

405542

PATENTE DE INVENCION

Lo A 13 888-Sp.

Int. Cl. ² : <u>C09B</u>



Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COLORANTES TETRAQUISAZOICOS.-

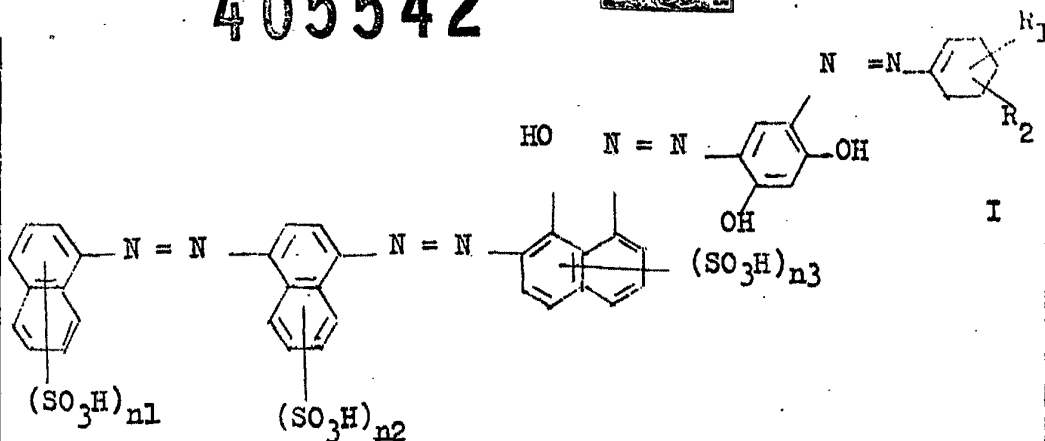
Solicitante BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.-

El objeto de la presente invención es un procedimiento para preparar nuevos colorantes azoicos que, en forma del ácido libre, corresponden a la fórmula



405542

5.



10.

en la que R_1 significa un átomo de halógeno, un grupo nitro, ciano, ácido sulfónico, ácido carboxílico, acilo o acilamino, R_2 significa hidrógeno, halógeno, un grupo alquilo, alcoxi o ácido sulfónico, n_1 representa un número 0, 1, 2 ó 3, n_2 representa un número 0 ó 1 y n_3 representa un número 1 ó 2.

15.

Como átomos de halógeno R_1 entran especialmente en consideración Cl y Br. Grupos acilo R_1 adecuados son los restos alquilearbonilo, alcoxicarbonilo y alquilsulfonilo, en cada caso con 2 - 5 átomos de carbono.

20.

Restos alquilo R_2 adecuados son los restos metilo y etilo.

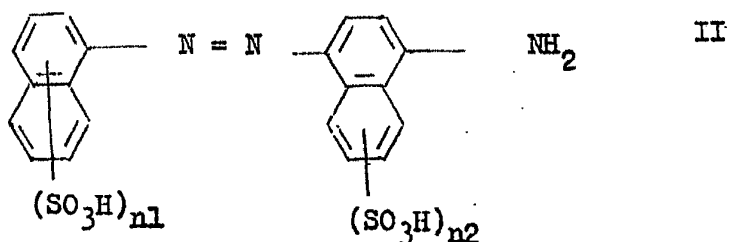
Restos alcoxi R_2 adecuados son los restos metoxi, etoxi, propoxi y butoxi.

Colorantes de fórmula I especialmente preferentes son aquellos en los cuales R_1 significa un grupo nitro, R_2 significa hidrógeno, metilo, metoxi o $-SO_3H$.

25.

El procedimiento para preparar los nuevos colorantes, se caracteriza porque comprende diazotar un colorante aminomonoazoico, que, en forma del ácido libre, corresponde a la fórmula

30.

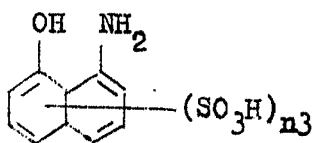


405542



en la n_1 significa 0, 1, 2 ó 3 y n_2 significa 0 ó 1; copular con un ácido aminonaftenosulfónico, de fórmula

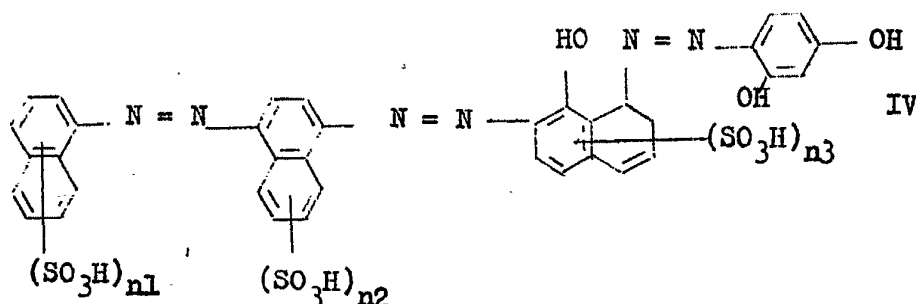
5.



