

162398

5 Como aminas diazotadas (cuyo resto, por tanto, corresponde a  $R_1$  de la fórmula primera) entran especialmente en consideración las de la serie de los bencenos y naftalinas. Estas aminas pueden contener grupos solubilizantes en el agua como grupo de ácido sulfónico o grupos carboxílicos así como sustitutos sucesivos. En muchos casos resulta ventajoso recurrir a aminas que presentan una agrupación de formación compleja metálica, muy particularmente un grupo hidroxílico, carboxílico, alcoxílico, preferentemente  $-O-CH_2-COOH$ , por ejemplo en posición ortho con relación a grupos amínicos diazotables.

10

15 Como tales aminas se citan ácido 2-amino-1-metoxi-benzol-4-sulfónico, 2-aminofenol-4-sulfamida, ácido anthranílico, ácido 2-amino-3-naftóico y ácido 1-amino-2-metil-5-fenoxi-acético. Otros ejemplos de esta clase de aminas se citan en la tabla que se indica más adelante.

20 El enlace X de las fórmulas anteriores consta preferentemente de a lo menos 2 átomos de los cuales a lo menos uno es hidrógeno y el otro por ejemplo carbono, pudiendo constituir, en el caso más sencillo, un grupo de amida ácida, verbigracia  $-NH-CO-$ . Sin embargo este enlace también puede formar parte de un anillo que se interpone en la posición ortho  $\alpha$

25 del núcleo de naftalina como suele ser el caso con las imidazolas, thiazolas o triacinas correspondientes.

El radical arílico  $R_2$  de las fórmulas anteriores puede pertenecer verbigracia a la serie de los bencenos y lleva el grupo amínico diazotable de preferencia en posición para o también meta con relación al enlace X.

30

La diazotación de estos colorantes aminoazóicos que

162398



5 corresponden a las fórmulas indicadas al principio es verificada en muchos casos ventajosamente por vía indirecta, mezclando por ejemplo a temperatura apropiada con ácido, por ejemplo ácido clorhídrico o introduciendo en ácido una solución neutra hasta débilmente alcalina o suspensión del colorante aminoazóico que contiene la cantidad necesaria de nitrato sódico.

10 Ahora bien, según el presente procedimiento estos colorantes aminoazóicos diazotados de la fórmula indicada al principio se unen con 8-oxiquinolininas. Entre estas entra en consideración en primer lugar la 8-oxiquinolina propiamente dicha, más luego también 8-oxiquinolininas substituidas, como 5-cloro-8-oxiquinolina, ácido 8-oxiquinolina-5- y -7-sulfónico y ácido 8-oxiquinolin-7-carboxílico. La copulación tiene lugar en  
15 medio alcalino que como álcalis puede contener hidróxidos alcalinos como lejía de sosa cáustica y, en caso dado, además, carbonatos alcalinos.

20 Ventajosamente los componentes se seleccionan de suerte que que el colorante terminado no contenga más que 2 grupos de ácido sulfónico.

25 Los colorantes obtenidos según el presente procedimiento se pueden emplear del modo conocido para teñir e imprimir las más diversas fibras animales y particularmente celulósicas, como lana, seda, cuero y especialmente algodón, hilo, seda artificial y lana de celulosa regenerada. Se consiguen preferentemente tonos rojos azules hasta rojos y rojos amarillos.

30 Se obtienen productos especialmente valiosos cuando estos colorantes son tratados en substancia, en el baño tintóreo o sobre la fibra con medios que ceden metales principalmente los que ceden cobre. Según la composición de los colorantes se consiguen compuestos metálicos complejos, particularmente compuestos de cobre que son solubles en el agua y



162398

y que pueden ser empleados para el teñido a modo de colorantes de fijación directa, o también, en muchos casos, compuestos de cobre difícilmente solubles hasta insolubles, cuya preparación preferentemente se lleva a cabo solamente sobre la fibra.

5  
El tratamiento ulterior de los colorantes con medios que ceden metales, principalmente que ceden cobre sobre la fibra, puede ser verificado en un baño nuevo o ventajosamente después del teñido en el baño tintóreo, para lo cual es conveniente emplear medios de cuprificación resistentes a los álcalis tales como tartratos de cobre complejos (véase patente francesa 809.893).

