



1973

PATENTE DE INVENCION **421644**
Ref. Le A 14 758-Sp.

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE COLORANTES DISAZOICOS.

Int. Cl. ² : <u>CO9B</u>

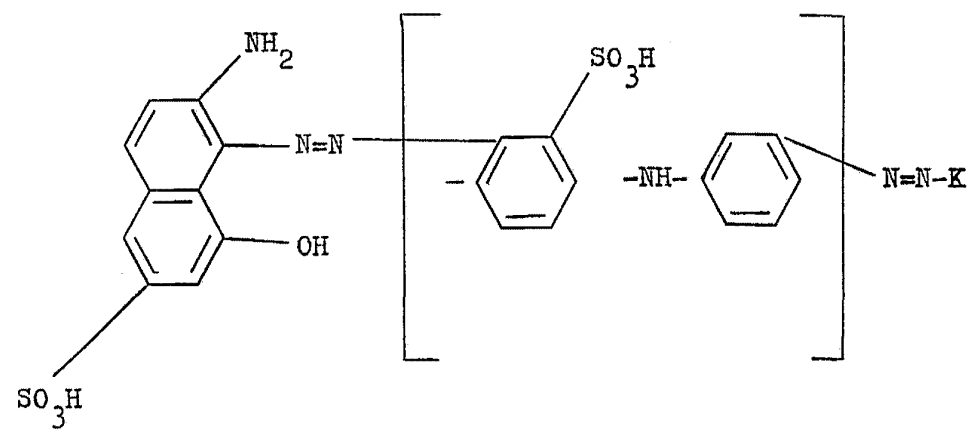
Solicitante: BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, República Federal - Alemana.

=====

Constituye el objeto de la presente invención un procedimiento para preparar colorantes disazóicos que, en forma del ácido libre, corresponden a la fórmula



5



(I)

10

en la cual K representa el resto de un componente de copulación libre de grupos azóicos, particularmente un componente de copulación de la serie que comprende arílicas de hidroxibenceno, hidroxinaftaleno, aminonaftaleno, pirazol y ácido - acetoacético.

15

20

El procedimiento para la producción de los colorantes es realizado por copulación semilateral de ácido 4,4'-diaminodifenilamino-2-sulfónico tetrazotado con ácido 2-amino-8-hidroxinaftaleno-6-sulfónico, en un medio ácido, en la relación molar de 1 : 1, y por subsiguiente copulación con un componente de copulación K - H (II) exento de grupos azóicos, preferiblemente en un medio débilmente ácido hasta alcalino.

25

30

Componentes de copulación K - H apropiados son a título de ejemplo: p-cresol, 1-fenil-3-metil-5-amino-pirazol, 1-fenil-3-metil-5-hidroxipirazol, 1-(o-cloro-fenil)-3-metil-5-hidroxipirazol, 1-(p-sulfofenil)-3-metil-5-hidroxipirazol, ácido 1-aminonaftaleno-4-sulfónico, 2-hidroxinaftaleno, ácido 2-hidroxinaftaleno-3-carboxílico, o-toluidida de ácido 2-hidroxinaftaleno-3-carboxílico, o-fenelidida de ácido 2-hidroxinaftaleno-3-carboxílico, ácido 1-hidroxinaftaleno-4-sul



fónico, ácido 2-hidroxinaftaleno-6-sulfónico, 1-amino-7-hidro
xinaftaleno, 1-acetoamino-7-hidroxinaftaleno, 1-metilsulfonil
amino-7-hidroxinaftaleno, ácido 2-amino-8-hidroxinaftaleno-6-
-sulfónico (copulación ácida ó alcalina), ácido 2-fenilamino-
5 -8-hidroxinaftaleno-6-sulfónico, ácido 2-amino-5-hidroxinafta-
taleno-7-sulfónico, ácido 2-benzoilamino-5-hidroxinaftaleno-
-7-sulfónico, ácido 2-fenilamino-5-hidroxinaftaleno-7-sulfó
nico, ácido 2,8-dihidroxinaftaleno-6-sulfónico, anilida ace-
toacética, o-anisidida acetoacética.

10 Los nuevos colorantes de fórmula (I) se prestan -
bien para teñir materiales textiles naturales y sintéticos,
por ejemplo: lana ó poliamidas, tales como poli-ε-caprolac-
tama ó productos de condensación de ácido adípico y hexameti-
lendiamina.

15 Los teñidos de poliamidas muestran, por lo general,
buena resistencia a la luz y resistencias buenas hasta muy -
buenas al agua, al lavado y al sudor.