III

en la que n_3 significa 1 ó 2; diazotar el colorante aminodisazoico obtenido y copular con 1,3-dihidroxibenceno; y, finalmente, reunir el colorante trisazoico obtenido que, en forma del ácido libre, corresponde a la fórmula

10.

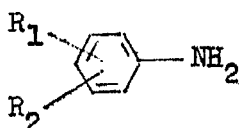


IV

15.

en la que n_1 significa 0, 1, 2, ó 3, n_2 significa 0 ó 1 y n_3 significa 1 ó 2, con una anilina diazotada de fórmula

20.



V

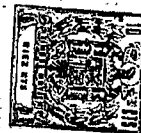
25.

Los colorantes aminomonoazoicos de fórmula II han sido descritos como productos intermedios o productos finales, por ejemplo, en Chem. Ber. 21, 3265 (1888) y en las patentes alemanas 73901, 83572, 84460 y 99501 así como 122066.

30.

Acidos aminonaftenosulfónicos de fórmula III adecua-

405542



dos son el ácido 1-amino-8-nafteno-3,6-disulfónico, ácido 1-amino-8-nafteno-4,6-disulfónico y ácido 1-amino-8-nafteno-4-sulfónico.

5. Anilinas de fórmula V adecuadas son la 2-, 3- y 4-nitranilina, 2-, 3- y 4-cloranilina, 2-, 3- y 4-bromaanilina, ácido 2-, 3- y 4-sulfanílico, las dicloroanilinas, tal como, por ejemplo, 2,4-dicloroanilina ó 2,5-dicloroanilina, 2-metoxi-4-nitranilina, 2-metoxi-5-nitranilina, 4-acetil-aminoanilina.

10. Los nuevos colorantes tiñen los materiales fibrosos vegetales y animales en tonalidades de color oliva. Son especialmente adecuados para teñir y estampar cuero. Además de sus propiedades colorísticas en general buenas, tales como por ejemplo, su estabilidad al ácido, solidez a los ácidos, solidez a los alcalis, solidez al formaldehído, solidez a los disolventes, solidez a la luz y al teñido en agua dura, se debe destacar especialmente la solidez a la luz de los colorantes.

15. Ejemplo 1

20. Se diazotan, en forma conocida, 22,3 g de ácido 1-amino-naftalen-5-sulfónico y en medio ligeramente ácido se copula con 22,3 g de ácido 1-amino-naftalen-7-sulfónico. Terminada la copulación se sigue diazotando el colorante aminoazoico en forma conocida y en zona alcalina se hace reaccionar con 31,9 g de ácido 1-amino-8-naftalin-3,6-disulfónico al colorante disazoico. El colorante amino-disazoico se sigue diazotando y en presencia de alcali se copula con 11,0 g de 1,3-dihidroxibenceno. Finalmente se dejan actuar sobre este colorante trisazoico 13,8 g de p-nitralina diazotada. El colorante precipitado por adición de sal común se disuelve bien en agua

25.

30. y tiñe el algodón, especialmente sin embargo el cuero, en to-



405542

nalidades oliva. Los teñidos poseen buenas propiedades de teñido.

5. Empleando en lugar de p-nitranilina los compuestos diazoicos de m- ó o-nitralina ó l-amino-2-metoxi-4- ó 5-nitro-benceno- ó ácido l-amino-4-nitro-2-sulfónico se obtienen teñidos con tonalidad de color similar y propiedades colorísticas similares de buenas.

10. En algunos casos es ventajoso efectuar uno o varios aislamientos intermedios y/o purificar el producto final por disolución y precipitación.

La precipitación de los colorantes se puede efectuar también bajo adición de otros electrolitos usuales, por ejemplo, cloruro potásico o sulfato de sodio.

