



10	ES	11	NUMERO	11	A1
		21	448991		
		22	FECHA DE PRESENTACION		
			12 JUN 1976		

PATENTE DE INVENCION

20	PRIORIDADES:	22	FECHA	23	PAIS
	21	NUMERO			
		P 25 27 395.4	19.6.75		República Fede ral Alemana

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			C 09 B // D 06 P		

64	TITULO DE LA INVENCION
	PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COLORANTES DISAZOICOS.

71	SOLICITANTE (S)
	BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

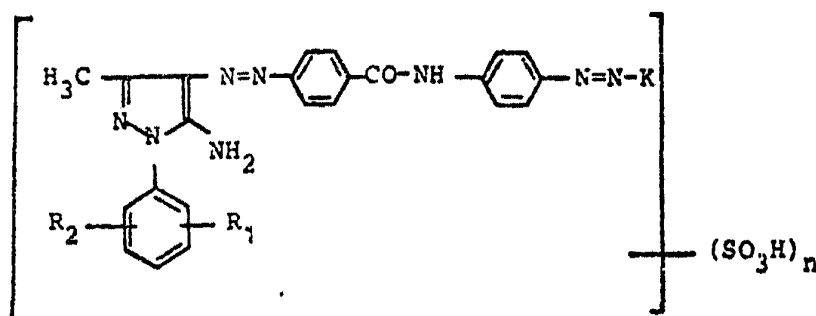
	DOMICILIO DEL SOLICITANTE
	Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.

72	INVENTOR (ES)
	Hans Kramb.

73	TITULAR (ES)

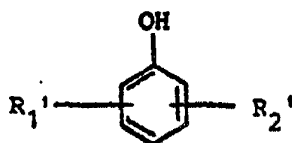
74	REPRESENTANTE
	GOMEZ-ACEBO.

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



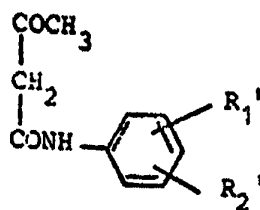
5 donde K significa el resto de un componente de copulación de la serie de benceno, acetoacetarilida, pirazolona o aminopirazol, R_1 y R_2 significan hidrógeno, C_1-C_4 -alquilo, C_1-C_4 -alcoxi o halógeno y n representa 1 ó 2.

10 Componentes de copulación adecuados de la serie benceno, son, por ejemplo, los fenoles de fórmula



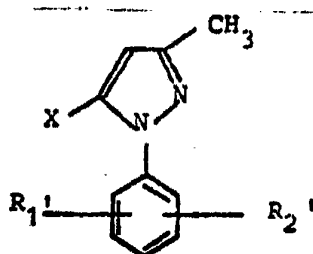
donde R_1' y R_2' significan hidrógeno, C_1-C_4 -alcoxi, C_1-C_4 -alquilo, halógeno o SO_3H .

15 Acetoacetarilidas adecuadas corresponden, por ejemplo, a la fórmula



donde R_1' y R_2' tienen los significados arriba indicados.

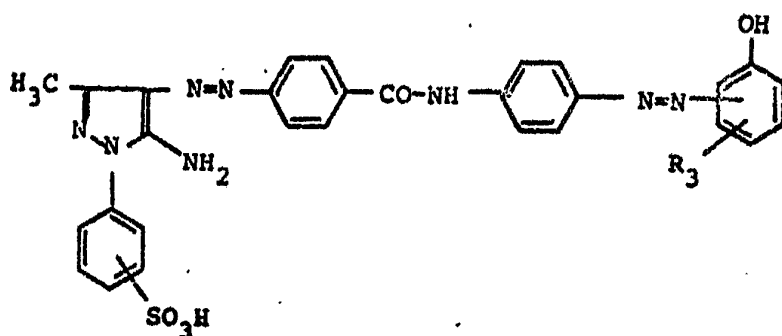
Como pirazolonas y aminopirazoles son de mencionar, por ejemplo, aquéllos de fórmula (tautómera)



5

donde X significa NH_2 u OH y R_1' y R_2' tienen los significados arriba indicados.

