

P.- 35.702

"E. 162/d(P)"



SE

344490

**Memoria descriptiva**

**344490**

para solicitar PATENTE DE INVENCION EN ESPAÑA por 20 años

a nombre de AZIENDE COLORI NAZIONALI AFFINI AGNA S. p. A.

entidad / ~~de nacionalidad~~ italiana

con domicilio en 1-2 Largo Guido Donegani, Milán, Italia

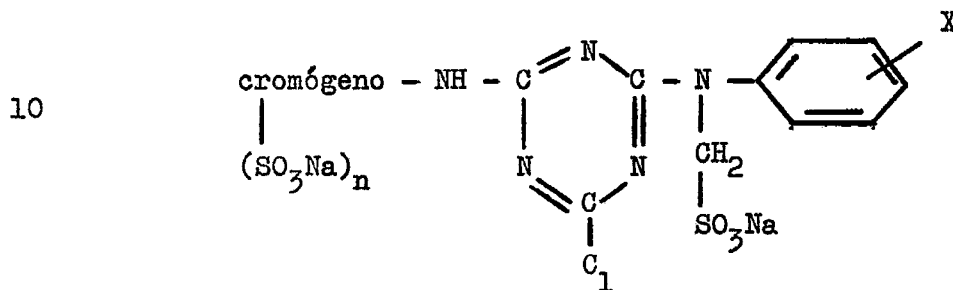
por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES REACTIVOS CON LAS FIBRAS" (Clase Internacional Co9b)

25.8.67.



El presente invento se refiere a colorantes azoicos de mono-cloro-triazina reactivos.

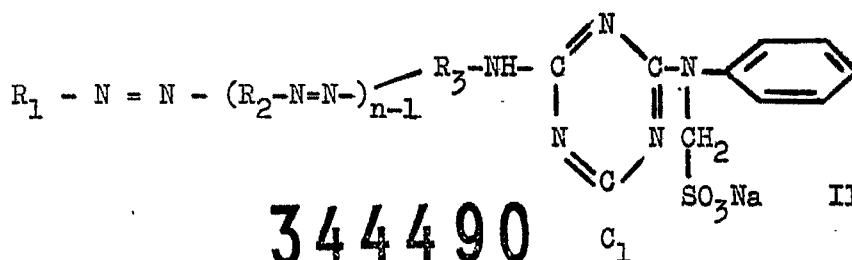
En la patente española nº 292.025, presentada el 27 de Septiembre de 1963, se han descrito y reivindicado colorantes de monocloro-triazina aptos para establecer o formar una unión química con las fibras textiles, que están comprendidos dentro de la fórmula general:



15 en la que X = H, CH<sub>3</sub>; n = 2 a 4 y el término "cromógeno" representa un radical de un colorante seleccionado del grupo que comprende colorantes azoicos, colorantes azoicos metalizados y colorantes de antraquinona.

Estos muestran la característica estructural de tener un radical fenil-amino-N-omega-metano sulfónico, ópcionalmente sustituido, unido a un átomo de carbono del núcleo de triazina.

La firma solicitante ha encontrado ahora un grupo de nuevos colorantes, ópcionalmente en forma de colorantes azoicos metalizados, comprendidos dentro de la fórmula general:



25.8.67.

344490



que contiene al menos tres grupos sulfónicos y en los que  $R_1$ ,  $R_2$  y  $R_3$  son radicales benceno o naftaleno, sustituidos por grupos OH,  $SO_3H$ ,  $NO_2$ , grupos alcohol y alcoxi inferior (que tienen de 1 a 3 átomos de carbono), halógeno; n es 1 ó 2; que muestran la importante propiedad que consiste en que pueden ser aplicados igualmente bien por el procedimiento de teñido por agotamiento o por los procedimientos de teñido por impregnación, o por estampación.

Los teñidos que se obtienen utilizando los colorantes comprendidos en la fórmula general II se distinguen por la pureza y brillo de los tonos, por la muy buena solidez o resistencia a los ensayos en húmedo y a los tratamientos caracterizados por la presencia o desprendimiento de cloro.