Ejemplo 2

15. Se diazotan 22,3 g de ácido l-amino-naftalen-4-sulfónico y en medio débilmente ácido se copula con 22,3 g de ácido l-amino-naftalin-6-sulfónico. Terminada la copulación se sigue diazotando el colorante aminoazoico en forma conocida y en zona alcalina se hace reaccionar con 31,9 g de ácido
20. l-amino-7-naftol-3,6-disulfónico. El colorante amino-disazoico se sigue diazotando y en zona alcalina se copula con 11,0 g de 1,3-dihidroxibenceno. Finalmente se copulan con este colorante trisazoico 13,8 g de p-nitranilina diazotada. El colorante precipitado por adición de sal común se disuelve bien
25. en agua y tiñe el algodón, especialmente sin embargo el cuero, en tonalidades oliva. Los teñidos poseen, además de buenas propiedades colorísticas, una buena solidez a la luz.

30. El ácido l-amino-naftalin-4-sulfónico se puede sustituir, por ejemplo, también por el ácido l-amino-naftalin-5-sulfónico o el ácido l-amino-8-nafteno-3,6-disulfónico por

405542



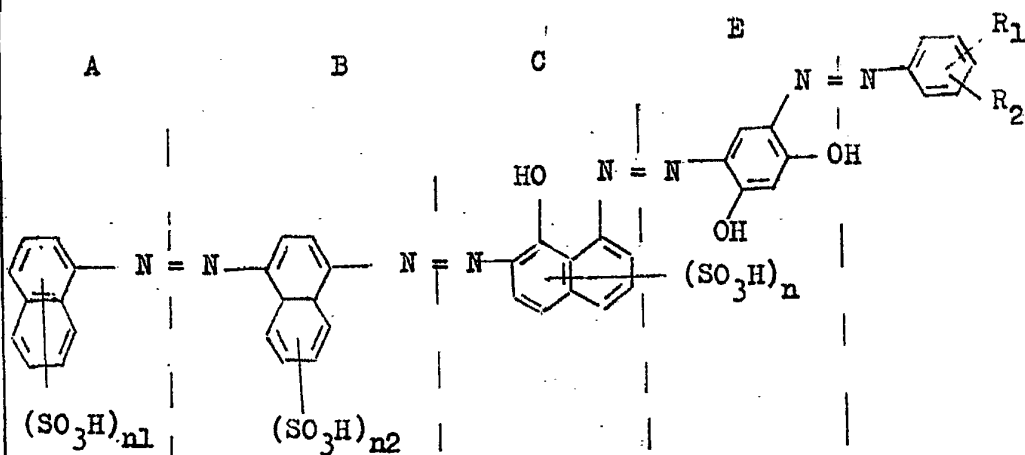
ácido 1-amino-8-nafteno-4,6-disulfónico o ácido 1-amino-8-nafteno-4-sulfónico, ácido 1-amino-8-nafteno-2,4-disulfónico, finalmente la p-nitralina por m- ú o-nitralina o derivados de estas. Siempre se obtienen valiosos colorantes oliva con solo reducidas diferencias de tonalidad, cuyos teñidos sobre cuero se destacan, además de por buena solidez a la luz, también por excelentes propiedades colorísticas.

5.

Para ilustrar el gran número de posibilidades de combinación que se obtienen, manteniendo el armazón básico del colorante, solamente mediante variación de las posiciones de los grupos sulfo o bién de los grupos nitro, sirva la tabla a continuación que solo refleja algunos pocos ejemplos.

10.

15.



20.

	Componente A	Componente B	Componente C	Componente E	Tonalidad de color
25.	Acido 1-amino-naftalin-4-sulfónico	Acido 1-amino-naftalin-6-sulfónico	Acido 1-amino-8-naftol-3,6-disulfónico	1-Amino-4-nitro-benceno	oliva
30.	Acido 1-amino-naftalin-5-sulfónico	Acido 1-amino-naftalin-6-sulfónico	Acido 1-amino-8-naftol-3,6-disulfónico	1-Amino-4-nitro-benceno	oliva

