

3
442477

PATENTE DE INVENCION

Ref: Le A 16 040-Sp.

Int. Cl.: C09B//D06B

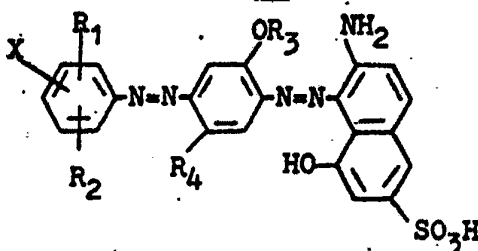
Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR COLORANTES DISAZOICOS.

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

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



5

POOR QUALITY

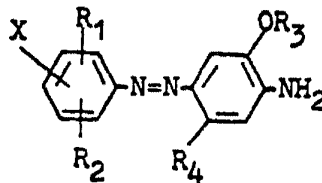
5. donde X significa hidrógeno ó un grupo ácido sulfónico, R₁ significa hidrógeno, alquilo, halógeno, nitro o alcoxi, R₂ significa hidrógeno, alquilo o halógeno, R₃ significa alquilo y R₄ significa hidrógeno, alquilo o alcoxi, así como su obtención y empleo para teñir cuero y poliamidas sintéticas.

Los restos de alquilo y alcoxi anteriormente mencionados muestran preferentemente 1 a 4 átomos de carbono; tienen preferencia metilo o bien metoxi. Bajo "halógeno" se entiende especialmente cloro.

10. Colorantes según la presente invención especialmente preferentes son aquellos de fórmula I donde

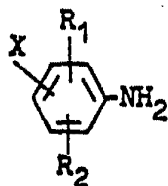
- 1) X significa un grupo ácido sulfónico, R₁ y R₂, independientes entre si significan hidrógeno, metilo o cloro y R₃ y R₄ significan metilo, ó
15. 2) X y R₂ significan hidrógeno, R₁ significa un grupo nitro y R₃ y R₄ significan metilo.

Los nuevos colorantes se pueden obtener diazotando colorantes aminoazoicos de fórmula

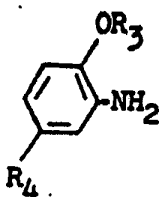


25. donde R₁ a R₄ y X tienen los significados arriba indicados y copulando en forma ácida con ácido 2-amino-8-hidroxinaftalín-6-sulfónico ("ácido γ").

Los colorantes aminoazoicos de fórmula II se obtienen, en forma en si conocida, diazotando aminas de fórmula



y copulando con aminas de fórmula



IV

(o correspondientes ácidos ω -N-metansulfónicos) y en caso dado disociando el resto sulfonilmetilo.

Aminas de fórmula III adecuadas son, por ejemplo: ácido 3-aminobencenosulfónico, ácido 4-aminobencenosulfónico, ácido 2-amino-5-metilbencenosulfónico, ácido 2-amino-3,5-dimetil-bencenosulfónico, ácido 2-amino-5-clorobencenosulfónico, ácido 2-amino-5-nitrobencenosulfónico, ácido 4-amino-2,5-diclorobencenosulfónico, 2-nitro-anilina, 3-nitroanilina, 4-nitroanilina, 2-cloroanilina, ácido 5-amino-2-metilbencenosulfónico, ácido 5-amino-2-clorobencenosulfónico, ácido 3-amino-4-metoxibencenosulfónico, 4-cloroanilina.

Aminas de fórmula IV adecuadas como componentes de copulación son, por ejemplo: 2-metoxi-5-metil-anilina, 2,5-dimetoxianilina, 2,5-dietoxianilina y 2-metoxianilina, en caso dado en forma de sus ácidos ω -N-metansulfónicos.

Los colorantes son especialmente adecuados para teñir poliamidas tales como poli- ϵ -caprolactama ó productos de condensación de ácido adípico y hexametilendiamina.

Los colorantes son además adecuados para teñir cuero.

Los teñidos se destacan por buena solidez al agua, al lavado y al sudor, así como por buena solidez a la luz. Los colorantes se pueden emplear en forma del ácido libre o de sus sales, en especial de las sales alcalinas (preferentemente las sales de sodio o de litio) ó de las sales

amónicas.