Los colorantes del presente invento pueden prepararse por condensación del cloruro cianúrico con la sal de sodio del ácido anilino-N-omega-metano-sulfónico (producto monocondensado A) y sucesiva reacción del producto de condensación así obtenido, a temperaturas no superiores a 50-55°C, con el colorante azoico seleccionado.

Una variante de este procedimiento de preparación consiste en condensar en primer lugar el producto A con un componente de copulación sustituido tal como se menciona anteriormente, que pertenece a las series del benceno o del naftaleno, y después copular el compuesto diazoico seleccionado con el producto obtenido.

La metalización opcional del colorante se lleva a cabo por métodos conocidos.

Los colorantes reactivos del presente invento son aptos para teñir lana, seda superpoliamidas sintéticas.

25.8.67.

344490  
- 3 -



cas, pero principalmente materiales polihidroxilados fibrosos, tales como celulosa, algodón, viscosa, etc.

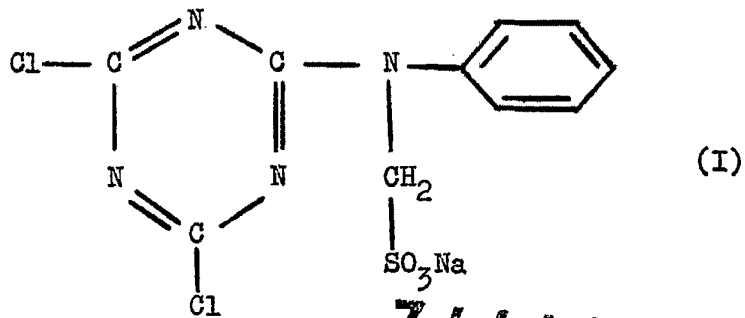
5 En el teñido de materiales celulósicos, se trabaja a partir de baños colorantes que contienen sustancias que fijan ácidos, tales como carbonato de sodio, hidróxido de sodio o los fosfatos alcalinos y ópcionalmente electrolitos, que favorecen el agotamiento del baño colorante, tales como cloruro de sodio y sulfato de sodio.

10 Los siguientes ejemplos lustran el invento sin limitarlo. Las partes y porcentajes, cuando no se indica otra cosa, están expresadas en peso.

Ejemplo 1:

15 En 19 partes de cloruro cianúrico suspendidas a 5°C en 130 partes de agua y hielo, se introducen, en un espacio de 15 minutos, 20,9 partes de la sal de sodio del ácido anilino-N-omega-metil sulfónico en 100 partes de agua, manteniendo la temperatura en 4 a 5°C con 90 partes de hielo y manteniendo el pH entre 5 y 6 con una solución al 10% en volumen de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Después de 4 horas a 4-5°C, 20 dentro de cuyo período se ha mantenido siempre el pH entre 5 y 6 con Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, el conjunto es filtrado para eliminar el cloruro cianúrico en exceso, obteniendo la solución del producto monocondensado (I)

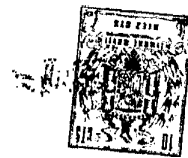
25



30

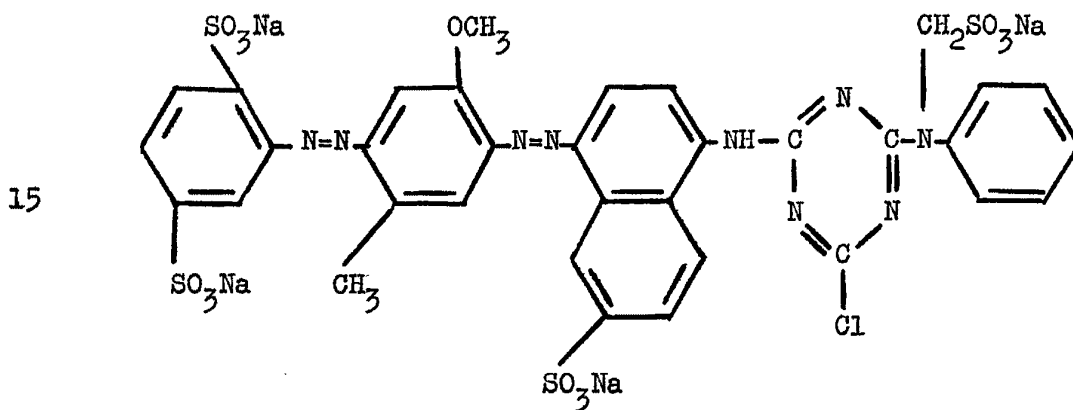
25.8.67.