405542



	Componente A	Componente B	Componente C	Componente E	Tonalidad de color
5.	Acido l-Amino-naftalino-5-sulfónico	Acido l-Amino-naftalino-6-sulfónico	Acido l-Amino-8-naftol-4,6-disulfónico	l-Amino-4-nitro-benceno	oliva
	Acido l-Amino-4-sulfónico	Acido l-Amino-7-sulfónico	Acido l-Amino-8-naftol-3,6-disulfónico	l-Amino-4-nitro-benceno	oliva
10.	Acido l-Amino-4-sulfónico	Acido l-Amino-6-sulfónico	Acido l-Amino-8-naftol-3,6-disulfónico	l-Amino-3-nitro-benceno	oliva
	Acido l-Amino-4-sulfónico	Acido l-Amino-7-sulfónico	Acido l-Amino-8-naftol-3,6-disulfónico	l-Amino-3-nitro-benceno	oliva tirando a marrón
15.	Acido l-Amino-3,6-disulfónico	Acido l-Amino-6-sulfónico	Acido l-Amino-8-naftol-3,6-disulfónico	l-Amino-4-nitro-benceno	oliva tirando a marrón
	Acido l-Amino-4-sulfónico	Acido l-Amino-6-sulfónico	Acido l-Amino-8-naftol-4-sulfónico	l-Amino-4-nitro-benceno	oliva
20.	Acido l-Amino-4-sulfónico	Acido l-Amino-6-sulfónico	Acido l-Amino-8-naftol-2,4-disulfónico	l-Amino-4-nitro-benceno	oliva
	Acido l-Amino-5-sulfónico	Acido l-Amino-6-sulfónico	Acido l-Amino-8-naftol-3,6-disulfónico	l-Amino-2-metoxi-4-nitro-benceno	oliva
25.	l-Amino-naftalina	Acido l-Amino-6-sulfónico	Acido l-Amino-8-naftol-3,6-disulfónico	l-Amino-4-nitro-benceno	oliva

405542

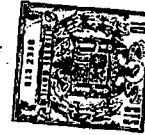


	Componente A	Componente B	Componente C	Componente E	Tonalidad de color
	Acido 1-Amino-naftalin-3,6-disulfónico	1-Amino-naftalina	Acido 1-Amino-8-naftol-3,6-disulfónico	1-Amino-4-nitro-benceno	oliva
5.	Acido 1-Amino-naftalin-4-sulfónico	Acido 1-Amino-naftalin-7-sulfónico	Acido 1-Amino-8-naftol-4,6-disulfónico	1-Amino-2-metoxi-5-nitro-benceno	oliva
10.	Acido 1-Amino-naftalin-4-sulfónico	Acido 1-Amino-naftalin-7-sulfónico	Acido 1-Amino-8-naftol-4,6-disulfónico	1-Amino-3-nitroben-ceno	oliva tirando a marrón
	Acido 1-Amino-naftalin-3,6-disulfónico	Acido 1-Amino-naftalin-6-sulfónico	Acido 1-Amino-8-naftol-3,6-disulfónico	1-Amino-2,4-dicloro-benceno	oliva
15.	Acido 1-Amino-naftalin-3,6-disulfónico	Acido 1-Amino-naftalin-6-sulfónico	Acido 1-Amino-8-naftol-3,6-disulfónico	1-Amino-3-nitro-benceno	oliva
20.	Acido 1-Amino-naftalin-3,6-disulfónico	Acido 1-Amino-naftalin-6-sulfónico	Acido 1-Amino-8-naftol-3,6-disulfónico	1-Amino-2-nitro-benceno	oliva

N O T A

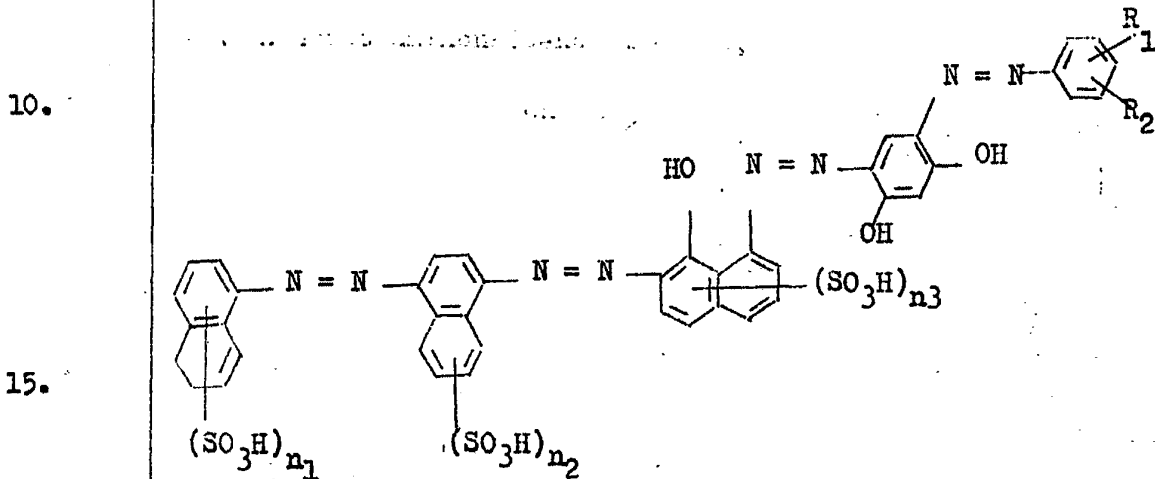
Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica; debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Alemania, con fecha 5 de Agosto de 1.971, bajo el número P 21 39 148.0; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que cons-