Ejemplo 1

20,1 g de ácido 2-amino-3,5-dimetilbencenosulfónico se disuelven en 300 cc de agua de 70° y se mezcla con 6,9 g de nitrito sódico. Esta solución se vierte a una mezcla de 28 cc de ácido clorhídrico de 19° Bé, 100 cc de agua y 170 g de hielo. Se sigue agitando durante 1 hora a 20°C. El exceso de nitrito se destruye en la forma usual con ácido amidosulfónico. En la solución de sal diazónica así obtenida se gotea una solución de 15 g de 2-metoxi-5-metilanilina en una mezcla de 100 cc de agua y 15,4 cc de ácido clorhídrico 19° Bé, manteniéndose la temperatura entre 20 y 25°C mediante adición de hielo. Después se agrega lentamente una solución acuosa de 43 g de acetato sódico cristalizado hasta alcanzar el pH de 4,5. La mezcla de reacción se sigue agitando durante 16 horas. Después se acidifica con 28 cc de ácido clorhídrico (pH 1,5) y el colorante aminoazoico se separa por filtración.

La torta de filtración húmeda se disuelve en una mezcla de 270 cc de agua (40°C) y 10 cc de lejía sódica a 40° Bé, se mezcla con 2,5 g de carbón A y se clarifica. La solución clarificada se mezcla con 6,9 g de nitrito sódico y se agrega a una mezcla de 300 cc de agua, 35 cc de ácido clorhídrico 19° Bé y 170 g de hielo. Después se agita durante 3 horas (temperatura 5°C) y el exceso en nitrito se destruye con ácido amidosulfónico.

En esta solución de sal diazónica se vierte una solución acuosa de ácido 2-amino-8-hidroxinaftalin-6-sulfónico (pH 6,5). Después se ajusta la mezcla de copulación

mediante adición de unos 150 cc de solución de acetato sódico al 20 % a un pH de 4,5. Se sigue agitando durante 16 horas a 5 - 10°C.

5

Para aislar el colorante se calienta a 80°C, se mezcla con 30 cc de lejía sódica 40°Bé y 200 g de sal común. El colorante así obtenido tiñe las fibras de poliamida de color violeta.

Ejemplo 2

10

17,3 g de ácido 4-aminobenzenosulfónico se diazotan en la forma usual con 6,9 g de nitrito sódico y se copula ácido con 14,1 g de 2-metoxi-5-metilánilina. La mezcla de copulación se calienta después de agitar durante 16 horas a 50°C, se acidifica con ácido clorhídrico 19° Bé y el colorante aminoazoico cristalizado se separa por filtración.

15

La torta de filtración húmeda del colorante aminoazoico se disuelve en una mezcla de 250 cc de agua y 11 cc de lejía sódica a 80°C y se diazota en la forma usual con 7,2 g de nitrito sódico.

20

25,1 g de ácido 2-amino-8-hidroxinaftalin-6-sulfónico se disuelven en 300 cc de agua y 25 cc de solución de sosa (al 20 %). Esta solución se vierte a una mezcla de 100 cc de agua, 100 g de hielo y 15 cc de ácido clorhídrico 19° Bé con lo que se precipita el ácido 2-amino-8-hidroxinaftalin-6-sulfónico finamente repartido.

25

En esta mezcla se vierte la solución de sal diazónica del colorante aminomonoazoido en el plazo de una hora. Después se ajusta a 5 - 10°C con unos 150 cc de solución de acetato sódico al 20 % a un pH de 4,5. Después de

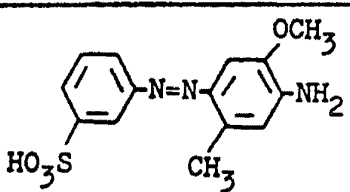
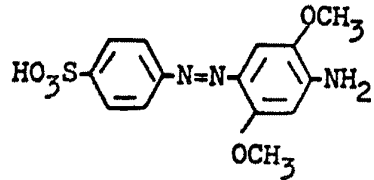
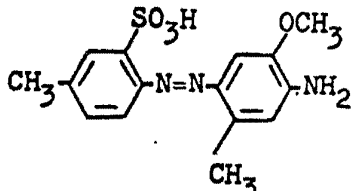
agitar durante 16 horas se ajusta mediante lenta adición de unos 40 g de bicarbonato sódico a un pH de 5,5 a 6 y se sigue agitando durante otras 2 horas.