Ejemplo 1.º

15 El colorante aminoazóico separado con sal común, filtrado y recogido por prensado, obtenible del modo conocido de 20,3 partes de ácido 2-amino-1-metoxibenzol-4-sulfónico por diazotación y copulación con 35,8 partes de ácido 2-(4'-aminobenzoil)-amino-5-oxinaftalín-7-sulfónico en medio de carbonato de sodio alcalino, es suspendido en 400 partes de agua.  
20 Después se añaden 7 partes de nitrito sódico y se refrigera por adición de hielo a 6° C. Luego se mezcla con 30 partes de ácido clorhídrico concentrado y se agita durante unas 2 horas. El compuesto diazóico obtenido es añadido a una solución refrigerada a 4° C de 14,5 partes de 8-oxiquinolina, 15  
25 partes de sosa cáustica y 20 partes de sosa calcinada en 500 partes de agua. Después de algunas horas se calienta a 65° C, se añaden 100 - 200 partes de sal común con objeto de obtener una forma fácilmente filtrable del colorante disazóico, se filtra y se seca el precipitado. Se obtiene un polvo pardo  
30 obscuro que se disuelve en agua y álcalis diluidos con color rojo y en ácido sulfúrico concentrado con color violeta.



162398

Del baño del sulfato sódico neutro o alcalino, las fibras vegetales y celulosa regenerada son teñidas en vivos tonos rojos que tratados ulteriormente con sales de cobre se convierten más resistentes a la luz y al lavado.

5

Ejemplo 2.-

El colorante aminoazóico separado con sal común, filtrado y recogido por prensado, obtenible del modo conocido de 20,5 partes de ácido 2-amino-1-metil-4-fenoxiacético por diazotación y copulación con 35,8 partes de ácido 2-(4'-aminobenzoil)-amino-5-oxinaftalín-7-sulfónico en medio de carbonato sódico alcalino, se suspende en 400 partes de agua. Después se añaden 7 partes de nitrito sódico y se refrigera sobre hielo a 6° C. A continuación se mezcla con 30 partes de ácido clorhídrico concentrado y se agita durante unas 2 horas. Después, el compuesto diazóico obtenido es añadido a una solución refrigerada a 4° C 14,5 partes de 8-oxiquinolina, 15 partes de sosa cáustica y 20 partes de sosa calcinada. en 500 partes de agua. Al cabo de algunas horas se calienta a 65° C, se añaden 100 - 200 partes de sal común con objeto de obtener una forma bien filtrable del colorante disazóico, se filtra y se seca el precipitado. Resulta un polvo pardo obscuro que se disuelve en agua y álcalis diluidos con color rojo y en ácido sulfúrico concentrado con color violeta.

Del baño de sulfato sódico neutro o alcalino las fibras vegetales y celulosa regenerada se tiñen en vivos tonos rojos amarillentos que tratados ulteriormente con sales de cobre se vuelven más resistentes a la luz y al lavado.

Ejemplo 3.-

El colorante aminoazóico separado, filtrado y recogido por prensado, obtenible del modo conocido de 13,7 partes de 2-amino-1-metoxi-4-metilbenzol por diazotación y copulación

162398



con 35,8 partes de ácido 2-(4'-aminobenzoil)-amino-5-oxinaftalín-7-sulfónico en medio de carbonato de sodio alcalino, se suspende en 400 partes de agua. Después se añaden 7 partes de nitrito sódico y se refrigera con hielo a 6° C. A continuación se mezcla con 30 partes de ácido clorhídrico concentrado y se agita durante unas 2 horas. Ahora, el compuesto diazótico es añadido a una solución refrigerada a 4° C de 14,5 partes de 8-oxiquinolina, 15 partes de sosa cáustica y 20 partes de sosa calcinada en 500 partes de agua. Al cabo de algunas horas se calienta a 65° C, se añaden 100-200 partes de sal común con objeto de obtener una forma fácilmente filtrable del colorante disazótico, se filtra y se seca. el precipitado. Se obtiene un polvo pardo oscuro que se disuelve en agua y álcalis diluidos con color rojo y en ácido sulfúrico concentrado con color violeta.

