

Case N^o E.1774

42039 

F.E. 6-10-75

Int. Cl.:	C09B

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE NUEVOS COLORAN-
TES DIAZOTABLES SOBRE LA FIBRA", a favor de la firma
italiana AZIENDI COLORI NAZIONALI AFFINI - ACNA S.p.A.
residente en MILAN (Italia) 1/2, Largo Guido Donegani.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

El presente invento se refiere a nuevos colo-
rantes directos diazotables sobre la fibra y a un pro-
cedimiento para su preparación.

5. En la patente alemana n^o 74.593 se revelan
colorantes directos para algodón, obtenidos por la
copulación de un mol de un derivado tetrazo de 4,4-
diamindifenilo o de sus derivados, con 2 moles de
ácidos amino-nafto-sulfónicos iguales o diferentes
entre sí.

10. Se conocen diversos colorantes comerciales
preparados según la patente alemana antes referida,

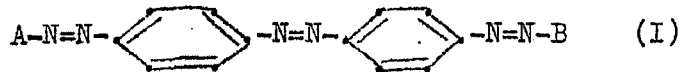


420394

tales como, por ejemplo, los colorantes que se exponen en el Índice de Color bajo las denominaciones genéricas de Azul Directo 2 (C.I. 22.590), Azul Directo 48 (C.I. 22.565) y Azul Directo 85 (C.I. 22.520), etc.

5. Sin embargo, la fabricación de los colorantes antes citados requiere medidas protectoras muy estrictas para la salvaguarda de la salud del personal implicado en dicha fabricación.

10. La peticionaria ha descubierto ahora, sorprendentemente, que los colorantes de la fórmula general:



en la que

15. A y B, diferentes entre si, representan ácidos amino-naftolsulfónicos tales como el ácido 1-amino-8-naftol-3,6-disulfónico, ácido 1-amino-8-naftol-4,6-disulfónico, ácido 2-amino-8-naftol-6-sulfónico, ácido 2-amino-5-naftol-7-sulfónico,

20. con colorantes que no implican, durante su preparación, riesgos particulares para los trabajadores y, además, poseen características aplicativas, como por ejemplo poder tintóreo superior al de los colorantes correspondientes derivados del tetraazodifenilo.

25.

Una ventaja ulterior de los colorantes de la



- fórmula general (I) radica en que dichos colorantes pueden prepararse en una fase única, un punto que constituye un objeto adicional de este invento, haciendo copular en un medio alcalino un mol de un derivado tetrazo de 4,4-diamino-azobenzol con una mezcla que contenga, sustancialmente, un mol del copulante A y un mol del copulante B, o sea, sin que sea necesario pasar por la formación del compuesto monoazo copulado, como en el caso de los derivados de 4,4'-diamino-difenilo (véase, por ejemplo, la ya citada patente alemana Nº 74.593).
- 5.
- 10.

- Los colorantes preparados tal como se describe en este invento no son mezclas mecánicas de dos colorantes simétricos, sino que son colorantes asimétricos unitarios, como viene demostrado, asimismo, mediante pruebas cromatográficas sobre papel a partir de eluente acuoso.
- 15.

- Los colorantes de la fórmula general (I) se aplican sobre el algodón, por lo general en un baño acuoso neutro o en un baño ligeramente alcalino, con la adición de electrolitos (como cristales de Na_2SO_4 , NaCl , etc.), efectuando la tinción durante una hora a una temperatura comprendida entre 50° y 80°C para los colores claros y a una temperatura comprendida entre 80° y 90°C para tonos medios y oscuros.
- 20.

- Luego los colorantes así obtenidos pueden desarrollarse sobre las fibras según procedimientos convencion
- 25.



nales en un baño de diazotación y a continuación en un baño de desarrollo que contenga una cantidad apropiada del copulante preseleccionado (desarrollador), operando siempre en estado frío.

5. Como desarrolladores pueden utilizarse diversos tipos de copulantes, tales como, por ejemplo, cloro-anilinas, nitro-anilina, meta-toluiden-diamina, fenil-metil-pirazolona, beta-naftol.

10. Estos colorantes también pueden utilizarse en un baño ligeramente ácido para la tinción de cuero. Las tinciones así obtenidas pueden luego diazotarse y desarrollarse por medio de los copulantes antes citados, para obtener tonalidades más batocrómicas.

15. Los tonos obtenibles con los colorantes de la fórmula general (I) van desde el azul al negro intenso.

20. Los ejemplos que siguen se ofrecen con fines ilustrativos y no limitativos. Las partes y los porcentajes indicados se expresan en peso, a menos que se haga constar de otro modo.