344490



La solución de (I) es vertida en la suspensión en 50 partes de agua de 48,5 partes de la sal trisódica del compuesto diazoico preparado copulando en medio de acetato en primer lugar el compuesto diazoico del ácido anilino-2,5-disulfónico con para-cresidina, y después, el compuesto diazoico del compuesto monoazoico así obtenido con ácido 1-naftilamino-6-sulfónico.

Manteniendo el pH entre 6,5 y 7 con una solución al 10 % en volumen de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , el conjunto es calentado a 45-50°C durante 24 horas. El colorante



20 es precipitado salificando con KCl, es filtrado y secado a aproximadamente 40°C.

Se disuelve en agua produciendo una solución de color pardo-rojizo que tiñe al algodón de pardo con buena resistencia o solidez después de la termofijación al calina.

Ejemplo 2:

La solución del producto monocondensado (I) obtenido como en el Ejemplo 1, es vertida en la solución de copulación obtenida añadiendo, a 0-5°C, 10,8 partes de para-cresidina a la suspensión del compuesto diazoico de

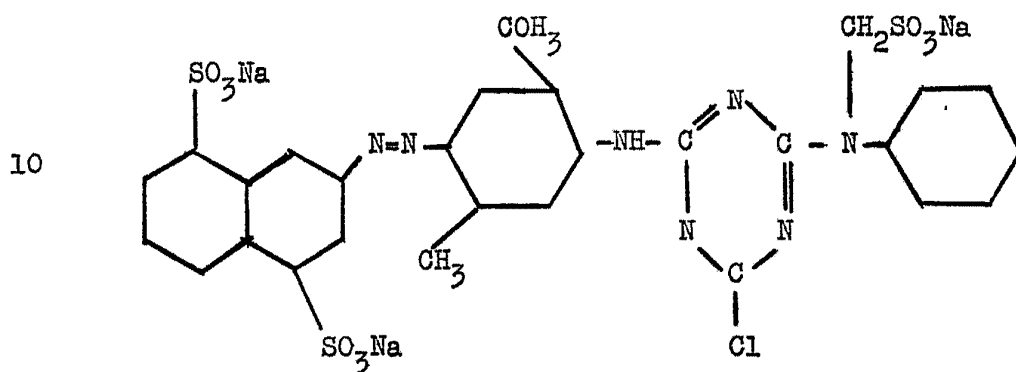
25.8.67.



23,3 partes de ácido 2-naftilamino-4,8-disulfónico y aumentado el pH a 4-5 en un espacio de una hora con NaOH diluido.

5 Manteniendo el pH en aproximadamente 6,5 con una solución al 10 % en volumen de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , se calienta a 40°C durante 8 horas.

El colorante



15 es precipitado salificando con NaCl, es filtrado y secado a aproximadamente 40°C.

Se disuelve en agua produciendo una solución de color amarillo rojizo que tiñe al algodón de amarillo con buena resistencia o solidez, (particularmente resistente al cloro) después de termofijación alcalina.

20

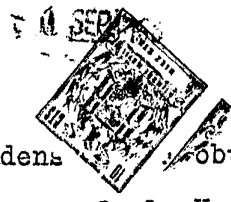
Ejemplo 3:

En la solución de 25 partes de la sal de sodio del ácido 2-amino-5-naftol-7-sulfónico en 240 partes de agua, en presencia de  $\text{NaHCO}_3$ , que actúa como agente tampoador, se vierte la solución del producto monocondensado (I) (véase ejemplo 1). El conjunto es calentado a 35°C en un espacio de 1 hora y 30 minutos, y es mantenido a esta temperatura durante 1 hora: durante este tiempo, el pH aumenta lentamente y espontáneamente desde 6,5 a 7,5. El compuesto diazoico de 10,6 partes del ácido 1-anilino-2-sulfó

