

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA  
Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

10 ES	11 NUMERO	4 / 462 9 A1
	21	
	29 FECHA DE PRESENTACION	27 OCT. 1978

5 FEB. 1978

**PATENTE DE INVENCIÓN**

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
P 27 48 719.0	29 de octubre de 1.977	República Federal Alemana.

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

64 TITULO DE LA INVENCIÓN
PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COLORANTES AZOICOS.

71 SOLICITANTE (S)
BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

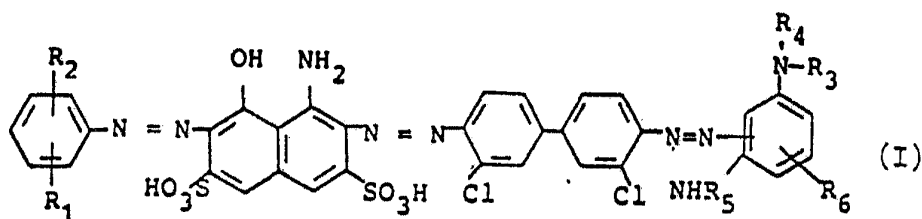
DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.

72 INVENTOR (ES)
Horst Nickel, Karl Heinz Schündehütte.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
GOMEZ ACEBO.

El objeto de la invención son colorantes azóicos que en forma del ácido libre corresponden a la fórmula



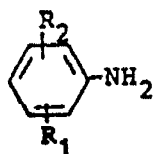
5 donde  $R_1$  significa hidrógeno, metilo ó cloro,  $R_2$  significa hidrógeno, cloro, acetilamino, metoxi, etoxi, nitro o carboxi,  $R_3$  significa hidrógeno, sulfo- $C_1$ - $C_2$ -alquilo, carboxi- $C_1$ - $C_2$ -alquilo o  $C_1$ - $C_4$ -alquilo,  $R_4$  significa hidrógeno o  $C_1$ - $C_4$ -alquilo,  $R_5$  significa hidrógeno o acilo y  $R_6$  significa hidrógeno, metilo, metoxi, etoxi, cloro, carboxi, nitro o sulfo.

10 El acilo es especialmente  $C_1$ - $C_4$ -alquilcarbónilo, oxalilo y benzoilo.

15 Los nuevos colorantes se obtienen bis diazotando 4,4'-diamino-3,3'-diclorodifenilo, copulando en medio ácido con ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico, copulando el compuesto intermedio diazoaminoazóico con un componente de copulación de fórmula



20 donde  $R_3$ ,  $R_4$ ,  $R_5$  y  $R_6$  tienen los significados arriba indicados, y copulando con el colorante bis azóico así obtenible en medio alcalino una amina diazotada de fórmula



(II)

donde  $R_1$  y  $R_2$  tienen los significados arriba mencionados.

Colorantes especialmente preferentes dentro de la fórmula (I) son aquellos en los cuales R significa 1,3-diaminofenilo, 1-sulfometilamino-3-aminofenilo y 1-(N,N-dietilamino)-3-acetilaminofenilo, así como, ante todo, 1-sulfo-2,4-diaminofenilo.

Los nuevos colorantes son adecuados para teñir todos los sustratos teñibles con colorantes sustantivos, por ejemplo, algodón, papel, poliamida y cuero, especialmente sin embargo el algodón, en tonalidades negras tirando a rojo hasta verde o verde-negras de buenas solidez, especialmente buena solidez al mojado y a la luz.

Los colorantes de fórmula (I) se emplean aquí generalmente en forma de sus sales alcalinas, especialmente en forma de sus sales del sodio o del potasio; sin embargo también se pueden preparar y emplear las sales del litio, amonio o amina, y las soluciones de tales sales.

#### EJEMPLO 1.-

25,3 g (0,1 mol) de 3,3'-dicloro-4,4'-diaminodifenilo se bis diazotan en la forma usual en suspensión en 250 cc de agua y 70 g de ácido clorhídrico al 28% con hielo a 0° con 47 g de solución al 30% de nitrito sódico. La solución de sal de bisdiazonium filtrada a través de carbón activo

se reune con una solución de 31,9 g (0,1 mol) de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico (ácido H) pH 6,5 en 250 cc de agua. La copulación H-ácida se termina mediante goteado de unos 75 cc de solución al 20% de carbonato sódico de manera que al final ya no se pueda demostrar ninguna sal de bisdiazonium más.

Ahora se agrega la solución de 10 g de m-fenilendiamina en 150 cc de agua, se agita durante media hora y se gotean unos 20 cc de solución de carbonato sódico al 20% hasta un pH de 5. La segunda copulación ha terminado después de breve tiempo. El colorante bisazónico se ha precipitado y después de aislarle se disuelve mediante adición de unos 75 g de lejía sódica al 4%. Se agregan aún 150 cc de solución al 20% de carbonato sódico y se reune entonces con la solución de sal de diazonium preparada en la forma usual de 12 g de anilina. Terminada la copulación se aísla el colorante en la forma usual por salado, secado por pulverización o acidificación. El colorante secado y molturado representa un polvo oscuro que se disuelve en agua con color negro. Según procedimientos de teñido conocidos se obtiene sobre algodón, papel o poliamida un teñido negro.

