



28 ENE. 1975

P - 59.175

Case E.1958

Memoria descriptiva

Int. Cl.:	C09B/D06P
-----------	-----------

434213

para solicitar PATENTE DE INVENCION

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

entidad italiana

con domicilio en Largo Guido Donegani, 1/2,
Milán, Italia.

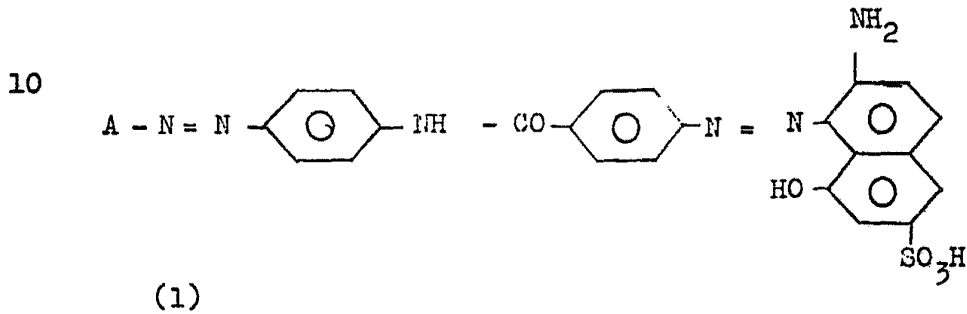
por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR COLORANTES
AZOICOS SULFONADOS"
(Clase Internacional C09b)



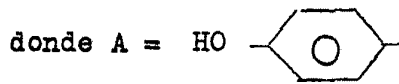
28 ENÉ. 1975

Esta invención se refiere a una nueva serie de colorantes azoicos sulfonados adecuados para el teñido directo de algodón y de las demás fibras celulósicas, tales como lino, fibras de celulosa regenerada, y cáñamo.

5 El objeto de esta solicitud de patente consiste en unos colorantes diazoicos solubles en agua que tienen la fórmula general

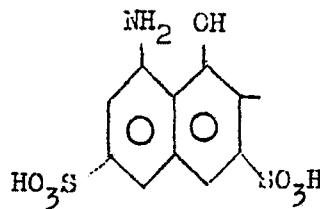


15



6

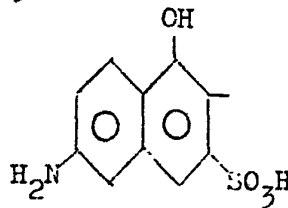
20



(Acido H)

6

25





28 ENE. 1975

Los colorantes directos antes citados tienen características de aplicación que son similares a las de los colorantes directos convencionales de la serie de la benci
dina, pero su procedimiento de fabricación no implica ningún
5 riesgo toxicológico particular. Realmente, la hencidina y sus derivados, que se usan para preparar colorantes directos, y que tienen características de aplicación similares a las de los colorantes según esta invención, son sustancias peligrosas a causa de sus efectos cancerígenos, y por
10 consiguiente su uso y preparación son extremadamente perjudiciales para los operarios.

Pueden prepararse por tetra-azotación de 4,4'-diami
no-benzanilida, y posterior copulación ácida del derivado tetraazoico con ácido 2-amino-8-naftol-6-sulfónico, y des-
15 pués se copula de nuevo, en un medio sustancialmente alcalino, con el agente de copulación seleccionado A, es decir con "ácido H", con fenol, o con ácido 2-amino-5-naftol-7-
-sulfónico, según técnicas conocidas.

Estos colorantes dan, sobre fibras celulósicas,
20 tintes con tonos oscuros que varían del violeta al rojo.

La aplicación del tinte de los colorantes según la fórmula general (1) se efectúa siguiendo los mismos métodos empleados para colorantes directos convencionales, es decir a una temperatura comprendida ordinariamente entre 50
25 y 100°C, a partir de un baño acuoso que contiene cantidades

28 ENE 1975

adecuadas de colorantes, y de 5 a 20% (con respecto al peso de la fibra) de Na_2SO_4 anhidro ó NaCl .

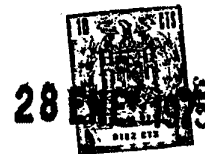
Los siguientes ejemplos se dan como ilustración no limitativa de la invención.

5 Cuando no se indica otra cosa, ha de considerarse que las "partes" se expresan en peso.

EJEMPLO 1

22,7 partes de 4,4'-diamino-benzanilida, en suspensión en 50 partes de agua y 52 partes de ácido clorhídrico de 20° Bé, se tetraazotaron, una vez enfriadas con 150 partes de hielo, añadiendo gota a gota, a 0-5°C en 30 minutos, una disolución de 14 partes de NaNO_2 en 60 partes de H_2O . Al cabo de 60 minutos de agitación, se eliminó el exceso de ácido nitroso usando ácido sulfámico. La masa resultante se neutralizó hasta coloración débil de Rojo Congo, con 7 partes de carbonato de calcio. La masa de tetraazotación se vertió en unos minutos sobre una masa de 24 partes de ácido 2-amino-8-naftol-6-sulfónico disueltas en 100 partes de agua y 13,3 partes de NaOH de 36° Bé, y se volvió a precipitar a un pH 3,5 con 28 partes de HCl de 20° Bé.

15 La masa de copulación se mantuvo a un pH de 3,5 durante aproximadamente 4 horas con 30 partes de acetato de $\text{Na} \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ a una temperatura de 0-5°C. El pH se elevó a 7,5 con 16 partes de Na_2CO_3 en forma de disolución al 20% (peso/volumen).