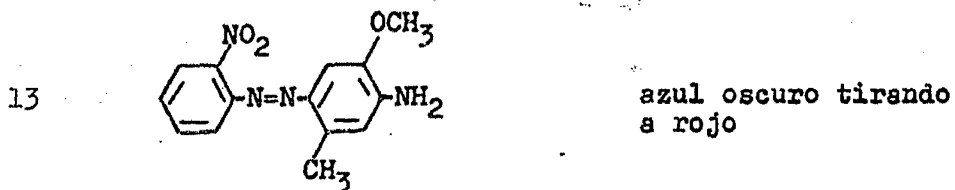
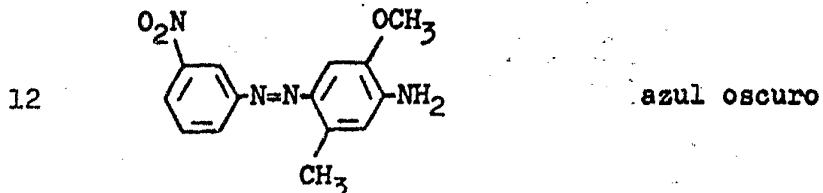
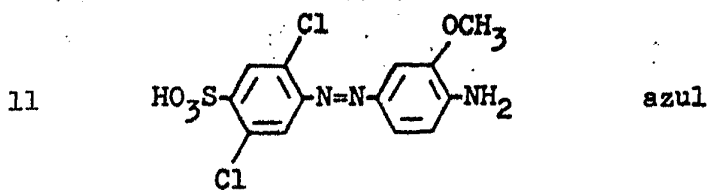
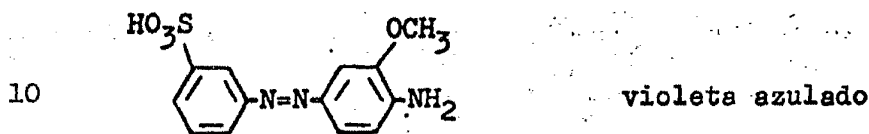
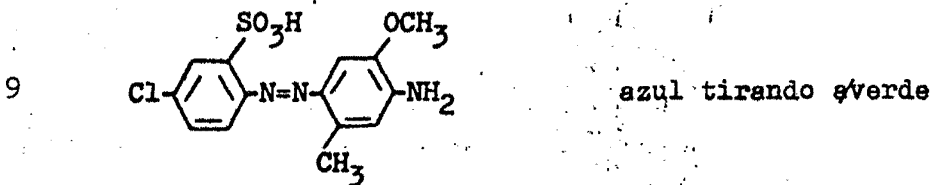
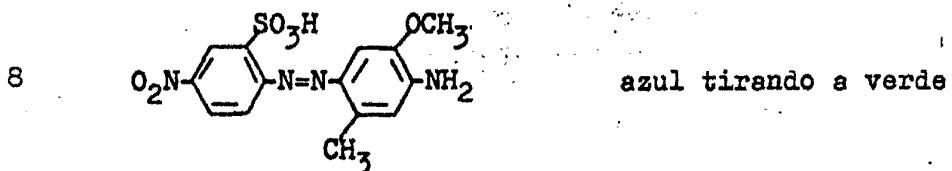
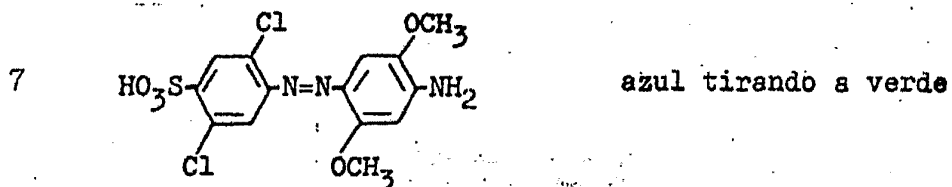
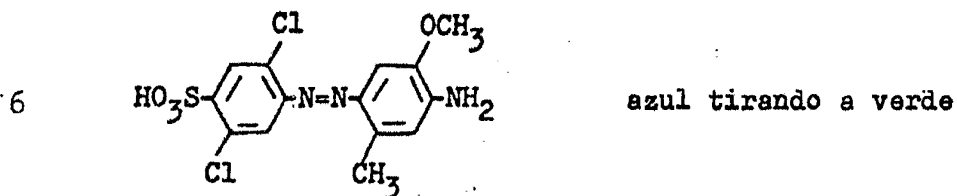
5 Para aislar el colorante se calienta a 80°C, se mezcla con 30 cc de lejía sódica 40° Bé y 200 g de sal. El colorante filtrado y secado tiñe las fibras de poliamida de color azul tirando a rojo.

