



ESPAÑA

10	ES	11	NUMERO	10	A 1
		21	442,125		
		22	FECHA DE PRESENTACION		

PATENTE DE INVENCION

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
	31	NUMERO			
		P 24 51 219.4	29 de octubre de 1.974		ALEMANIA

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			C09B//D06P, D21H		

64	TITULO DE LA INVENCION
PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE SOLUCIONES CONCENTRADAS DE CO- LORANTES Y PRODUCTOS INTERMEDIOS DE COLORANTES.	

71	SOLICITANTE (S)
BAYER AKTIENGESELLSCHAFT	

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

73	INVENTOR (ES)

72	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
D. JAIME GOMEZ-ACEBO Y MODET	

El procedimiento se caracteriza porque de un sistema acuoso ó acuoso-orgánico, que contenga sales de colorantes aniónicos de difícil solubilidad en él, o bien de sus productos previos, se retiren los cationes, que influyen la solubilidad de estos compuestos, mediante precipitación con ácido hexafluorsilícico y se sustituyen por cationes mejoradores de la solubilidad.

En los sistemas mencionados se trata, ante todo, de mezclas de reacción tal y como se obtienen generalmente en la obtención industrial de colorantes aniónicos o bien productos intermedios de colorantes y en los cuales estos compuestos se presenten preferentemente en forma de sus sales de sodio, potasio y/o alcali-térreo (preferentemente de calcio) de solubilidad relativamente difícil.

Los cationes mejoradores de la solubilidad de los colorantes aniónicos o de los productos previos, son preferentemente los iones de litio y, en sentido más amplio, los iones de amonio, es decir, también los iones de amonio sustituido.

Una variante preferente del nuevo procedimiento se caracteriza, por lo tanto, porque un sistema acuoso ó acuoso-orgánico, que contienen sales de sodio, potasio y/o calcio de difícil solubilidad en agua de tales colorantes o bien de sus productos previos, en secuencia arbitraria se mezcla con

- a) ácido hexafluorsilícico y
- b) el hidróxido, carbonato o hidrogenocarbonato del litio ó amoniacal o de una base orgánica ó, en lugar de a) y b)
- c) con una sal de a) y b)

seleccionándose las proporciones cuantitativas de manera que

la cantidad de ácido hexafluorsilícico sea aproximadamente equivalente a los iones de sodio, potasio y/o calcio presentes en el sistema y los agentes mencionados bajo b) provoquen la solución de los colorantes, o bien de los productos previos de colorantes, y en cualquier estado arbitrario del procedimiento se separan los hexafluorosilicatos precipitados.

Preferentemente se agregan los agentes mencionados bajo b) en la cantidad equivalente a los grupos ácidos presentes en los colorantes ó bien productos previos.

Según el procedimiento de la presente invención se logran obtener soluciones de colorantes o bien soluciones de productos previos de colorantes estables con un contenido de un 10 a 50, preferentemente 20 a 40 % en peso.

El nuevo procedimiento es fundamentalmente adecuado para la obtención de soluciones concentradas estables de todos los tipos de colorantes, inclusive de los blanqueadores ópticos, que contienen grupos aniónicos, tales como grupos carboxilo, sulfamida, ácidos fosfórico y, ante todo, grupos ácido sulfónico y/o las estructuras aniónicas de complejos de metal.

Preferencia la tienen los colorantes mono- y polizoicos eniónicos, especialmente los colorantes polizoicos de penetración directa, así como los blanqueadores ópticos del tipo estilbena.

Bajo "productos previos de colorantes" se entienden aquellos productos de partida que directamente, es decir, mediante una reacción de una sola etapa, eventualmente también de dos etapas, tal como disotación y copulación ó condensación, conducen al colorante correspondiente.

La reacción se realiza según el procedimiento

de la presente invención se puede efectuar fundamentalmente en cualquier secuencia arbitraria siempre que se cuide, debido a la conocida sensibilidad del ácido hexfluorsilícico y de sus sales, que el medio de reacción tenga un pH inferior a 6, preferentemente inferior a 3,5.