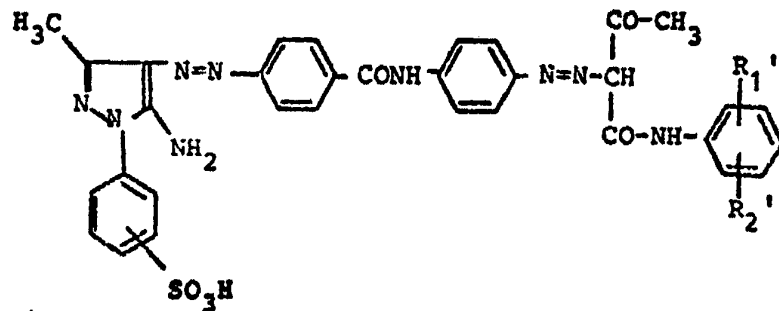
Colorantes preferentes corresponden en forma del ácido libre a la fórmula



10

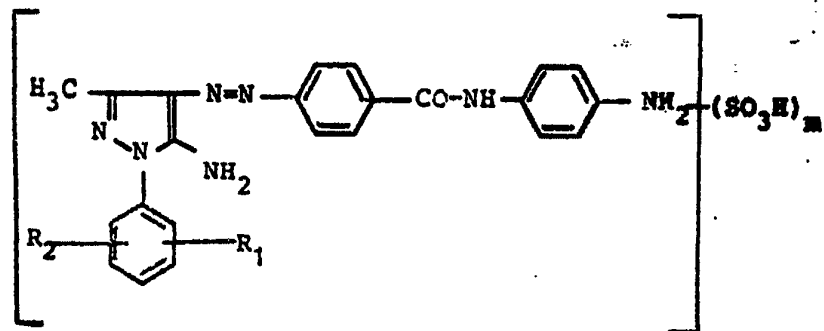
donde R_3 significa hidrógeno, C_1 - C_4 -alquilo o halógeno y el grupo OH se encuentra en la posición o ó p con respecto al

grupo azóico o bien a la fórmula



donde R_1' y R_2' tienen los significados arriba indicados.

Los colorantes de fórmula I se obtienen copulando
5 las aminas diazotadas de fórmula



donde R_1 y R_2 tienen el significado arriba indicado y m re-
presenta 0, 1 ó 2, en medio alcalino o, en caso dado, en me-
dio débilmente ácido con 1 mol de un componente de copulación
10 H-K, donde K tiene el significado arriba indicado, seleccio-
nándose los compuestos de partida, de manera que el producto
final contenga 1 ó 2 grupos ácido sulfónico.

Los colorantes de fórmula I son adecuados para te-
ñir materiales fibrosos naturales y sintéticos así como papel.
15 Son especialmente adecuados para el tejido y estampado de

poliamidas, tales como poli- ϵ -caprolactama o productos de condensación de ácido adípico y hexametildiamina.

5 Sobre poliamida se obtienen teñidos claros, amarillos, tirando a verde hasta tirando a rojo, con buena hasta
muy buena solidez a la luz y buena solidez al agua y al lavado. Para el teñido de poliamidas tienen preferencia los colorantes de fórmula I que contienen sólo un grupo ácido sulfónico en la molécula. Estos se caracterizan por la buena cobertura de las diferencias en la estructura debidas al material. Los colorantes se pueden emplear en forma de los ácidos
10 libres o de las sales, especialmente de las sales alcalinas, preferentemente de las sales del sodio, o de litio, o de las sales amónicas.

Ejemplo 1

15 11,35 g de 4,4'-diaminobenzanilida se agitan en unos 300 cc de agua y a 0-5°C se tetrazota con 28,5 cc de ácido clorhídrico de 19° Bé y 7 g de nitrito sódico. Antes de la copulación se destruye el exceso en nitrito con ácido aminosulfónico y el tetrazotado se ajusta con unos 25 cc de
20 solución de sosa al 20 % a un pH de 2,5.

Después se agrega una solución acuosa débilmente ácida (pH 4,5) de 13,3 g de 1-(m-sulfofenil)-3-metil-5-amino-
pirazol en el transcurso de 20 minutos. A continuación se agregan 50 cc de solución de acetato sódico al 20 %, con lo
25 que se ajusta el pH a 4,5.

Después de aproximadamente 1 hora ha terminado la copulación de medio lado. La mezcla resultante se agrega a una mezcla de 5 g de fenol, 130 cc de agua, 4,5 cc de lejía sódica de 40° Bé y 17,5 g de sosa y hielo (temperatura 0-5°C).

La mezcla de copulación tiene una temperatura de 5°C, un pH de 9,5 y un volumen de 1,2 l. Se agita durante 16 horas, después se agregan 100 g de sal común, se agita ulteriormente durante 2 horas y el colorante se filtra y se seca.