Teñidos particularmente buenos de poliamidas son -
obtenidos con colorantes (I), en los cuales el resto K no tie
20 ne ningún grupo ácido sulfónico, y por consiguiente el colo-
rante (I) contiene tan sólo dos grupos sulfo.

Aquellos colorantes (I) que, como resto K, contie-
nen el resto del ácido 2-amino-8-hidroxinaftaleno-6-sulfóni-
co ó del ácido 2-amino-5-hidroxinaftaleno-7-sulfónico ó de -
25 sus productos N-sustituídos de copulación en medio alcalino,
se prestan especialmente también para teñir algodón y rayón.

Los colorantes pueden ser aplicados en forma de los
ácidos libres ó de sus sales, particularmente de las sales al
calinas, especialmente de las sales de sodio ó de amonio.



Ejemplo 1.

27,9 g. (0,1 mol) de ácido 4,4'-diaminofenilamino-
-2-sulfónico son agitados en una mezcla de 500 cm³. de agua y
de 46 cm³. de ácido clorhídrico (19° Bé) y son tetrazotados
5 a 0 - 5°C por adición de 60 cm³. de una solución de nitrito
de sodio (al 23 %). Antes de la copulación, el exceso de ni-
trito de sodio es destruido con solución de ácido amidosulfó
nico (= solución A).

10 23,9 g. de ácido 2-amino-8-hidroxinaftaleno-6-sul
fónico son agitados en 200 cm³. de agua y, por adición de -
unos 20 cm³. de una solución de sosa al 20 %, son disueltos
como para dar una solución débilmente ácida, pH 6,5. Tempera
tura: 10 a 15°C. Esta solución se hace entrar, en el espacio
de media hora, en la solución A. Luego se agregan 100 a 125
15 cm³. de una solución al 20 % de acetato de sodio, ajustándose
se el valor pH a 3,5 - 4. Temperatura: 0 - 5°C. Al cabo de -
aproximadamente 4 horas queda terminada la copulación semila
teral (= solución B).

20 18,3 g. de 1-fenil-3-metil-5-hidroxipirazol son -
agitados en 200 cm². de agua y disueltos por adición de unos
10 cm³. de lejía de sosa de 40° Bé. Entonces se agregan 35 g.
de sosa y se ajusta la solución con hielo a una temperatura
de 0 a 5°C (= solución C).

25 Ahora, a la temperatura de 0 a 5°C, se agregan la
solución B a la solución C, ajustándose un valor pH de 8,5,
y se agita durante 16 horas. Luego se calienta a 80°C y se -
separa el colorante por adición de sal común y se aísla por
filtración. Tiñe las poliamidas con intensos matices rubis -
que muestran una buena resistencia a la luz y muy buenas re-
30 sistencias al agua, al lavado y al sudor.



Si se trabaja como arriba se ha indicado, pero se reemplaza el 1-fenil-3-metil-5-hidroxipirazol por los componentes de copulación K - H citados en la siguiente tabla, se obtienen también valiosos colorantes que tiñen poliamidas con los matices indicados.

	<u>Componente de copulación</u>	<u>matiz sobre poliamida</u>
5	p-cresol	rojo de Burdeos
	anilida acetoacética	rojo de Burdeos
	o-anisidida acetoacética	rojo de Burdeos
10	1-fenil-3-metil-5-aminopirazol ^{*)}	rojo de Burdeos
	1-(o-clorofenil)-3-metil-5-hidroxi pirazol	color rubí
	1-(p-sulfofenil)-3-metil-5-hidroxi pirazol	color rubí
15	ácido 1-aminonaftaleno-4-sulfónico ^{*)}	rojo de Burdeos
	2-hidroxinaftaleno	violeta azulado
	ácido 2-hidroxinaftaleno-3-carbo xílico	azul obscuro
20	o-toluidida de ácido 2-hidroxinafta leno-3-carboxílico	azul obscuro
	o-fenetidida de ácido 2-hidroxinaf taleno-3-carboxílico	azul obscuro
	ácido 1-hidroxinaftaleno-4-sulfónico	violeta azulado
	ácido 2-hidroxinaftaleno-6-sulfónico	violeta
25	1-amino-7-hidroxinaftaleno	azul
	1-acetoamino-7-hidroxinaftaleno	azul
	1-metilsulfonilamino-7-hidroxi naftaleno	azul
30	ácido 2-amino-8-hidroxinaftaleno- 6-sulfónico	azul obscuro