Por ejemplo, es posible agregarle a una suspensión de la sal sódica, potásica o cálcica del colorante o bien de los productos previos del colorante, la cantidad calculada del ácido hexfluorsilícico y después uno de los compuestos mencionados bajo b), no debiéndose forzosamente neutralizar la solución a preparar, ya que para algunos fines de aplicación, tal como para el teñido de papel o de poliamida, de todas maneras se han de emplear soluciones de colorantes ácidas.

Otra variante consiste en mezclar una solución de ácido hexfluorsilícico, por ejemplo, con la cantidad equivalente de uno de los compuestos mencionados bajo b) y después se introduce la cantidad correspondiente del colorante o bien del producto previo de colorante, por ejemplo, en forma de una torta de prensado húmeda.

En algunos casos puede ser también conveniente introducir la sal de colorante de difícil solubilidad en ácido fluorsilícico, separar el hexfluorsilicato precipitado y solo entonces agregar uno de los compuestos mencionados bajo b). Esta variante del procedimiento con la separación intermedia del fluorsilicato será siempre necesaria cuando se haya de obtener una solución concentrada cuyo pH sea superior a 3,5.

Ocasionalmente ha demostrado ser ventajoso precipitar los iones de alcali ó bien de alcali-térreo que

evitan la preparación de soluciones de colorantes concentradas ya en un estado de producto previo.

Por ejemplo, se recomienda a veces, en la obtención de las soluciones de la serie de colorantes azoicos, el efectuar la diazotación de los productos previos de colorante que contienen grupos amino, con nitrito de sodio, potasio y/o calcio en presencia de ácido hexafluorsilícico (bajo sustitución parcial o total del ácido clorhídrico usual), después agregar el componente de copulación, en caso dado mezclado con ácido hexafluorsilícico, terminar a continuación la reacción de copulación mediante adición de los agentes mencionados bajo b) a un pH inferior a 3,5 y finalmente separar los silicatos de Na-, K y/o Ca-hexafluor precipitados de la solución de colorante concentrada obtenida.

En las reacciones de copulación con sales diazónicas fácilmente solubles en agua, que se efectúan a un pH superior a 3,5, se liberará la solución de sal diazónica antes de su reunión con un componente de copulación libre de sal de Na, K ó Ca, de los hexafluorsilicatos que se han formado durante la diazotación.

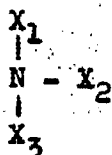
La separación de los hexafluorsilicatos se efectúa según métodos usuales, tales como filtración, centrifugación o decantación.

En la obtención de soluciones concentradas de colorantes, o bien de productos previos de solubilidad especialmente difícil, es frecuentemente ventajoso agregarle a los sistemas disolventes orgánicos miscibles con agua, tales como alcoholes, alcoholéteres, amidas de ácido carboxílico, ureas, sulfóxidos y otros, como facilitadores de la disolución.

El intercambio, a realizar según la presente invención, de cationes que dificulten la disolución por cationes que faciliten la disolución se puede realizar dentro de un amplio margen de temperaturas. Por lo general se trabaja a 10 - 100°C, preferentemente entre 20 y 70°C. Solo con colorantes sensibles no deberá sobrepasar la temperatura ambiente.

Una variante especial del procedimiento consiste en tratar las suspensiones o pastas de las sales de colorantes de difícil solubilidad con los agentes mencionados bajo a) y b) ó bien c) a temperaturas más elevadas y bajo separación por destilación de agua.

Bases orgánicas adecuadas son, ante todo, las aminas, preferentemente aquellas que se describen, por ejemplo, en la publicación alemana DOS 2 021 520 y DOS 2 152 523 y que se pueden caracterizar por la fórmula siguiente:



donde X_1 significa alquilo, hidroxialquilo, alcoxialquilo ó $-(C_2H_4O)_n-H$, X_2 y X_3 signifiquen X_1 ó H y X_1 y X_2 , además, junto con el átomo de nitrógeno pueden formar un heterociclo saturado y donde los restos alquilo o alcoxi mencionados tienen 1 a 4 átomos de carbono y n representa 2 a 10, preferentemente 2 a 4, así como sus productos de cuaternización.

