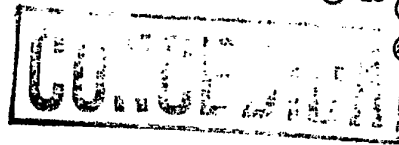




ESPAÑA



ES

11  
21

NUMERO  
**464208**

10 A1

23

FECHA DE PRESENTACION

Case "E. 2341"

**PATENTE DE INVENCION**

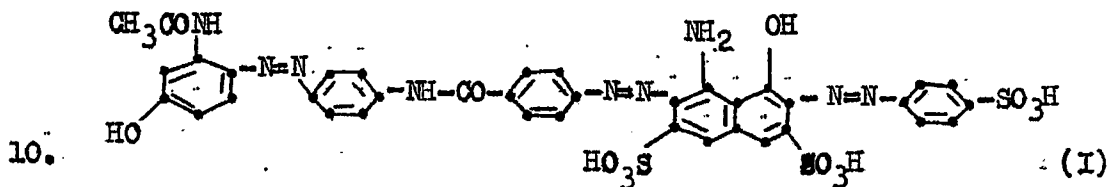
30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
29419 A/76	17 Noviembre 1976	Italia
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	52 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C09B//D06P	
54 TITULO DE LA INVENCION		
"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN NUEVO COLORANTE TRIAZOICO"		
71 SOLICITANTE (S)		
AZIENDE COLORI NAZIONALI AFFINI ACNA S.p.A.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
1/2, Largo Guido Donegani MILAN (Italia)		
72 INVENTOR (ES)		
Sisto PAPA Renzo Ferrario		
73 TITULAR (ES)		
AZIENDE COLORI NAZIONALI AFFINI ACNA S.p.A.		
74 REPRESENTANTE		
D. JAIME ISERN CUYAS, Agente Oficial de la Propiedad Industrial		

MEMORIA DESCRIPTIVA

El presente invento se refiere a un nuevo colorante trisazoico ácido apto para teñir fibras poliamídicas naturales y sintéticas, y en particular cuero, así como a un procedimiento para su preparación.

5.

Este colorante tiene la fórmula estructural siguiente:



y tiñe en color verde.

15.

Otro objeto de este invento consiste en el procedimiento para la preparación del colorante (I), que comprende las operaciones de tetrazoar 4,4'-diamino-benzanilida, copular, en un medio ácido, una porción molecular del compuesto tetrazoico así formado con una porción molecular de ácido 1-amino-8-naftol-3,6-disulfónico, copular luego, en un medio alcalino, el compuesto monoazo-diazo previamente obtenido con una porción molecular del derivado diazo del ácido sulfanílico y, por último, copular el compuesto diazoico así preparado con una porción molecular de meta-hidroxi-acetanilida.

20.

25.

Se conoce ya (DOS 2.110772), un colorante de constitución similar, que tiene meta-aminofenol como último término de copulación. Este colorante tiñe el cuero de color verde negruzco, siendo buena su característica apli

cativa y estabilidad general.

Se conoce también un colorante análogo que tiene fenol como el último término copulante (DOS 2,110.772).

5. Este colorante imparte al cuero un tono verde intenso de interés comercial inapreciable debido a su turbidez, pobres características aplicativas y estabilidad insatisfactoria.

10. Por el contrario, se ha descubierto sorprendentemente en los laboratorios de la peticionaria que el nuevo colorante con estructura (I) proporciona sobre el cuero, de cualquier origen y sometido a cualquier tipo de curtido, un tono verde intenso, bien penetrado, con buena estabilidad en general, especialmente a la abrasión, al  
15. lavado a 40°C y a los disolventes, y un excelente poder igualizante, a pesar de la elevada afinidad.

En comparación con los colorantes de benzidina del mismo tono (Verde directo 8 : C.I. 30.315; Verde directo 6 : C.I. 30.295), el colorante de conformidad con  
20. este invento ofrece ventajas muy importantes desde el punto de vista de una estricta protección de la higiene de los ambientes de trabajo en donde se prepara el colorante, ya que excluye el empleo de una diamina aromática peligrosa, o sea la benzidina, que en cualquier caso re-  
25. requeriría medidas de seguridad muy severas.

El ejemplo que sigue se ofrece para ilustrar mejor el presente invento, sin que implique limitación del mismo. A menos que se indique de otro modo todas las partes y porcentajes indicados se expresan en peso.

#### EJEMPLO

22,7 partes de 4,4'-diamino-benzanilida, suspendido en 50 partes de agua y 58 partes de ácido clorhídrico 20<sup>o</sup> Bé se tetraazooaron mediante instilación después de enfriamiento con 80 partes de hielo - a 0 - 2<sup>o</sup> C, de 14 partes de nitrito sódico en 60 partes de agua.

Después de agitarse durante 30 minutos se separó el ácido nitroso en exceso con ácido sulfámico.

Se instalaron muy lentamente, durante 2-3 horas, en la solución tetrazoica 30,8 partes de ácido L-amino-8-oxinaftalen-3,6-disulfónico, disuelto en 100 partes de sosa caústica a 36<sup>o</sup> Bé, manteniendo una temperatura de 0-2<sup>o</sup> C por medio de hielo, y un valor pH de 1,3- 1,5.