25

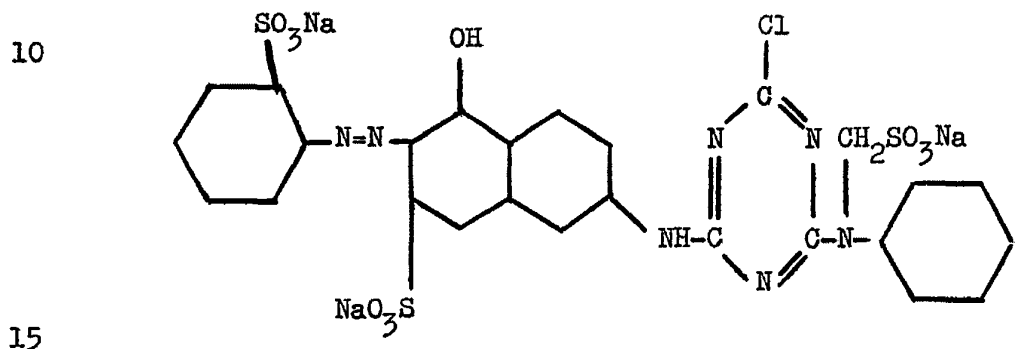
30

25.8.67.



nico es vertido sobre el producto dicondensado obtenido, es enfriado a 20°C, manteniendo entre 7 y 8 el pH de la copulación con una solución al 10% en volumen de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, y la temperatura es mantenida por debajo de 5°C con hielo; el conjunto es dejado reposar bajo agitación durante la noche.

El día siguiente, el colorante



es precipitado a un pH de 6,5 salificando con NaCl, es filtrado y secado a aproximadamente 40°C.

Se disuelve en agua produciendo una solución de color naranja que tiñe el algodón de color naranja-amarillento brillante con buena solidez o resistencia (particularmente resistente al cloro) después de termofijación alcalina.

Ejemplo 4:

52,8 partes de la sal disódica del compuesto monoazoico obtenido por copulación alcalina del compuesto diazoico del 4-nitro-2-amino fenol con el ácido 1-hidroxí-8-aminonaftaleno-3,6-dilsulfónico, son mantenidas a ebullición durante 5 horas a un pH de 5 a 6 en 600 partes de agua con 12,5 partes de triacetato de cromo que contiene 22,2% de cromo.

25.8.67.

344490

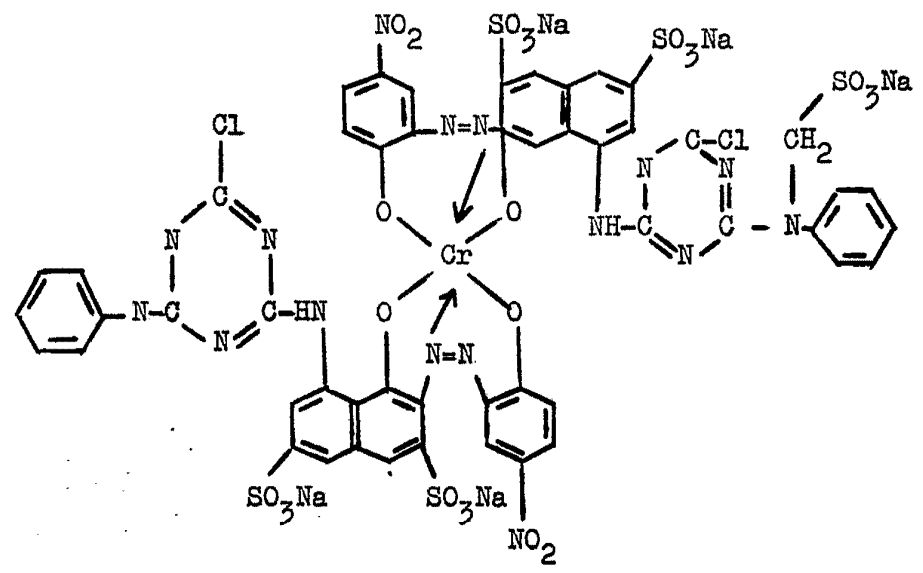


En la solución del complejo de cromo 2:1, se vierten 46,5 partes de la sal de sodio del producto obtenido precipitando por salificación al 20% con NaCl la solución del producto monocondensado (I); el conjunto es calentado a aproximadamente 45°C a un pH de 6,5 hasta la desaparición de los grupos amínicos libres.