Como ejemplos sean mencionados: etanolamina, dietanolamina, trietanolamina, tris[2-(2-hidroxiatoxi)-etil]amina, mono, di- y tri-propanol- ó -isoptopenol-amina, 2-amino-propandiol-(1,3), 2-amino-2-metilol-propandiol-(1,3), 2-

amino-2-etil-propandiol-(1,3), D-glucosemina, tetra/2-(2-hi-
droxi-etoxi)-etil/amonio-hidróxido, etilo-disamina, dimetil-
6 dietil-etanolamina. β -amino- β' -hidroxi-dietiléster, mor-
folina, piperidina, N-hidroxi-etilpiperidina así como sus sa-
5 les amónicas. Asimismo son adecuadas las mezclas de las ami-
nas arriba mencionadas y/o de sus sales amónicas.

El procedimiento de la presente invención es
especialmente adecuado para la obtención de soluciones de
colorantes estilbenzo ó estilbenazoxi, tal y como se descri-
10 ben por ejemplo, en las patentes alemanas 38 735, 883 024 ó
922 123 o bien se caracterizan por los siguientes números en
"Colour-Index": 40 000 hasta 40 006, 40 015, 40 025, 40 030,
40 045, 40 050, 40 055, 40 065, 40 066, 40 070, 40 205, 40
210, 40 215, 40 220, 40 225, 40 230, 40 235, 40 240, 40 245,
15 40 260, 40 265, 40 270, 40 275, 40 290, 40 291, 40 295, 40
500, 40 510.

Aquí se procede, por ejemplo, condensando las
sales sódicas, potásicas y/o calcícas de los ácidos nitro-
arilsulfínicos, tales como ácido 4-nitrotolueno-2-sulfónico,
20 ácido 4,4'-dinitroestilben-2,2'-disulfónico ó sus mezclas,
en caso dado bajo adición de aminas aromáticas, heterocíclic-
as o carbocíclicas adecuadas, por ejemplo, colorantes ami-
noazoicos y/o agentes de reducción, en forma en sí conocida
con lejía sódica o potásica acuosa y/o lechada de cal, en ca-
25 so dado, tratando reductiva y/o oxidativamente la mezcla de
reacción, precipitando de la solución de colorante obtenida
los iones de Na, K y/o Ca bajo adición de la correspondiente
cantidad de ácido hexafluorsilícico y agregando simultánea-
mente, ó a continuación, una cantidad de los compuestos básicos
30 mencionados bajo b) en una cantidad equivalente a los grupos

ácido sulfónico presentes en los colorantes.

Este procedimiento se puede modificar también en el sentido de que la condensación se efectue con las lejías acuosas mencionadas ya en presencia de una cantidad de iones de litio equivalente a los grupos sulfo y a continuación se precipitan los iones de Na, K y/o Ca con ácido hexafluorsilícico.

En la serie de los colorantes azoicos el procedimiento de la presente invención es también excelentemente adecuado para la obtención de colorantes ácidos con una agrupación úrea de fórmula $-NH-CO-NH-$. Aquí se procede, por ejemplo, fosgenizando colorantes aminoazoicos ácidos adecuados en la forma usual en presencia de, por ejemplo, lejía sódica, separando de la mezcla de reacción obtenida los iones sodio por precipitación con ácido hexafluorsilícico y transformando el colorante ácido con la agrupación úrea en una solución estable mediante adición de los agentes mencionados bajo b).

Las soluciones obtenibles según el procedimiento de la presente invención se caracterizan por alta estabilidad al almacenamiento a temperaturas entre 0 y 40°C, buena miscibilidad con agua fría y caliente y comoda utilización. Las soluciones de colorante son adecuadas para teñir materiales fibrosos naturales y sintéticos teñibles con colorantes ácidos, tales como de lana, seda, cuero, superpoliamidas y celulosa, especialmente papel.

Esto último vale ante todo para las soluciones de colorantes de estilbenazo y estilbensoxi e preperar preferentemente, ya que gracias a su excelente capacidad de penetración solo tiñen muy reducidamente las aguas residuales.

Las soluciones de colorante se pueden agregar a la masa de papel directamente, es decir, sin diluir previamente.

5 Las soluciones obtenibles según el presente procedimiento de productos previos de colorantes son adecuadas, debido a su manipulación fácil, para la obtención de soluciones de colorante estables concentradas.

