se solicita Patente de In-
vención por 20 años en España, sobre: "PROCEDIMIENTO PARA
AISLAR COLORANTES AZOICOS, SOLUBLES EN AGUA, QUE CONTIENEN
RADICALES ACIDO SULFONICOS"; caracterizándose por lo si-
guiente:

5.

1ª.- "Procedimiento para aislar colorantes azoicos,
solubles en agua, que contienen radicales ácido sulfóni-
cos", caracterizado porque las soluciones o suspensiones
de los colorantes acuosos, que se obtienen en la fabrica-

10.

ción de los colorantes azoicos solubles en agua, que con-
tienen radicales ácido sulfónicos, se someten sin aisla-
miento previo de los colorantes directamente a un secado
por pulverización, quedando de esto excluido el aislamien-
to del colorante CI Acid Black 94, CI Acid Black 69 y Ne-
gro Diamante PV y P2B.

15.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-
racterizado porque a las soluciones o suspensiones de los
colorantes acuosos, que se obtienen en la fabricación de
los colorantes azoicos solubles en agua, que contienen ra-
dicales ácido sulfónicos, antes del secado por pulveriza-
ción se le agregan los medios de carga y/o los colorantes
de tonalidad.

20.

3ª.- "Procedimiento para aislar colorantes azoicos,
solubles en agua, que contienen radicales ácido sulfóni-
cos", tal y como queda sustancialmente descrito en la

25.

- 12 -

16 MAR.

324246



presente Memoria.

Esta memoria consta de 12 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 6 MAR. 1966

5.

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

L. GOMEZ AGUIRRE Y MODELL
p. p. Firmado: L. Fernández Ruiz