	<u>Componente de copulación</u>	<u>matiz sobre poliamida</u>
	ácido 2-fenilamino-8-hidroxi <u>nafta</u> leno-6-sulfónico	azul grisáceo
5	ácido 2-benzoilamino-5-hidroxi <u>nafta</u> taleno-7-sulfónico	azul obscuro
	ácido 2-fenilamino-5-hidroxi <u>nafta</u> leno-7-sulfónico	azul obscuro tirante a rojo
	ácido 2,8-dihidroxi <u>nafta</u> leno-7- sulfónico	azul obscuro
10	*) Se efectúa la copulación de 1-fenil-3-metil-5-ami- nopirazol al valor pH de 4,5 y de ácido 1-aminonaftaleno-4- -sulfónico al valor pH de 5,5.	

Ejemplo 2.

15 27,9 g. (0,1 mol) de ácido 4,4'-diamino-difenilami-
no-2-sulfónico son tetrazotados como se ha descrito en el -
Ejemplo 1.

20 La solución tetrazótica es ajustada por adición de
unos 70 cm³. de solución de sosa (al 20 %) al valor pH de -
3,5 a 4. Entonces se hace entrar, en el espacio de aproxima-
damente media hora, una solución débilmente ácida (pH 6,5) -
de 52,6 g. (0,22 moles) de ácido 2-amino-8-hidroxinaftaleno-
-6-sulfónico y luego se agregan 130 cm³. de una solución de
acetato de sodio al 20 %, ajustándose un valor pH de 4,5. -
25 Temperatura: 0 a 5°C. La copulación queda terminada al cabo
de unas 40 horas. Para el aislamiento del colorante, se ca-
lienta a 80°C y se mezcla con sal común.

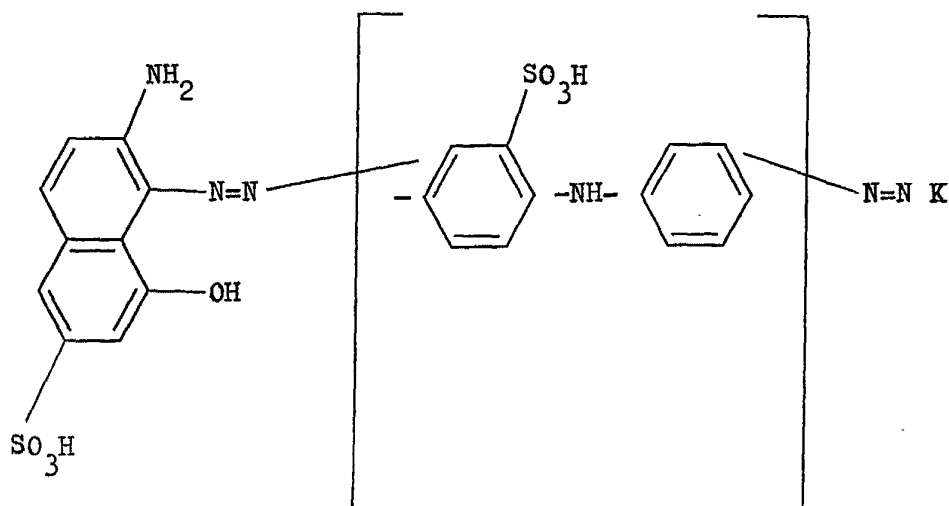
30 El colorante tiñe las poliamidas con matices viole-
tas tirando a azul. Los teñidos muestran muy buenas resisten-
cias a la luz y al mojado.



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 21 de diciembre de 1972, bajo el número P 22 62 675.1, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTOS PARA LA PRODUCCION DE COLORANTES DISAZOICOS; caracterizándose por lo siguiente:

1ª.- Procedimiento para la producción de colorantes disazóicos, que en forma del ácido libre corresponden a la fórmula



en la cual K representa el resto de un componente de copulación libre de grupos azóicos, caracterizado porque el ácido

M/G



5 4,4'-diaminodifenilamino-2-sulfónico tetrazotado se somete a la copulación en un medio ácido, en la relación molar de 1:1, con ácido 2-amino-8-hidroxinaftaleno-6-sulfónico y subsiguientemente, de preferencia en un medio débilmente ácido - hasta alcalino, con un componente de copulación libre de - grupos azóicos.

10 2ª.- Procedimiento para la producción de colorantes disazóicos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 8 hojas escritas a máquina por una sola cara.

20 DIC. 1973

Madrid

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

L. GOMEZ ACEBO Y MODEJ
p. p. Firmado: L. Gaita Fernández

mce