10 Los hexafluorsilicatos que se obtienen en el procedimiento de la presente invención no son productos residuales molestos, ya que estos se pueden seguir elaborando en forma aprovechable según métodos conocidos, por ejemplo, a criolita y otros valiosos compuestos del fluor.

15 En los ejemplos siguientes "partes" significan partes en peso, "%" representan % en peso y las indicaciones de temperatura se hacen en grados centígrados.

Ejemplo 1

20 21,7 partes (0,1 moles) de ácido 4-nitrotolueno-2-sulfónico se disuelven en forma de una torta de prensado al 77 % húmeda en 30 partes de agua y se somete con 21 partes de lejía sódica al 30 % en la forma usual, a 75 - 78°C durante 4 horas a la autocondensación. Después de enfriar a unos 60°C se introduce la suspensión de colorante formada en 51 partes de ácido hexafluorsilícico al 30 % bajo agitación y se mezcla con 28,5 partes de tris- $\overline{2}$ -(2-hidroxi-
25 etil)-amina. Después de enfriar a temperatura ambiente se separa por filtración el hexafluorsilicato sódico precipitado. Se obtiene una solución al 36 % de la sal tris- $\overline{2}$ -(2-hidroxi-etoxi)-etil)-amónica del Direct Yellow 11 (C.I. 40 000).

Empleando en el ejemplo de arriba, en lugar de

tris- $\sqrt{2}$ -(2-hidroxietoxi)-etil/-amina, la cantidad equivalente de diisopropenolamina, una mezcla de mono- ó diisopropenolamina ó triisopropenolamina, se obtienen asimismo soluciones de colorante de alta concentración.

5 Ejemplo 2

21,7 partes (0,1 moles) de ácido 4-nitrotolueno-2-sulfónico se disuelven en forma de una torta de filtración húmeda al 77 % en 30 partes de agua y en la forma usual se someten con 21 partes de lejía sódica a 75 - 78°C durante 10 30 minutos a la autocondensación. En el transcurso de 30 minutos se introducen 17 partes de glucosa, con lo que la temperatura sube a unos 90°. A esta temperatura se sigue condensando durante 3 horas bajo agitación. Después de enfriar a 15 60°C se introduce la pasta de colorante formada en 49 partes de ácido hexafluorsilícico al 31 %, bajo agitación, y se mezcla con 28,5 partes de tris- $\sqrt{2}$ -(2-hidroxi-etoxi)-etil/-amina. Después de enfriar a temperatura ambiente se separa por filtración de la solución de colorante formada el hexafluorsilicato sódico precipitado. Se obtiene una solución al 38 % de 20 la sal tris- $\sqrt{2}$ -(2-hidroxi-etoxi)-etil/-amónica del colorante Direct Orange 15 (C.I. 40 002).

Ejemplo 3

La suspensión de colorante obtenida como descrito en el ejemplo 1 se mezcla, después de condensar durante 25 4 horas con 6 partes de ácido 4-amino-azobenceno-4'-sulfónico y bajo agitación se calienta durante 9 horas bajo reflujo. Después de enfriar a unos 60° se introduce la suspensión de colorante marrón-rojizo oscuro formada en 54,5 partes

de ácido hexafluorsilícico al 29,4 % y esta mezcla se mezcla a continuación con 30 partes de tris- β -(2-hidroxi-etoxi)-etil-amina. Después de enfriar a temperatura ambiente se separa por filtración el fluorsilicato sódico precipitado. Se obtiene una solución al 42 % de la sal tris- β -(2-hidroxi-etoxi)-etil-amónica de un colorante que tinte el papel en tonalidades de color naranja.

Empleando en el ejemplo de arriba, en lugar de tris- β -(2-hidroxi-etoxi)-etil-amina 14 partes de diisopropenolamina y 10 partes de úrea, se obtiene una solución al 31 % de sal diisopropenolamónica del mismo colorante.