5

Después, el colorante

10



15

20

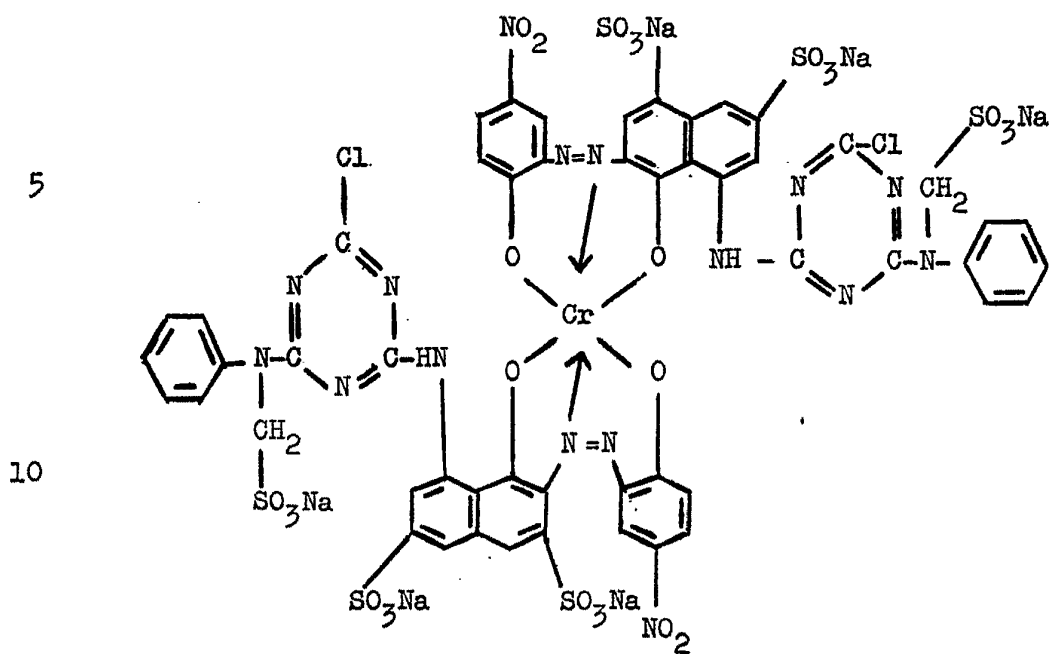
es precipitado a un pH de aproximadamente 5 salificando con KCl, es filtrado y secado a aproximadamente 40°C. Se disuelve en agua, produciendo una solución de color azulado intenso que tinte el algodón de color azulado oscuro con buena resistencia o solidez, (particularmente resistente al cloro) después de termofijación alcalina.

25

Ejemplo 5:

Trabajando de manera análoga a la descrita en el ejemplo 4, se prepara en primer lugar el complejo de cobalto 2:1, utilizando acetato de cobalto en medio amoniacal y después el colorante.

30  
25.8.67.



15                    Este colorante, disuelto en agua, produce una  
solución de color violeta oscuro que por sí sola tiñe  
al algodón de violeta, mientras que la mezcla que consis-  
te en una parte de este colorante y 7 partes del coloran-  
te preparado en el ejemplo 4, tiñe al algodón de un tono  
20                    negruzco; se obtiene una buena resistencia o solidez (par-  
ticularmente al cloro) después de termofijación alcalina.

Ejemplo 6:

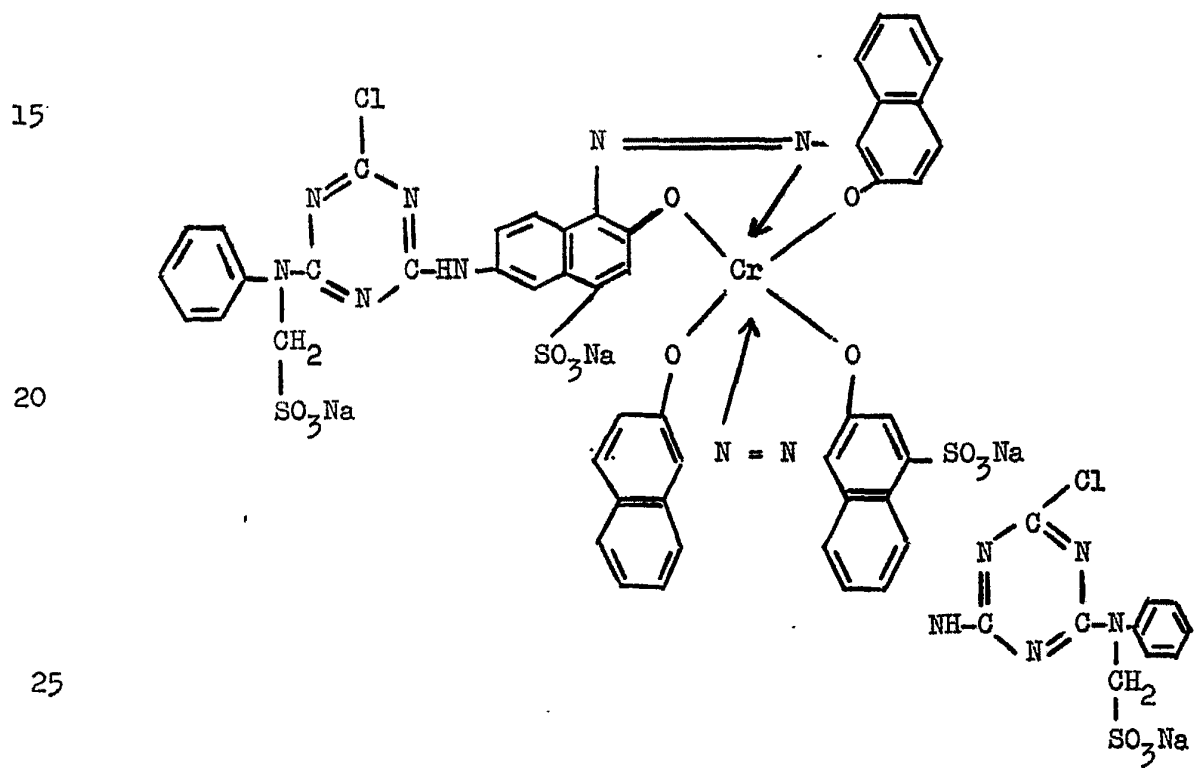
                         43,1 partes de la sal de sodio del compuesto  
monoazoico, obtenido copulando el ácido 6-nitro-1-diazo-2-  
25                    hidroxinaftaleno-4-sulfónico con el 2-hidroxinaftaleno,  
son calentadas a 90°C con 1500 partes de agua. A dicha so-  
lución se añaden, a 60°C, 43 partes de Na<sub>2</sub>S.9H<sub>2</sub>O en 50 par-  
tes de agua y el conjunto es mantenido a 90-95°C durante  
1 hora y 30 minutos bajo agitación. El compuesto amino-  
monoazoico, precipitado a 60°C para la vuelta del pH a 6

30  
25.8.67.



y filtrado, es empastado con 450 partes de agua a 60°C y es añadido a 120 partes de solución alcalina de la sal de sodio del ácido cromo-salicílico (contenido de cromo 2,6%); el conjunto es mantenido a ebullición durante 2 horas.

5 A la solución así obtenida (después de volver el pH a 7) se añaden, a 25°C, 46,5 partes de la sal de sodio del producto obtenido precipitando por salificación con 20% de NaCl la solución del producto monocondensado (I) (véase ejemplo 1); el conjunto es calentado a 40°C y es mantenido a esta temperatura a un pH de aproximadamente 6,5 hasta la desaparición de los grupos amínicos libres. Después, el colorante



es precipitado a un pH de aproximadamente 5 salificando con KCl, es filtrado y secado a aproximadamente 40°C. Se disuelve en agua, produciendo una solución azulada que ti