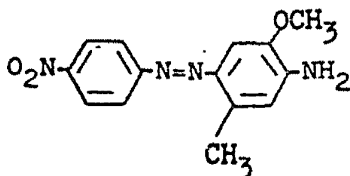
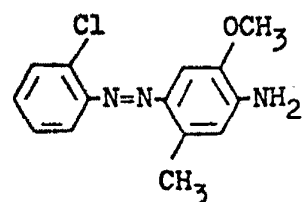
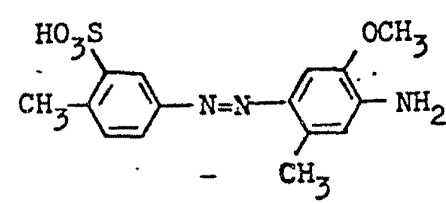
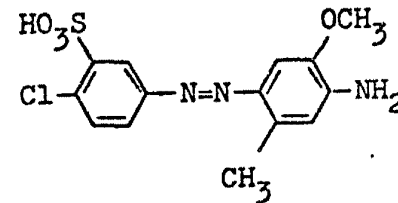
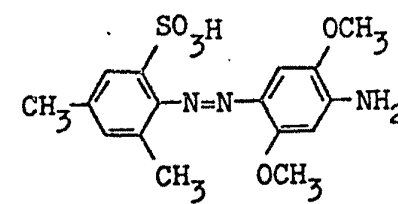
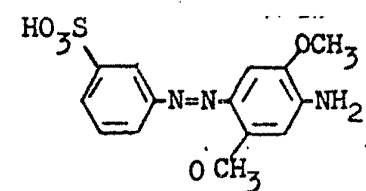
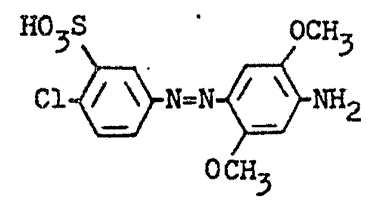
Ejemplos 3 a 29

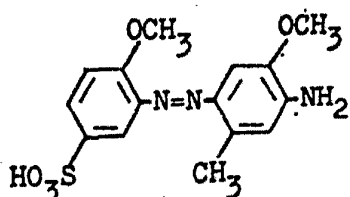
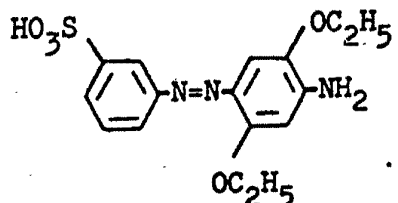
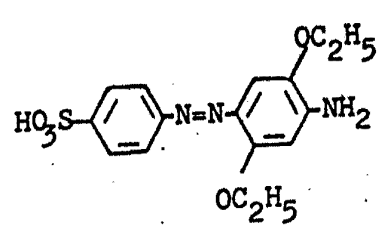
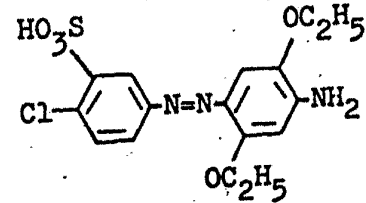
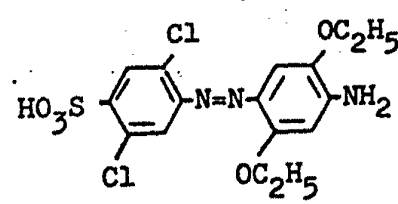
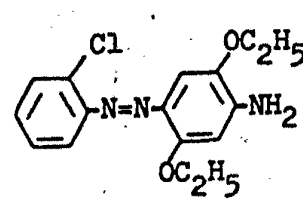
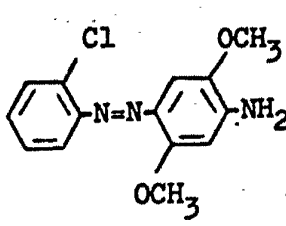
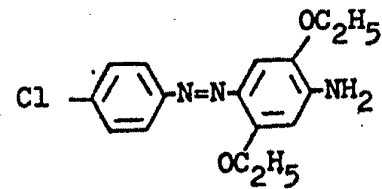
10 Si se procede similar como en los dos ejemplos anteriores, pero como componente diazoico se emplean sin embargo los colorantes aminoazoicos mencionados en la tabla a continuación se obtienen después de la copulación ácida con ácido γ asimismo valiosos colorantes disazoicos que
15 tiñen las fibras sintéticas de poliamida en las tonalidades de color indicadas.