Ejemplo 4

101 partes (0,1 moles) de ácido 4,4'-dinitro-estilben-2,2'-disulfónico (sal disódica) en forma de una torta de prensado húmeda al 46,5 % se suspenden junto con 45,5 partes (0,1 moles) de ácido 4-amino-azobenceno-4'-sulfónico (al 61 %) en 180 partes de agua y, después de agregar 42 partes de una lejía sódica al 30 %, se hierve durante 6 horas bajo reflujo. Después de enfriar a 75° se agregan 4,2 partes de glucosa y la mezcla se mantiene durante otras 3 horas a 75°C. 10 partes de peróxido de hidrógeno al 35 % se gotean, después de enfriar a 60°C, en el plazo de 5 minutos. Después de otros 10 minutos se introduce la suspensión de colorante formada en 177 partes de ácido hexafluorsilícico al 29,4 %, a continuación se agregan 84,5 partes (0,3 moles) de tris- β -(2-hidroxi-etoxi)-etil-amina. Después de enfriar a temperatura ambiente se separa por filtración del fluorsilicato sódico precipitado. Se obtiene una solución al 27 %, rojo oscuro, de la sal del colorante tris- β -(2-hidro-

xi-etoxi)-etil]-amónico, que tiñe el papel en tonalidades naranja tirando a amarillo.

Ejemplo 5

5 101 partes (0,1 moles) de ácido 4,4'-dinitro-
estilben-2,2'-disulfónico (sal disódica) en forma de una
torta de prensado húmeda al 46,5 % se agitan junto con 80 par-
tes (0,1 moles) de ácido 4-amino-2-metil-5-metoxi-azobenceno-
3'-sulfónico en forma de una torta de prensado húmeda al
40 % en 50 partes de agua y durante 3 horas se calienta bajo
10 reflujo con 60 partes de lejía sódica al 30%. Después de
enfriar a 85°C se agregan 10 partes de glucosa y se sigue a-
gitando durante 2 horas a 90°C. Después de enfriar a 80°C se
agregan en el plazo de 10 minutos 10 cc de peróxido de hidró-
geno al 35 % y se sigue agitando hasta que la temperatura ha-
15 ya bajado a 60°C. La suspensión de colorante formada se in-
troduce en 245 partes de ácido hexafluorsilícico al 29,4 %
y a continuación se mezcla con 90 partes de tris-[2-(2-hi-
droxi-etoxi)-etil]-amina. Después de enfriar a temperatura
ambiente se separa por filtración el fluorsilicato sódico
20 precipitado. Se obtiene una solución aproximadamente al 30 %
de la sal de colorante tris-[2-(2-hidroxi-etoxi)-etil]-amóni-
co, que tiñe el papel en tonalidades marrón rojizas.

Ejemplo 6

25 En una solución de 176 partes de ácido hexa-
fluorsilícico al 30 % y 164,5 partes de tris-[2-(2-hidroxi-
etoxi)-etil]-amina se introducen bajo agitación 203,2 par-
tes (0,2 moles) del colorante Direct Orange 49 (C.I. 21 050)
como pasta húmeda, aproximadamente al 58 %, en forma de la

5 sal tetrasódica. A continuación se agregan 31 partes de la
amina arriba mencionada. Después de haberse disuelto el colo-
rante se separa por filtración del hexafluorsilicato sódico
precipitado. El residuo se lava ulteriormente con 65 partes
de agua. Se obtiene una solución al 58 % de la sal tris-2-
(2-hidroxi-etoxi)-etil]-amónica.

10 Empleando en el ejemplo de arriba, en lugar
de tris-2-(2-hidroxi-etoxi)-etil]-amina la cantidad equiva-
lente de dietanolamina, trietanolamina, diisopropanolamina,
una mezcla de mono- y di-isopropanolamina o triisopropanol-
amina se obtienen asimismo soluciones de colorantes.

Ejemplo 7

15 93,7 partes (0,2 moles) del colorante ácido
2-amino-8-hidroxi-1-(2'-trifluormetil-4'-cloro-benzolazo)-
naftalin-6-sulfónico (como pasta húmeda aproximadamente al
60 % en forma de la sal sódica) se introducen bajo agitación
en 354 partes de dietilenglicolmonometiléter. Después se vien-
ten 84,6 partes de ácido hexafluorsilícico al 30 % y 146 par-
tes de tris-2-(2-hidroxi-etoxi)-etil]-amina. La suspensión
20 se calienta, bajo destilación de agua, hasta a 135°. Después
de enfriar a temperatura ambiente se separa por filtración el
hexafluorsilicato de sodio precipitado. Se obtiene una solu-
ción al 22 % de colorante de la sal tris-2-(2-hidroxi-etoxi)-
etil]-amónica.