Luego se agitó durante 16-18 horas, primero a 0-2<sup>o</sup> C y luego dejando elevar la temperatura hasta 15-20<sup>o</sup> C.

En un recipiente separado a 16,95 partes de ácido p-amino-bencen-sulfónico disueltas en 150 partes de agua, 10 partes en volumen de NaOH 36<sup>o</sup> Bé, se adicionaron 35 partes por volumen de NaNO<sub>2</sub> al 20% y luego se instiló sobre 150 partes de hielo y 25 partes por volumen de HCl 20<sup>o</sup> Bé.

Al cabo de 15 minutos de agitación se separó el ácido nitroso en exceso por medio de 5 partes por volumen de ácido sulfámico al 20%.

Se vertió el diazo del ácido sulfanílico así preparado, durante 5 minutos, en la masa monoazoica de la primera copulación, luego se enfrió con hielo hasta una temperatura de aproximadamente 0-2<sup>o</sup> C, obteniéndose así una mezcla con un pH a alrededor de 1,6. A continuación se adicionó, en unos pocos segundos, una suspensión de 36 partes de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> en 75 partes por volumen de agua para llevar el

valor pH de 1,6 a 7,5-8 tan rápidamente como es posible, a una temperatura de alrededor de 32° C. Al cabo de 40-50 minutos la copulación es prácticamente completa.

5. En un recipiente separado se disolvieron 15,1 partes de m-hidroxi-acetanilida en 50 partes de H<sub>2</sub>O bajo adición de 10 partes de NaOH 36° Bé.

Se virtió la solución resultante en la masa del compuesto diazo-disazo con un pH de 7,5-8 y una temperatura de 7-82° C.

10. Se ajustó el pH a 8,5-9 por medio de 4-5 partes de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. La copulación se produjo con mucha rapidez.

Después de 1 hora aproximadamente de agitación la masa fluida se disolvió.

15. La masa resultante se descargó en una mezcla constituida por 100 partes de H<sub>2</sub>O, 20 partes de NaCl y 70 partes de HCl 20° Bé. Se calentó durante 1 hora a 35-40° C. Se filtró, se exprimió a fondo y se secó a 70-80° C.

El colorante obtenido tiñó de verde fibras poliamídicas naturales y sintéticas.

20. En particular tiñó el cuero con penetración excelente y buenas características de estabilidad.

25. La m-hidroxi-acetanilida utilizada se preparó según las modalidades siguientes: se cargaron 80 partes de agua a 60° C y, bajo agitación, 36,3 partes de m-amino-fenol en un matraz de 250 cc; una vez completada la solución se virtieron 29,6 partes de anhídrido acético, elevándose luego la temperatura a 80° C; se llevó el pH a alrededor de 5 por medio de 8 partes de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Se agitó durante 1 hora; se llevó el pH a 7 por medio de 4

partes de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ; se agitó 1 hora a  $80^\circ\text{C}$ .

Después de enfriamiento a  $20^\circ\text{C}$  se obtuvo un abundante precipitado de m-hidroxi-acetanilida en cristales; el pH se llevó a 5 por medio de HCl 20% B.S.

5.

Se filtró y secó a  $60^\circ\text{C}$ .

Para la síntesis del colorante es posible utilizar directamente la masa reaccional conteniendo la m-hidroxi-acetanilida.

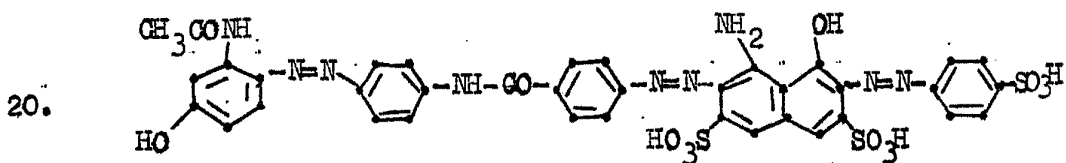
10.

NO TA

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente italiana nº 29419 A/76 del 17-11-76.

15.

1.- Procedimiento para la preparación de un nuevo colorante trisazoico, de tono verde para fibras poliamídicas y cuero, de la fórmula química:



25.

caracterizado porque se tetraaza 4,4'-diamino-benzanilida, se copula una porción molecular del compuesto tetrazaico así obtenido, en un medio ácido, con una porción molecular de ácido 1-amino-8-naftol-3,6-disulfónico, se copula el compuesto diazo-monocazo resultante en un medio alcalino con una porción molecular del derivado diazoico del ácido sulfanílico y, por último, se copula al compues

to diazoico así preparado, en un medio alcalino, con una porción molecular de m-hidroxi-acetanilida.

2.- Procedimiento para la preparación de un nuevo colorante triazoico.

5. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva compuesta de 7 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 17 NOV. 1977

p.a.

JAIME ISERN

p.p.

Firmado: JOSE F. NIETO

rdo

by