EJEMPLO 1

Se cargó un recipiente, equipado con agitador, con 10,7 partes de diamino-azobenzol en forma de una pasta al 44,72% y 70 partes de H₂O. Se mantuvo la masa



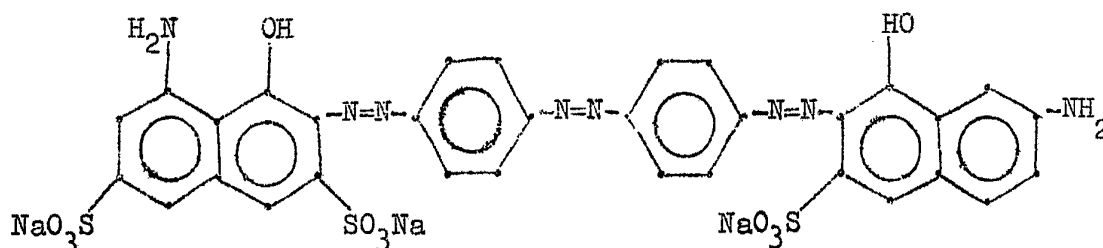
bajo agitación durante la noche. A continuación se le adicionaron 13 partes de HCl a 20°C, manteniéndose la agitación durante 30 minutos más.

5. Luego se enfrió la mezcla con hielo a 0°C y a continuación se diazotó introduciendo en la mezcla, durante unos 15 minutos, una solución conteniendo 3,2 partes de MnO_2 al 100% disueltos en 12 partes de agua. Luego se agitó esta masa durante otros 30 minutos hasta que concluyó la diazotación y se extruyó el ácido nitroso en exceso con ácido sulfámico sólido.
- 10.

La solución de tetrazo así preparada se instiló luego en una solución enfriada a 0°C conteniendo en 280 partes de agua:

15. 9,1 partes de ácido 1-amino-8-naftol-3,6-disulfónico al 80%
6,1 partes de ácido 2-amino-8-naftol-6-sulfónico al 90% y
15,8 partes de sosa Solvay.

20. Al término de la reacción se obtuvo una temperatura de unos 2°C con un pH igual a 8,8, que se condujo a 9 mediante la adición apropiada de Na_2CO_3 . Luego se agitó el conjunto durante otras 2-3 horas y a continuación se llevó la temperatura hasta 20°C. Luego se saló la mezcla hasta una concentración del 20% con NaCl, se filtró y se secó a 70°C. Se obtuvo un rendimiento excelente en forma de un polvo azul oscuro, un colorante que
25. muestra la fórmula estructural siguiente:



el cual tñe el algodón con una tonalidad azul oscuro de buena solidez general.

EJEMPLO 2

10. La solución del derivado de tetrazo de 4,4'-
-diamino-azobenzol, preparada como se ha descrito en el ejemplo precedente, se instiló en una solución constituida por:

280 partes de agua

18,3 partes de sosa Solvay

15. 9,1 partes de ácido 1-amino-8-naftol-3,6-disulfónico al 79,2% y

6,1 partes de ácido 2-amino-5-naftol-7-sulfónico al 89,2%,

enfriada entre 0° y 2°C por medio de hielo.

20. Luego se agitó esta masa reaccional durante tres horas, manteniendo dicha masa a 20°, hasta la completa copulación (pH = 9,1).

25. A continuación se calentó el conjunto hasta una temperatura de 20°C, se saló gradualmente hasta el 20% de NaCl y se agitó durante 2-3 horas, después de lo cual

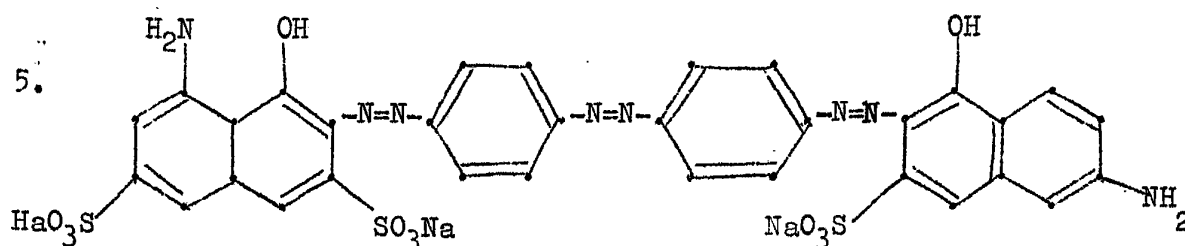
= 7 = 1420394

-9



se filtró y, por último, se secó en una estufa a 70°C.

Se obtuvo, en forma de un polvo azul rojizo, un colorante de la fórmula estructural siguiente:



10.

con el cual se tiñeron tejidos celulósicos que ofrecieron una preciosa tonalidad azul rojiza.

EJEMPLO 3

La solución del derivado tetrazo de 4,4'-diamino-azobenzol, preparada como se ha descrito en el ejemplo precedente, se instiló, durante 30 minutos, en una solución constituida por:

15.

280 partes de agua

18,3 partes de sosa Solvay

9,1 partes de ácido 1-amino-8-naftol-3,6-disulfónico
al 79,2%

20.

3,76 partes de ácido 2-amino-8-naftol-6-sulfónico
al 89,1% y

2,30 partes de ácido 2-amino-5-naftol-7-sulfónico
al 89,2%,



enfriada entre 0º y 2ºC con hielo.