25 Ejemplo 8

A una solución de 161 partes de diisopropanol-
amina y 357 partes de ácido hexafluorsilícico (al 31 %) se
agregan 191 partes (0,2 moles) de Direct Yellow 50 (C.I.

29 025) (como pasta húmeda aproximadamente al 41 % de la sal tetrasódica). Después se agregan, bajo agitación, otras 22,8 partes de diisopropilamina. Después de haberse disuelto el ácido sulfónico del colorante como sal diisopropanolamónica se separa por filtración del hexafluorsilicato precipitado. Se obtiene una solución al 30 % de la sal diisopropanolamónica.

Ejemplo 9

142,4 partes (0,2 moles) de colorante fosgenado de ácido 4-amino-3-metoxi-azobenceno-3'-sulfónico (0,2 moles) (como pasta aproximadamente al 37 % y en forma de la sal disódica) se mezclan bajo agitación con 200 partes de ácido hexafluorsilícico al 31 % y 266 partes de tris-[2-(2-hidroxi-etoxi)-etil]-amina. Después de haberse disuelto el colorante se separa por filtración del hexafluorsilicato sódico precipitado. Se obtiene una solución al 33 % de la sal tris-[2-(2-hidroxi-etoxi)-etil]-amónica que mediante adición de urea se puede estabilizar en caso dado para temperaturas más bajas.

Empleando en el ejemplo de arriba, en lugar del colorante de ácido 4-amino-3-metoxi-azobenceno-3'-sulfónico la mezcla de colorantes que se forme por fosgenación de ácido 4-amino-3-metoxi-azobenceno-3'-sulfónico y ácido 4-amino-4'-metil-3-metoxi-azobenceno-3'-sulfónico, se obtiene una solución de colorante al 35 % con la amina arriba mencionada.

Ejemplo 10

21,7 partes (0,1 mol) de ácido 2-etoxi-5-amino-

no-bencenosulfónico se agitan con 80 partes de agua y 40 partes de ácido hexafluorsilícico al 27,9 %. Se agregan 60 partes de hielo y se gotean 23,5 partes de solución al 30 % de nitrito sódico. Después de agitar durante 15 minutos se separa por filtración del fluorsilicato sódico precipitado; en el filtrado se destruye el nitrito en exceso con algo de ácido amidosulfónico.

24,7 partes (0,049 moles) de ácido N,N'-carbónil-bis-(6-amino-1-nafteno-3-sulfónico) como pasta húmeda aproximadamente al 40 % se agitan con 160 partes de agua, se calienta a 45° y se disuelve con 40 partes de solución al 25% de amoníaco. Se agrega la solución de diazotación arriba mencionada y la mezcla de reacción se sigue agitando durante una hora. Se obtiene así una solución concentrada de la sal del colorante amónico.

Ejemplo 11

43,3 partes (0,1 moles) del colorante ácido 2-amino-8-hidroxi-1-(2'-trifluorometil-benzolazo)-naftalin-6-sulfónico (como pasta húmeda, aproximadamente al 65 %, en forma de la sal sódica) se introducen bajo agitación en 50 partes de dietilenglicolmonoetiléter, se mezcla con 31 partes de ácido hexafluorsilícico al 35,4 % y se calienta a 50°C, después se agregan 34 partes de tris-[2-(2-hidroxi-etoxi)-etil]-amino y la mezcla de reacción se enfría a temperatura ambiente. El fluorsilicato sódico precipitado se separa por filtración. Se obtiene una solución aproximadamente al 47 % del sulfonato del colorante tris-[2-(2-hidroxi-etoxi)-etil]-amónico.