Empleando como segundo componente de copulación, en lugar de m-fenilendiamina, 2,4-diaminotolueno, 3-amino fenilúrea, 2,4-diaminocloro-, -metoxi- ó -etoxibenceno, se obtienen colorantes negros tirando a rojo hasta tirando a verde.

En lugar de anilina como componente diazónico se pueden emplear también 4-acetilaminoanilina, 4-metoxi- ó -etoxianilina, 3-nitranilina, 3- ó 4-cloroanilina, 2-, 3-, ó 4-aminotolueno ó ácido 2,3- o 4-aminobenzóico.

EJEMPLO 2.-

25,3 g (0,1 mol) de 3,3p-dicloro-4,4'-diamino difenilo se bisdiazotan y se copula ácido en medio lado con la solución de 31,9 g (0,1 mol) de ácido H como descrito en el ejemplo 1. Se agrega entonces la solución neutra de 18 g de ácido 2,4-diaminobencenosulfónico en 250 cc de agua, se ajusta el pH 5 con solución de sosa diluida y se agita hasta terminar la segunda copulación. El pH se ajusta a 9 hasta 10 y se reune con la solución de sal de diazonium de 10 g de anilina. La copulación transcurre rapidamente. El colorante se aísla en la forma usual y se seca. El colorante representa un polvo oscuro que se disuelve en agua con color negro tirando a verde y tiñe el algodón así como el cuero en tonalidades negras tirando a verde.

Empleando en lugar de anilina la solución de sal de diazonium de 4-acetaminoanilina o de 4-metoxi- ó -etoxi-anilina se obtienen asimismo colorantes negros tirando a verde.

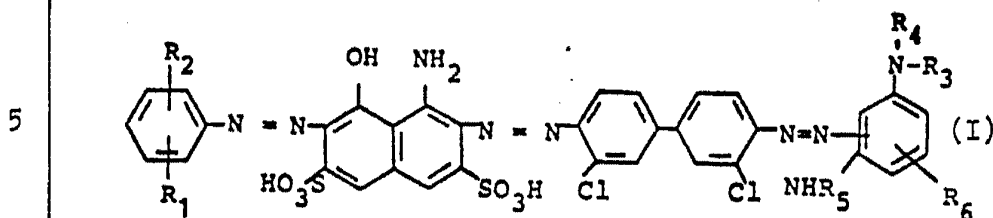
Sustituyendo el ácido 2,4-diaminobencenosulfónico por la cantidad equivalente de ácido 4-acetilamino-2-aminobencenosulfónico, ácido 4-oxalilamino-2-aminobencenosulfónico, 1-sulfometilamino-3-aminobenceno ó 1-carboximetilamino-3-aminobenceno, se obtiene con la sal de diazonium de la anilina, 4-metoxianilina, 4-acetilaminoanilina, 3-cloro- ó 3-nitroanilina colorante que se disuelven en agua con color negro hasta verde-negro y tiñen el algodón o bien el papel en tonalidades negras o bien verdes-negras.

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas

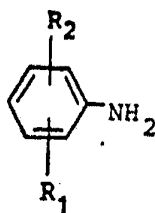
son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental.

REIVINDICACIONES

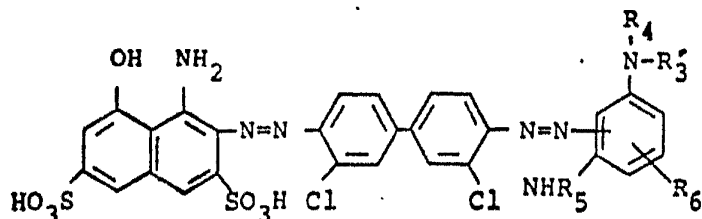
1.- Procedimiento para la obtención de colorantes azóicos que en forma del ácido libre corresponden a la fórmula



10 donde  $R_1$  significa hidrógeno, metilo ó cloro,  $R_2$  significa cloro, acetilamino, metoxi, etoxi, nitro o carboxi,  $R_3$  significa hidrógeno sulfo- $C_1$ - $C_2$ -alquilo, carboxi- $C_1$ - $C_2$ -alquilo ó  $C_1$ - $C_4$ -alquilo,  $R_4$  significa hidrógeno o  $C_1$ - $C_4$ -alquilo,  $R_5$  significa hidrógeno o acilo y  $R_6$  significa hidrógeno, metilo, metoxi, etoxi, cloro, carboxi, nitro o sulfo, caracterizado porque aminas diazotadas de fórmula



15 donde  $R_1$  y  $R_2$  tienen el significado indicado más arriba se copulan en medio alcalino con colorantes disazóicos de fórmula



donde  $R_3$ ,  $R_4$ ,  $R_5$  y  $R_6$  tienen el significado indicado más arriba.

5

2.- Procedimiento para la obtención de colorantes azóicos , tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

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

Madrid, 27 OCT. 1978

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.  
J. M. DOMÍNGUEZ LÓPEZ Y FORTUO  
p. p. Firmado: J. Suarez Dina