5 Se añadió después a la disolución un total de 32 partes de ácido H disueltas en 100 partes de agua, y 13,3 partes de NaOH de 36° Bé, y se llevó a un pH de 8,5-9 con 10 partes de Na₂CO₃, y se enfrió a 0-5°C con 100 partes de hielo.

La masa de copulación se mantuvo bajo agitación durante la noche, manteniendo el pH en 8,5-9 con pequeñas adiciones de Na₂CO₃.

10 A la mañana siguiente, toda la masa se calentó a 60°C en 4 horas, y se salinizó a 10% (peso/volumen) con 110 partes de sal gema. El conjunto se filtró bajo vacío, exprimiendo la torta cuidadosamente.

15 El producto, secado a 70-80°C durante 24 horas, teñía fibras de celulosa en un tono violeta, con bastante uniformidad y solidez.

EJEMPLO 2

22,7 partes de 4,4'-diamino-benzanilida se tetraazotaron como se ha descrito en el ejemplo 1. Al final, el exceso de ácido nitroso se extrajo con ácido sulfámico.

20 A la masa tetraazotada se le añadió en 40 minutos una disolución de 22,8 partes de ácido 2-amino-8-naftol-6--sulfónico disueltas en 125 partes de H₂O, y 13,3 partes de NaOH de 36° Bé. La totalidad de la masa se mantuvo en agitación durante la noche a un pH de 1,8-2. Se enfrió a 25 aproximadamente 10°C con 100 partes de hielo, y se añadieron



28 ENE 1975

a la disolución, en forma de una fina corriente, 9,4 partes de fenol en 50 partes de agua y 13,3 partes de NaOH de 36° Bé. Toda la masa se mantuvo en agitación durante 2 horas a un pH de 9-9,5, a una temperatura de aproximadamente 15°C.

5 Al final de la copulación, la masa total se acidificó hasta coloración clara de rojo Congo con 35 partes de HCl de 20° Bé. El colorante precipitado se filtró bajo vacío y se exprimó cuidadosamente. Se secó a 95°C.

10 El producto obtenido tiñe fibras de celulosa en un tono rojo amarillento, con bastante solidez frente a la humedad y a la luz.

EJEMPLO 3

15 22,7 partes de 4,4'-diamino-benzanilida se tetraazotaron como se ha descrito en el Ejemplo 1, y la copulación con ácido 2-amino-8-naftol-6-sulfónico se efectuó como se ha descrito en el ejemplo 2. Al final de la copulación, se añadió a la masa diazomonoazoica una disolución de 22,6 partes de ácido 2-amino-5-naftol-7-sulfónico en 150 partes de H₂O, 13,3 partes de NaOH de 36° Bé, y 5 partes de Na₂CO₃.
20 La totalidad de la masa se mantuvo bajo agitación durante 2 horas a un pH de 9-9,5 y una temperatura de 15°C. El colorante precipitó completamente.

25 Al final de la copulación, todo el material se filtró bajo vacío y se exprimó cuidadosamente. El producto se secó a 95°C.



28 ENE. 1975

El producto obtenido tinte fibras de celulosa en tonos rojos azulados, con bastante solidez a la humedad y a la luz.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Italia, el 30 de Enero de 1.974, bajo el N^o 19962 A/74, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial

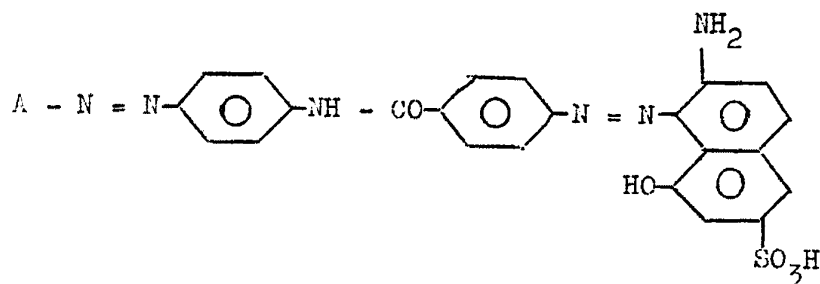
10

REIVINDICACIONES

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

1^a.- Un procedimiento para preparar colorantes azoicos sulfonados representados por la fórmula general

20

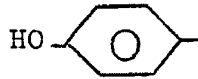


25



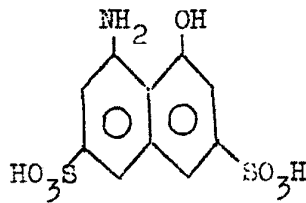
en la cual A representa:

5



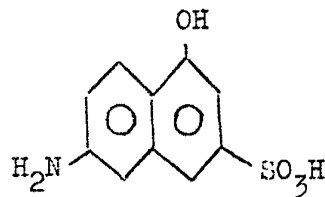
6

10



6

15



caracterizado porque se tetraazota la 4,4'-diamino-benzanilida, y el derivado tetrazoico resultante se hace reaccionar con ácido 2-amino-8-naftol-6-sulfónico en un medio sustancialmente ácido seguido por reacción en un medio sustancialmente alcalino, con fenol, con ácido 8-amino-1-naftol-3,6-disulfónico o con ácido 2-amino-5-naftol-7-sulfónico para unir el grupo A apropiado.

25

2^a.- Un procedimiento para preparar colorantes

129



28 ENE. 1975

azoicos sulfonados.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que ante
cede y con los fines que se han especificado.

5 Esta Memoria consta de nueve hojas escritas a má
quina por una sola cara.

Madrid,
P.A.

28 ENE. 1975

Fernando de Elzaburu
Por Poder.

4.1.75
AMC/