5 Este tinte poliamida en tonalidades amarillas claras.

Colorantes similares se obtienen si como segundo componente de copulación se emplean los compuestos mencionados a continuación:

10	Ejemplo	Componente de copulación Componente H-K	Tonalidad de color sobre poliamida
	2	o-cresol	amarillo
	3	p-cresol	amarillo
	4	anilida acetoacética	amarillo tirando a verde
15	5	m-xilidida acetoacética	amarillo tirando a verde
	6	o-anisidida acetoacética	amarillo tirando a verde
20	7	o-cloranilida acetoacética	amarillo tirando a verde
	8	1-fenil-3-metil-5-amino- pirazol +)	amarillo tirando a verde
	9	1-(m-sulfofenil)-3-metil- 5-aminopirazol +)	amarillo tirando a verde
25	10	1-fenil-3-metil-5-pirazolona	amarillo tirando a rojo
	11	1-(o-clorofenil)-3-metil- 5-pirazolona	amarillo tirando a rojo
30	12	1-(2,5-diclorofenil)-3- metil-5-pirazolona	naranja
	13	1-(p-sulfofenil)-3-metil- 5-pirazolona	amarillo tirando a rojo
	14	o-clorofenol	amarillo

+) Se copula a un pH de 4,5-5,5.

Ejemplo 15

11,35 g de 4,4'-diaminobenzanilida se tetrazotan como descrito en el ejemplo 1.

5 9,05 g de 1-fenil-3-metil-5-aminopirazol se agitan en 120 cc de agua y se disuelve mediante adición de 15 cc de ácido clorhídrico de 19° Bé. Esta solución se agrega a 15°C a la 4,4'-diaminobenzanilida tetrazotada. Después se agregan en el transcurso de 2 horas unos 170 cc de solución de acetato sódico al 20 %, con lo que se alcanza un pH de 3,5-4,0.
10 Terminada la copulación de medio lado se ajusta el pH a 5,5 con unos 25 cc de lejía sódica de 40° Bé. Después se agrega una solución débilmente ácida de 13,3 g de 1-(m-sulfofenil)-3-metil-5-aminopirazol en 100 cc de agua. Después de agitar durante 2 horas se ajusta con aproximadamente 30 cc de solución de sosa al 20 % a un pH de 5,5. La temperatura asciende a 15°C. Después de 16 horas se ajusta con unos 15 cc de solución de sosa al 20 % a un pH de 7,5 y se filtra.

El colorante secado tiñe la poliamida en color amarillo tirando a verde.

20 Ulteriores colorantes se obtienen si como segundo componente de copulación se emplean los siguientes compuestos:

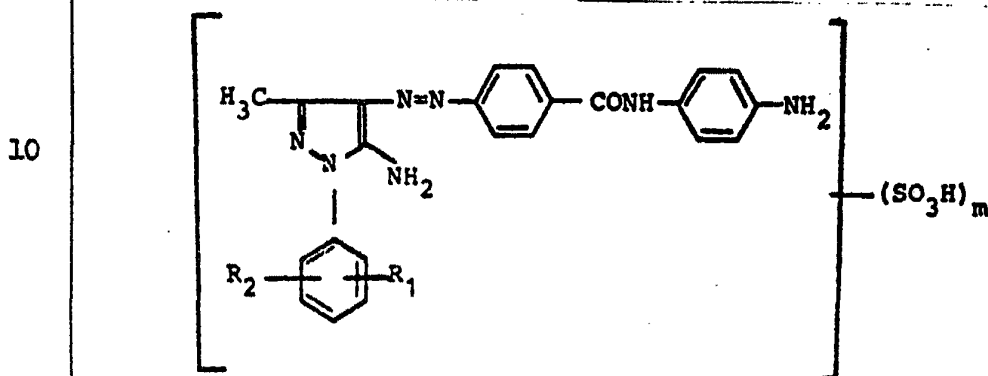
Ejemplo	Componente de copulación H-K	Tonalidad de color sobre poliamida
25 16	ácido acetoacetanilida-p-sulfónico	amarillo tirando a verde
17	ácido fenol-o-sulfónico	amarillo
18	1-(p-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona	amarillo tirando a rojo

NOTA .-

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

1.- Procedimiento para la obtención de colorantes disazóicos, caracterizado porque aminas diazotadas de fórmula



donde R_1 y R_2 significan hidrógeno, C_1-C_4 -alquilo, C_1-C_4 -alcoxi o halógeno y m representa 0, 1 ó 2, se copulan con componentes de copulación de fórmula

KH

15 donde K significa un componente de copulación de la serie benceno, acetoacetarilida, pirazolona o aminopirazol, seleccionándose los compuestos de partida, de manera que el producto final presente 1 ó 2 grupos ácido sulfónico.

20 2.- Procedimiento para la obtención de colorantes disazóicos; tal y como queda sustancialmente descrito en la