Handwritten signature



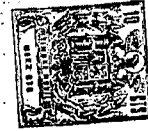
tituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE COLORANTES TETRAQUISAZOICOS; caracterizándose por lo siguiente:

5. 1.- Procedimiento para la obtención de colorantes tetraquisazoicos, que, en su forma de ácido libre, corresponden a la fórmula



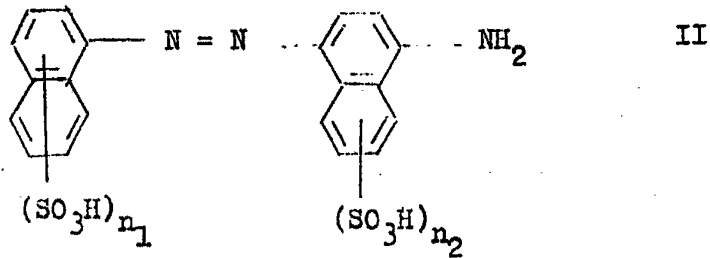
20. en la que R_1 significa un átomo de halógeno, un grupo nitro, ciano, ácido sulfónico, ácido carboxílico, acilo o acilamino, R_2 significa hidrógeno, halógeno, un grupo alquilo, alcoxi o ácido sulfónico, n_1 representa un número 0, 1, 2 ó 3, n_2 representa un número 0 ó 1 y n_3 representa un número 1 ó 2, caracterizado porque comprende diazotar un colorante aminomonoazoico, que, en forma del ácido libre, corresponde a
25. la fórmula

[Handwritten signature]



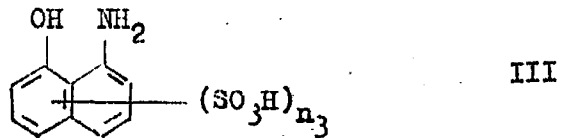
405542

5.



en la n_1 significa 0, 1, 2 ó 3 y n_2 significa 0 ó 1; copular con un ácido aminonaftenosulfónico, de fórmula

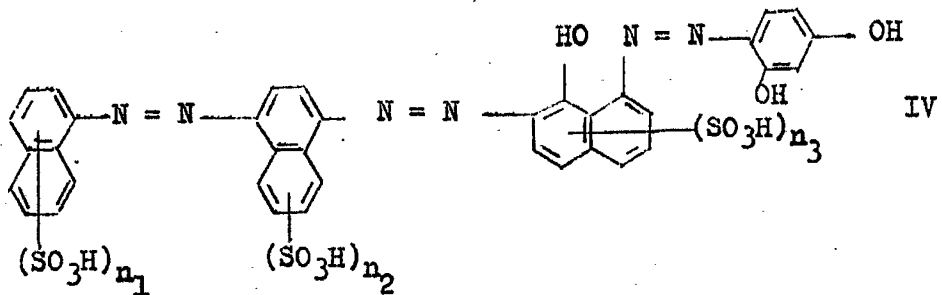
10.



15.

en la que n_3 significa 1 ó 2; diazotar el colorante aminodisazoico obtenido y copular con 1,3-dihidroxibenceno; y, finalmente, reunir el colorante trisazoico obtenido que, en forma del ácido libre, corresponde a la fórmula

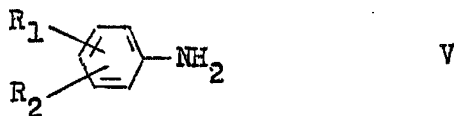
20.



25.

en la que n_1 significa 0, 1, 2, ó 3, n_2 significa 0 ó 1 y n_3 significa 1 ó 2, con una anilina diazotada de fórmula

30.





405542

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

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

5.

- 4 AGO. 1972

Madrid,

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.-

I. GOMEZ ACEBO Y MOJER
p. p. Firmado: L. Costa Fernández