Ejemplo 12

41,6 partes (0,1 moles) del colorante Acid Blue 25 (C.I. 62 055) como sal sódica aproximadamente al 89 % se agitan en una mezcla de 40 partes de agua y 50 partes de dietilenglicolmonoetiléter, se mezcla con 41 partes de ácido hexafluorsilícico al 35,4 % y se calienta a 50°C. Después de agregar 44 partes de tris- β -(2-hidroxi-etoxi)-etil-amine se disuelve totalmente el colorante. Después de enfriar a temperatura ambiente se separa por filtración el fluorosilicato sódico precipitado. Se obtiene una solución al 32 % de la sal tris- β -(2-hidroxi-etoxi)-etil-amoníaca.

Ejemplo 13

82 partes (0,1 mol) de ácido 1-amino-8-nafteno-3,6-disulfónico, sal monosódica, en forma de una torta de prensado húmeda, se agitan en 70 partes de agua y 24,6 partes de ácido hexafluorsilícico al 32,5 % y después de agregar 59,3 partes de tris- β -(2-hidroxi-etoxi)-etil-amine se sigue agitando durante aproximadamente 1 hora. El fluorosilicato sódico precipitado se separa por filtración. Se obtiene una solución aproximadamente al 44 % de la sal tris- β -(2-hidroxi-etoxi)-etil-amoníaca del ácido aminonaftoldisulfónico arriba mencionado.