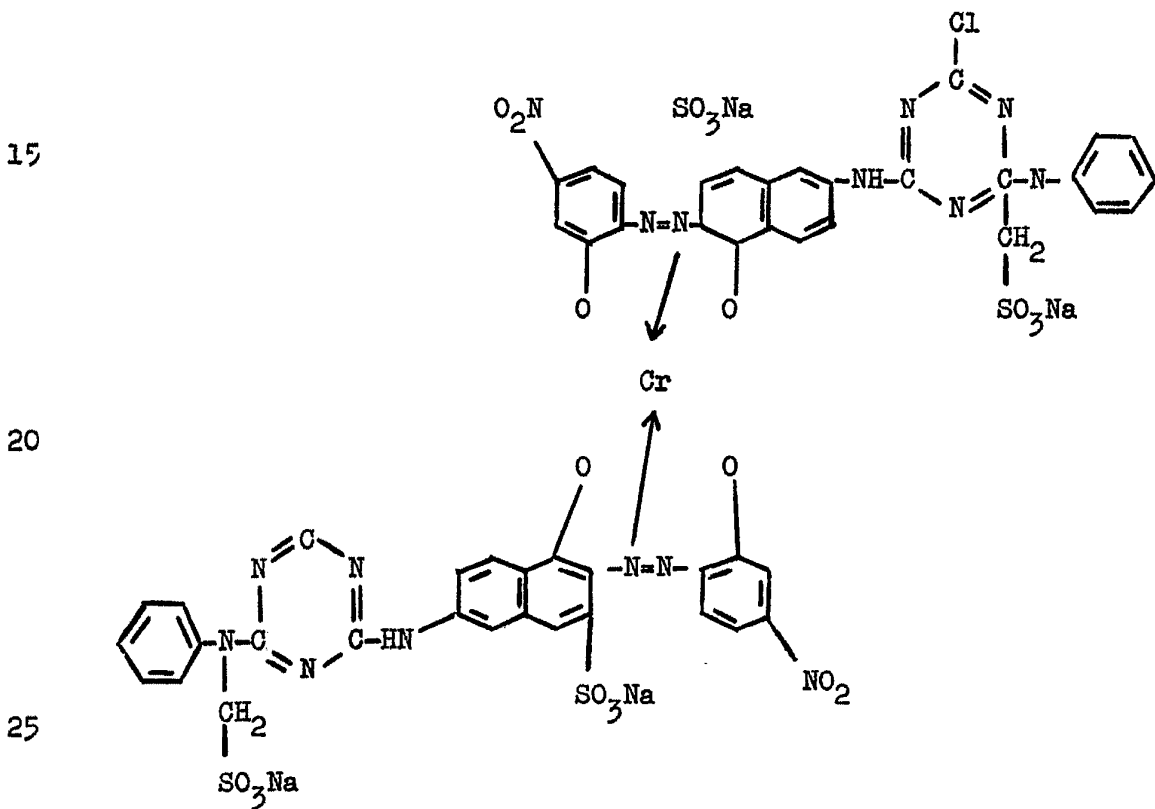
30  
25.8.67.



ñe al algodón de color gris brillante con buena solidez o resistencia después de termofijación alcalina.

Ejemplo 7:

El complejo de cromo 2:1, preparado de acuerdo con los procedimientos conocidos a partir de 42,6 partes de la sal disódica del compuesto monoazoico obtenido copulando el compuesto diazoico del 5-nitro-2-aminofenol con el ácido 2-amino-5-hidroxinaftaleno-7-sulfónico, es condensado (a 40°C y a un pH de 6,5 hasta la desaparición de los grupos amínicos libres) con 46,5 partes de la sal sódica del producto obtenido precipitando la solución (I) (véase Ejemplo 1). El colorante



es precipitado a un pH de aproximadamente 5 salificando con NaCl, es filtrado y secado a aproximadamente 40°C.

30

Se disuelve en agua produciendo una solución

25.8.67.

- 11 - 344490



azulada que tiñe al algodón de color gris-verdoso con buena solidez o resistencia después de termofijación alcalina.

Ejemplo 8:

5                   4 partes de carbonato de sodio anhidro y 0,2 partes del colorante del Ejemplo 1 son disueltas en 200 partes de agua. 10 partes de algodón mercerizado en forma de madejas son sumergidas a la temperatura ambiente en dicho baño colorante y, mientras se agita de manera continua, se comienza el calentamiento.

Se añaden en un corto espacio de tiempo, en tres porciones, 20 partes de sulfato de sodio anhidro.