Del baño de carbonato de sodio neutro o alcalino las fibras vegetales y celulosa regenerada se tñen en vivos tonos rojos que tratados ulteriormente con sales de cobre resultan más resistentes a la luz y al lavado.

Otros colorantes obtenibles según el presente procedimiento están recopilados en la tabla siguiente:

T a b l a

25	Componente diazótico colorante aminoazótico de		componente azótico	color del tinte cuprificado
	ácido 2-aminobenzóico		8-oxiquinolina	rojo de ladrillo
30	ácido 2-amino-3-maftóico	id.	id.	rojo azul
	ácido 4-aminobenzóico	id.	id.	rojo turbio

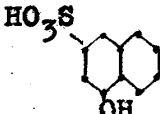

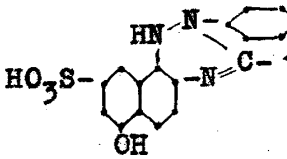
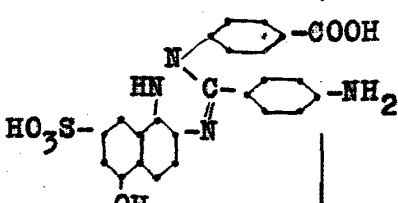
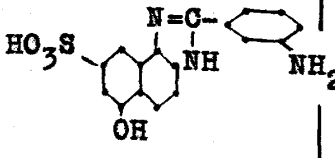
162398



	<u>Componente diazónico</u> colorante aminoazónico de	<u>componente</u> <u>azónico</u>	color del tinte cu- prificado
2-amino-1-oxibenzol-4-sulfamida		8-oxiquinolina	bordeaux
2-amino-1-ácido fenoxiacético-4-sulfamida	id.	id.	rojo
ácido 2-amino-4-cloro-1-fenoxiacético	id.	id.	rojo
ácido 2-amino-6-cloro-1-oxi-benzol-4-sulfónico	id.	id.	bordeaux
ácido 2-amino-1-oxibenzol-4-sulfónico	id.	id.	bordeaux
2-amino-4-cloro-1-metoxibenzol monosulfonado	id.	id.	rojo
ácido 2-aminobenzóico	id.	5-cloro-8-oxiquinolina	rojo amarillo
2-amino-1-metoxi-4-metilbenzol	id.	ácido 8-oxiquinolin-7-sulfónico	rojo
id.	id.	ácido 8-oxiquinolin-7-carboxílico	rojo
ácido 2-amino-4-cloro-1-fenoxiacético	id.	ácido 8-oxiquinolin-7-sulfónico	rojo amarillo
ácido 2-aminobenzóico		8-oxiquinolina	rojo amarillo
ácido 2-amino-3-naftóico	id.	id.	bordeaux
ácido 2-amino-4-cloro-1-fenoxiacético	id.	id.	rojo amarillo
2-amino-1-metoxi-4-metilbenzol	id.	id.	rojo amarillento
2-amino-1-oxibenzol-4-sulfamida	id.	id.	bordeaux
ácido 4-aminobenzóico	id.	id.	naranja rojo

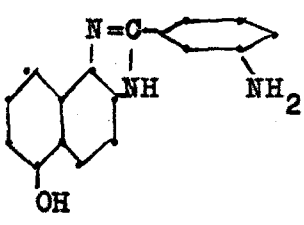
162398



	Componente diazónico colorante aminoazóico de	componente azóico	color del tinte ou- prificado
5 ácido 2-aminobenzóico			naranja rojo
	2-amino-1-oxibenzol 4-sulfamida	id.	rojo azul
10	2-amino-1-metoxi-4- metilbenzol	id.	bordeaux
15	ácido 2-amino-1- me- toxibenzol-4-sulfó- nico		bordeaux
20	2-amino-1-metoxi-4- metilbenzol		id. bordeaux
25	ácido 2-aminoben- zóico		id. rojo ama- rillento
	ácido 2-amino-1- fenoxi-acético	id.	rojo pardo
30	ácido 2-amino-4- clor-1-oxibenzol- 6-sulfónico	id.	bordeaux
35	ácido 4-aminoben- zóico	id.	rojo
	ácido 4-amino-1-oxi- benzol-2-carboxílico	id.	pardo
	ácido 2-amino-3-naf- táico	id.	bordeaux