Se calentó todo ello hasta 20ºC, se saló luego gradualmente con NaCl hasta una concentración del 20%, se agitó durante 2-3 horas, se filtró y por último se secó en una estufa a 70ºC.

5.

Se obtuvo, en forma de un polvo azul oscuro, una mezcla de los dos colorantes de los ejemplos 1 y 2, en la proporción de 68:32, al igual que se obtendría mezclando mecánicamente entre sí, en estado seco y en la misma proporción, los colorantes de los ejemplos 1 y 2.

10.

Este colorante tiñe el algodón con una tonalidad azul marino de preciosas características aplicativas, la cual, diazotada y copulada sobre la fibra con meta-toluilendiamina, proporciona una tinción negra de buenas características.

15.

La misma tonalidad puede obtenerse, asimismo, en una aplicación sobre cuero.

N O T A

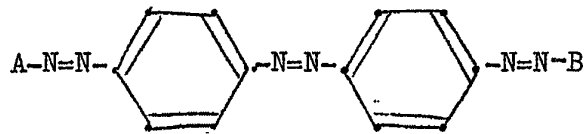
Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patente italiana nº 31513 A/72 del 10.11.72.

20.



1. Procedimiento para la preparación de nuevos colorantes diazotables sobre la fibra, comprendidos en la fórmula general

5.



en la que

10.

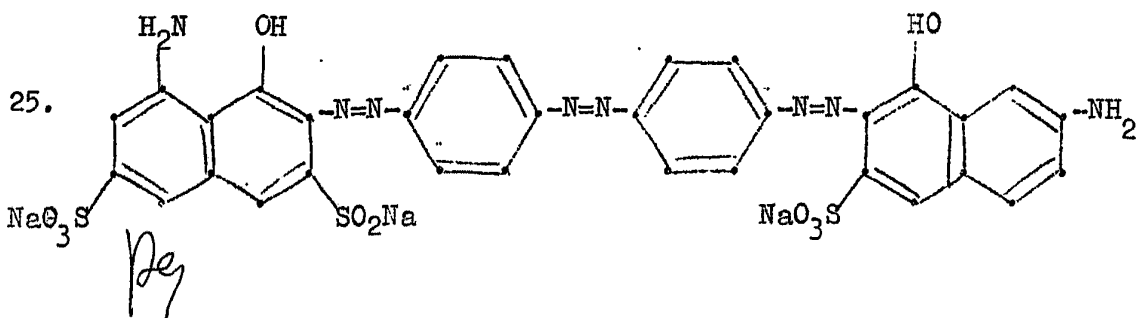
A y B, diferentes entre sí, representan ácidos amino-naftolsulfónicos elegidos entre el grupo constituido por: ácido 1-amino-8-naftol-3,6-disulfónico, ácido 1-amino-8-naftol-4,6-disulfónico, ácido 2-amino-8-naftol-6-sulfónico y ácido 2-amino-5-naftol-7-sulfónico,

15.

caracterizado por copularse, ^{en} fase única y en medio alcalino, 1 mol de un derivado tetraazo de 4,4-diamino-azobenzol con una composición que participa en proporciones equimoleculares el copulante A y el copulante B cuyo significado se ha descrito antes.

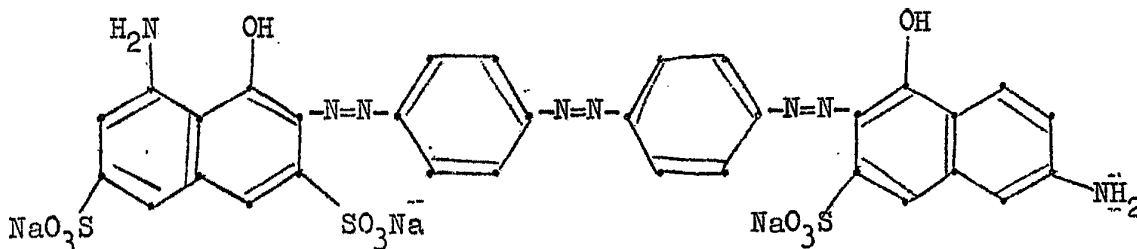
20.

2. Procedimiento de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque preferentemente se constituye el colorante de la fórmula





3. Procedimiento, de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque así mismo preferentemente se constituye el colorante de la fórmula



10. 4. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por constituirse composiciones en que los colorantes de las reivindicaciones 2 y 3 están presentes en el orden dado, substancialmente en la proporción de 2:1.

15. 5. Procedimiento de conformidad con la reivindicación 4, caracterizada porque en dicha composición está presente el colorante de la reivindicación 2 en un porcentaje del 68% y el colorante de la reivindicación 3 en un porcentaje del 32%.

20. 6. Procedimiento para la preparación de nuevos colorantes diazotables sobre la fibra.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 10 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 9 Noviembre 1973

p.a. JAIME ISERN

P. P.

Firmado: FELIPE PRIETO