Se regula el calentamiento de manera que en un espacio de 20 minutos se alcanza la temperatura de 85°C; esta temperatura es mantenida durante una hora.

Al final, el material teñido es extraído, es lavado exhaustivamente con agua fría, con agua tibia después, es lavado con jabón preparado con 2 g/litro de Diapon T. Es enjuagado exhaustivamente y secado.

20                   Se obtiene una madeja teñida con un color gris brillante y que tiene buena solidez o resistencia, particularmente al lavado.

El baño colorante, que está muy poco coloreado, puede ser utilizado para teñidos sucesivos utilizando el mismo colorante después de enfriar a 50°C y añadir 2 partes de carbonato de sodio, ahorrando de esta manera sulfato, carbonato y vapor de agua.

Ejemplo 9:

2 partes del colorante metalizado preparado de acuerdo con el Ejemplo 4, mezcladas con 2 partes de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$

30

25.8.67.



y 20 partes de urea, son disueltas en 80 partes de agua.

Un tejido de algodón es impregnado en el fular con la solución así obtenida y después es exprimido o estrujado hasta que su peso inicial aumenta en 75 a 80%;  
5 después es secado de manera que el material contiene todavía 15% de humedad residual.

El tejido es sometido entonces a la acción de calor seco durante 5 minutos a una temperatura comprendida entre 140 y 160°C, en primer lugar es enjuagado con  
10 agua fría y después con agua caliente, es lavado con jabón durante 15 a 20 minutos en una solución al 3 o/oo de una sustancia tensioactiva no ionógena. El tejido es enjuagado de nuevo y secado. Se obtiene un tejido teñido en un color azulado oscuro que tiene buena solidez o resistencia general, particularmente al cloro.  
15

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Italia, el 29 de Agosto de 1966, bajo el número prov. 21788, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

#### N O T A

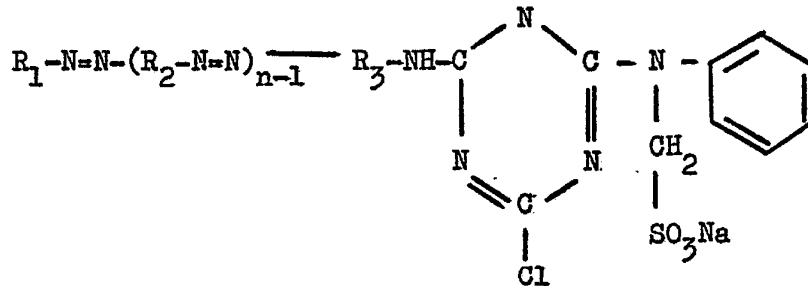
20 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

24 1.- Procedimiento para la preparación de los  
25.8.67.

344400



colorantes reactivos con las fibras comprendidos en la fórmula general



5 en que  $R_1$ ,  $R_2$  y  $R_3$  son radicales benceno o naftaleno, sustituidos por grupos OH,  $\text{SO}_3\text{H}$ ,  $\text{NO}_2$ , alcoholo, alcoxi inferior (que tienen de 1 a 3 átomos de carbono), halógenos; n es 1 ó 2; y que contienen al menos tres grupos sulfónicos en su molécula, caracterizado porque se condensa cloruro cianúrico con la sal de sodio del ácido anilino-N-omega-metano-sulfónico y el producto de monocondensación  
10 así obtenido es condensado adicionalmente con el colorante azoico seleccionado.

2.- Procedimiento para la preparación de colorantes reactivos con las fibras de acuerdo con la precedente reivindicación, caracterizado porque el producto de condensación de cloruro cianúrico es hecho reaccionar con  
15 un componente de copulación que pertenece a las series del benceno o del naftaleno, y después el compuesto diazoico seleccionado es copulado con el producto obtenido, estando sustituidos el componente diazoico y el componente azoico tal como se especifica en la reivindicación 1.  
20

3.- Procedimiento para la preparación de colorantes reactivos con las fibras.

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

24  
25.8.67.



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

1 SEP. 1967

Madrid,

P. A.

Albino de Elzabera  
Por Proca

G.D.S.  
25.8.67.

- 15 -

344490