162398



Componente diazótico colorante aminoazótico de	componente azótico	color del tinte cu- prificado.
5 ácido 2-amino-4-cloro-1-fenoxi-acético 	8-oxiquinolina	rojo azul
ácido 2-amino-1-metoxibenzol-4-sulfónico id.	id.	rojo amarillo
10 2-amino-1-metoxi-4-metilbenzol sulfonado id.	id.	rojo
2-amino-1-metilbenzol sulfonado id.	id.	rojo amarillo
ácido 2-amino-1-benzóico id.	5-cloro-8-oxiquinolina	rojo amarillo
15 ácido 6-nitro-2-amino-1-oxibenzol-4-sulfónico id.	id.	bordeaux
ácido 4-nitro-2-amino-1-oxibenzol-5-sulfónico id.	id.	bordeaux
2-amino-1-metoxi-4-metilbenzol id.	ácido 8-oxiquinolín-7-sulfónico	bordeaux

20

Ejemplo 4.-

El compuesto diazótico de 13,7 partes de ácido 2-amino-benzóico se copula a temperatura ordinaria en presencia de carbonato sódico en exceso con 37,2 partes de 4'-aminofenil-5-oxi-7-sulfo-1.2-naftothiazol. Después de algunas horas se calienta la mezcla de copulación y se separa el colorante monoazótico por adición de cloruro sódico, filtrando después. Este colorante se disuelve en 1000 partes de agua diazotando a 4° C por adición de 7 partes de nitrito sódico y 35 partes de ácido clorhídrico concentrado. Terminada la diazotación, se neutraliza la suspensión del compuesto diazoazótico con sosa,

25

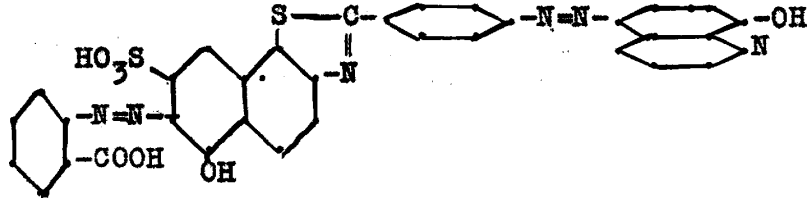
30

162398



añadiendo la solución de 14,5 partes de 8-oxiquinolina en 200 partes de lejía de sosa cáustica al 10%. Se forma un colorante disazóico rojo de la fórmula

5



10

que después de algún tiempo es separado por calentamiento y adición de cloruro sódico. Después de la filtración y secado se obtiene un polvo pardo que se disuelve en agua y álcalis diluidos con color rojo y que tiñe fibras vegetales así como fibras artificiales de celulosa regenerada en tonos rojos azulados que al ser tratados ulteriormente con solución de sal de cobre resultan resistentes al lavado y a la luz.

Ejemplo 5.-

15

En un baño tintóreo de 3000 partes de agua que contiene 1 parte del colorante obtenible según el ejemplo 1 así como 2 partes de carbonato sódico, se introducen 100 partes de algodón a 40° y se aumenta la temperatura a 90 - 95° C. Después se añaden 30 partes de sulfato sódico cristalizado y se tiñe durante 3/4 de hora a 90 - 95° C. A continuación se refrigera el baño tintóreo a 70°, se añade la cantidad necesaria de una solución hecha débilmente alcalina con carbonato de sodio de tartrato de cobre complejo y se cuprifica a 70 - 80° C durante 1/2 hora. Después el algodón es lavado a fondo, en caso dado saponificado, terminando el tratamiento como de costumbre.

20

25

Resulta teñido rojo resistente a la luz y al lavado.

N o t a

30

Es objeto de la patente de invención que se solicita " Procedimiento para la preparación de colorantes disazóicos" que se caracteriza y define por las reivindicaciones siguientes que constituyen su novedad y sobre las cuales ha de recaer