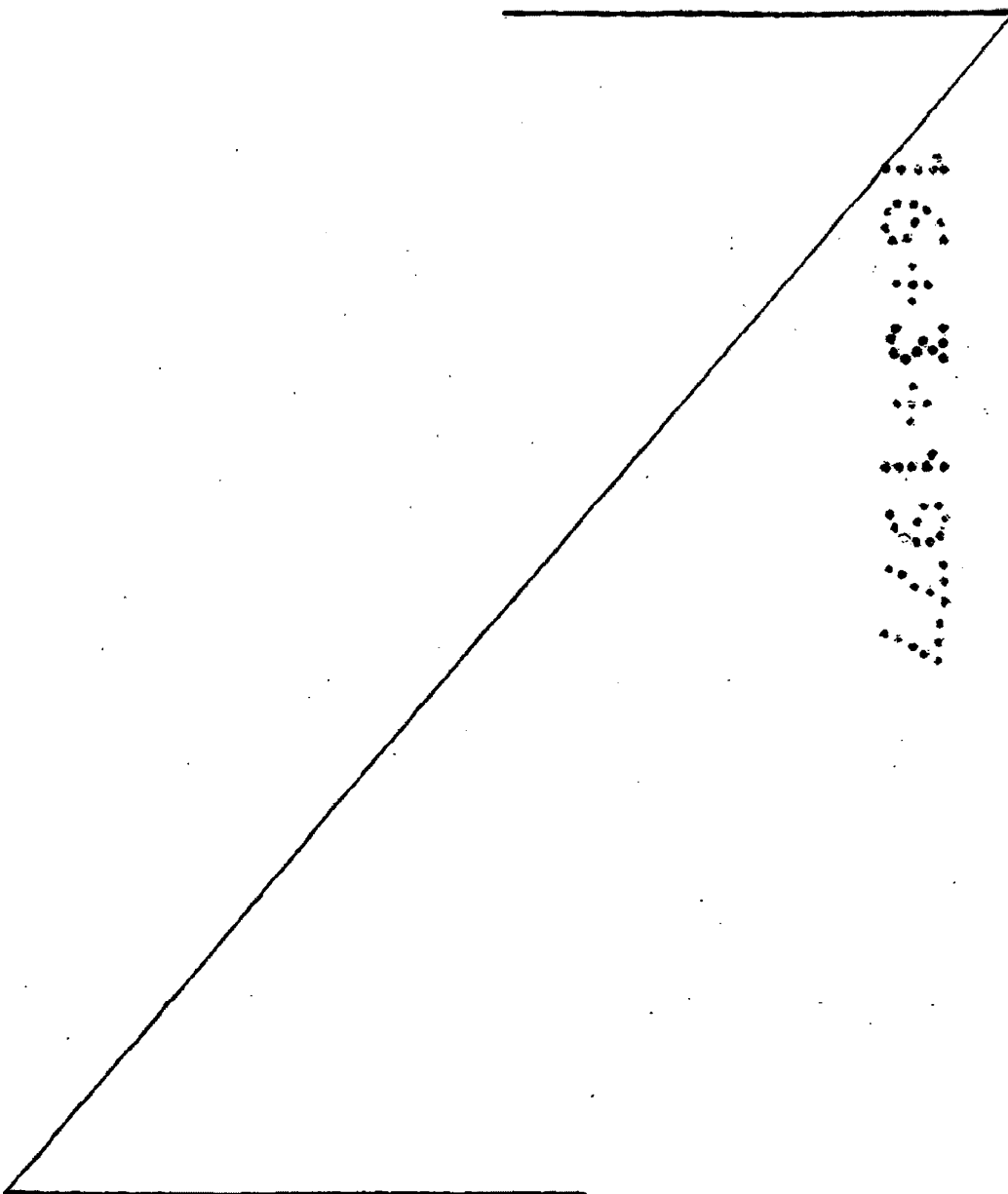
Ejemplo 14

Empleando según las instrucciones del ejemplo 13 37,5 partes (0,1 moles) de ácido 7-acetilamino-1-nafteno-3-sulfónico, sal sódica en forma de una torta de prensado húmeda, así como 70 partes de agua, 27,5 partes de ácido hexafluorsilícico al 32,5 % y 33 partes de tris- β -(2-hidro-

en forma de torta de prensado húmeda, se hace reaccionar en 70 partes de agua con 18,6 partes de ácido hexafluorsilícico y 11 partes de diisopropanolamina.

5

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.



REIVINDICACIONES

5 1º.- Procedimiento para la obtención de soluciones concentradas de colorantes y productos intermedios de colorantes, en particular para la obtención de soluciones acuosas o acuoso-orgánicas concentradas, pobres en electrolito, de colorantes aniónicos o bien de productos previos de tales colorantes, caracterizado porque se hace reaccionar un sistema acuoso o acuoso-orgánico que contenga sales de difícil solución de colorantes aniónicos, o bien de sus productos previos, con ácido hexafluorsilícico para precipitar los cationes que influyen en la solubilidad de estos compuestos, los cuales se sustituyen por cationes mejoradores de la solubilidad.

15 2º.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque soluciones acuosas o acuoso-orgánicas o suspensiones de sales sódicas, potásicas y/o cálcicas de colorantes aniónicos o bien de sus productos previos, en secuencia arbitraria, se hacen reaccionar con: a) ácido hexafluorsilícico y b) el hidróxido, carbonato o hidrogenocarbonato del litio, o amoníaco, o de una base orgánica ó, en lugar de a) y b), c) con una sal de a) y b); y en un estado arbitrario del procedimiento se separan los hexafluorsilicatos precipitados.

25 3º.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque las proporciones cuantitativas se seleccionan de manera que la cantidad de ácido hexafluorsilícico sea aproximadamente equivalente a los iones de sodio, potasio y/o calcio presentes en el sistema y los agentes mencionados bajo b) provocan la solución de los colorantes o bien productos previos de colorantes.

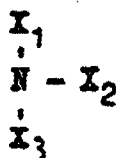
30

4^a.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque los agentes mencionados bajo b) se agregan en cantidades que sean como mínimo equivalentes a los grupos ácidos presentes en los colorantes, o bien en los productos previos de los colorantes.

5^a.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como colorantes se emplean colorantes poliazóicos de penetración directa o blanqueadores ópticos del tipo estilbena.

6^a.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como colorante se emplean productos de condensación alcalinos de ácidos nitroarilsulfónicos y, en caso dado colorantes eminoazóicos.

7^a.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como bases orgánicas se emplean aminas de fórmula



donde X_1 significa alquilo, hidroxialquilo, alcoxialquilo ó $-(C_2H_4O)_n-H$, X_2 y X_3 significan X_1 ó H y X_1 y X_2 , además, junto con el átomo de nitrógeno pueden formar un heterociclo saturado, donde el mencionado resto alquilo o alcoxi muestra hasta 4 átomos de carbono y n representa 2 a 10, preferentemente 2 a 4 ó sus sales amónicas y mezclas de los compuestos amínicos.