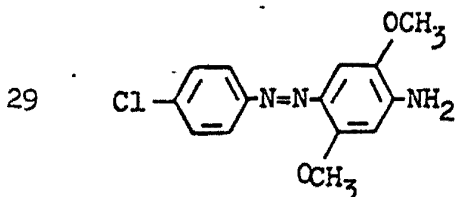
T a b l a

Nº	Colorante aminoazoico	Tonalidad de color
3		azul tirando a rojo
4		azul
5		violeta azulado



14		azul oscuro tirando a verde
15		azul oscuro tirando a rojoo
16		azul tirando a rojo
17		azul tirando a rojo
18		violeta azulado
19		azul
20		azul tirando a verde

21		azul tirando a rojo
22		azul
23		azul
24		azul tirando a verde
25		verde azulado
26		azul tirando a verde
27		azul tirando a verde
28		azul tirando a verde



azul tirando a verde

5

Ejemplos de teñido

0,1 g del colorante del ejemplo 1 se disuelven en caliente en 100 cc de agua. A la solución se le agregan 5 cc de solución al 10 % de acetato amónico y con agua se diluye a un volumen de 500 cc.

10

A esta solución se le agregan 10 g de tejido de poliamida, el baño de teñido se hace hervir en el plazo de 20 minutos, se agregan 4 cc de ácido acético al 10 % y se mantiene durante una hora a temperatura de ebullición. Después se enjuaga y se seca a 70 - 80°C.

15

100 g de cuero de grano al cromo recién curtico y neutralizado se batanan en una flota de 250 cc de agua de 65°C y 1 g del colorante obtenido según el ejemplo 19 durante 30 minutos en la tina de teñido, en el mismo baño se trata con 2 g de licor graso a base de aceite de pescado sulfonado durante otros 30 minutos y el cuero se seca en la forma usual y se apresta. Se obtiene un cuero teñido en forma muy igualada de tonalidad azul.

20

25

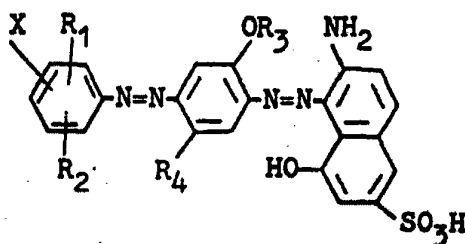
- N O T A -

30

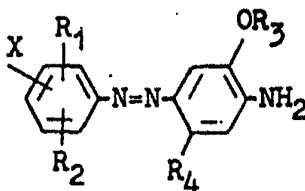
Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que

el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Alemania, con fecha 9 de noviembre de 1.974, bajo el número P 24 53 209.0, 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: PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR COLORANTES DISAZOICOS; caracterizándose por lo siguiente:

1º.- Procedimiento para preparar colorantes disazoicos, que en forma del ácido libre corresponden a la fórmula



donde X significa hidrógeno o un grupo ácido sulfónico, R₁ significa hidrógeno, alquilo, halógeno, nitro o alcoxi, R₂ significa hidrógeno, alquilo o halógeno, R₃ significa alquilo y R₄ significa hidrógeno, alquilo o alcoxi; caracterizado porque colorantes aminoazoicos de fórmula



donde R₁ a R₄ y X tienen el significado arriba indicado, se diazotan y en forma ácida se copulan con ácido 2-amino-8-hidroxinaftalin-6-sulfónico ("ácido γ ").

2ª.- Procedimiento para preparar colorantes disazoicos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 12 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

5

Madrid - 7 NOV. 1975

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

J. GOMEZ ACEBO Y MOGEL
p. p. Firmado: J. Suarez Diaz