



P A T E N T E
D E
I N V E N C I Ó N

169993

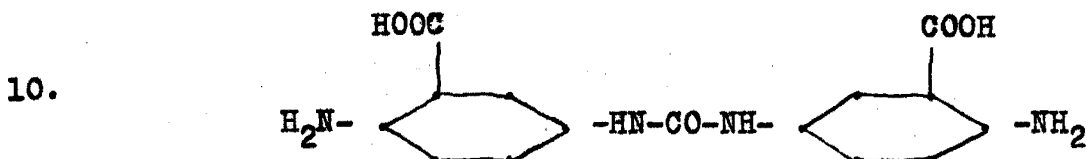
por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES AZOICOS",
a favor de la razón social suiza GESELLSCHAFT FÜR CHEMISCHE
INDUSTRIE IN BASEL, domiciliada en Basilea (Suiza).

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

Se ha encontrado que se pueden preparar valiosos colorantes azoicos, si se copulan ácidos 4.4'-diamino-difenil-urea-3.3'-dicarboxílicos tetrazotados con arilpirazolones que contienen un grupo sulfamídico.

5. Entre los componentes tetrazoicos que sirven de materias de partida para el presente procedimiento, ha de mencionarse especialmente, el ácido 4.4'-diamino-difenilurea-3.3'-dicarboxílico, exento de otros sustituyentes, de la fórmula



La tetrazotación se puede realizar del modo usual. Como componentes de copulación, entran en cuenta para el presente procedimiento, ante todo, 1-fenilpirazolones, cuyo radical fenílico está sustituido por un grupo sulfamídico. En estos pirazolones

15.

169993



el radical fenílico -con excepción del grupo sulfamídico- puede estar exento de otros sustituyentes. La posición-3 del radical pirazolónico puede estar ocupada del modo usual, verbigracia, por un grupo metílico. Por tanto, se han de mencionar como componentes de copulación, especialmente, los 1-(sulfamidofenil)-3-metil-5-pirazolones, cuyo grupo sulfamídico ocupa la posición-3', ó -4'.

5. La copulación de los compuestos tetrazoicos precitados, con los componentes de copulación detallados, de los cuales pueden emplearse dos moles del mismo componente, o sendos moles (cada vez un mol) de dos componentes diferentes, se efectúa, en caso dado, ya en medio ácido, aunque es mejor en medio neutro, ó de preferencia en medio alcalino.

10. Los mismos colorantes pueden obtenerse, en muchos casos, según un procedimiento modificado, de modo que se copula ácidos 2-aminobenzol-1-carboxílicos diazotados, que contienen en posición-5 un grupo transformable en grupo amínico, con arilpirazolones que contienen un grupo sulfamídico, transformando el sustituyente en posición-5 del componente diazoico en un grupo amínico, y condensando luego dos moles de un compuesto aminoazoico, de esta forma obtenido, hasta que se constituye la carbamida. Los ácidos 2-aminobenzol-1-carboxílicos, empleados como materias de partida para este procedimiento, pueden contener en posición-5, verbigracia, un grupo nítrico, o un grupo amínico, protegido convenientemente, verbigracia, por acilación. La transformación del sustituyente en posición-5 se efectúa a continuación del modo conocido, por ejemplo, por reducción en el caso del grupo nítrico, y por saponificación en el caso de un grupo acilamínico. La condensación hasta la formación de la carbamida, se efectúa por tratamiento con

15.

20.

25.

30.

169993



fósgeno, de acuerdo con métodos en sí conocidos.

El grupo sulfamídico puede ser sustituido de manera usual, y contener como sustituyentes-N, verbigracia, grupos alquílicos, oxialquílicos u otros.

5. Los colorantes obtenidos según el presente procedimiento, son apropiados para el teñido de los materiales más variados, como el cuero, la lana, las fibras superpoliamídicas, las masas plásticas, la gelatina, etc., pero especialmente para teñir y estampar fibras celulósicas, como el lino, el algodón, la seda artificial y la lana celulósica de celulosa regenerada.

10. Se obtienen resultados particularmente preciosos, si se trata los colorantes en substancia en el baño tintóreo, o sobre la fibra con agentes que ceden metales, verbigracia, cromo cobalto y, especialmente, cobre. La metalización en substancia se puede efectuar, según métodos en sí conocidos, en medio alcalino, neutro o ácido, con o sin adición de agentes que fomentan la formación de complejos o que aumentan la solubilidad. En muchos casos se realiza el tratamiento con agentes que ceden metales, especialmente cobre, ventajosamente sobre la fibra, o por baño único, en parte en el baño tintóreo y en parte sobre la fibra, como se describe, por ejemplo, en la patente francesa N^o 809.893.

15. El presente procedimiento permite, entre otras cosas, la preparación de colorantes que producen, sobre fibras celulósicas, matices que varían entre amarillo y marrón anaranjado, muy estables, especialmente insensibles a la luz, de buena resistencia al lavado y a los ácidos.

EJEMPLO 1.

30. 6,6 partes de ácido 4.4'-diaminodifenilurea-3.3'-dicarboxílico, son diluidas como sal sódica en 200 partes de agua,



169993

mezcladas con 2,8 partes de nitrito sódico, y coladas bajo remo-
vido sobre una mezcla de hielo y 14 partes de ácido clorhídrico
al 30 %. Se continúa removiendo la suspensión del compuesto

5. diazoico durante algún tiempo, copulándola luego con una solu-
ción alcalina de carbonato sódico de 10,2 partes de 1-(3'-sulfa-
midofenil)-3-metil-5-pirazolón. Una vez terminada la copulación
es separado el colorante por filtración y secado. Representa un
polvo marrón rojizo, que se diluye en solución de carbonato só-
dico diluido, y en ácido sulfúrico concentrado, con un color
10. amarillo, y que tiñe el algodón de acuerdo con el procedimiento
de tratamiento posterior con cobre, en uno o dos baños, en mati-
ces marrón amarillentos, sólidos al lavado y a la luz.

Se obtiene un colorante similar, si se emplea como com-
ponente de copulación 1-(4'-sulfamidofenil)-3-metil-5-pirazo-
15. lón, o copulando el componente tetrazoico mencionado, primero
con un mol de 1-(3'-sulfamidofenil)-3-metil-5-pirazolón y,
seguidamente, con un mol de 1-(4'-sulfamidofenil)-3-metil-5-
-pirazolón.

EJEMPLO 2.

20. 3,6 partes de ácido 5-nitro-2-aminobenzoico, son diazo-
tadas del modo usual, y copuladas en solución alcalinizada por
carbonato sódico, con 5,1 partes de 1-(3'-sulfamidofenil)-3-
-metil-5-pirazolón. Después de terminada la copulación, es sepa-
rado el colorante por filtración, suspendido en 100 partes de
25. agua, y después de añadir una solución de sulfuro sódico, con-
teniendo 9,6 partes de sulfuro sódico cristalizado, se remueve
unas horas a 60-65°. Luego se enutraliza con ácido clorhídrico
diluido y se separa, por filtración, el colorante aminoazoico
precipitado. Este es transformado, del modo conocido, por trata-
30. miento con fósgeno, en el derivado carbamídico. El colorante

169993



resulta idéntico con el descrito en el primer párrafo del Ejemplo 1.

EJEMPLO 3.

5. En un baño tintóreo de 4000 partes de agua, que contiene 2 partes de sosa y 1 parte del colorante obtenido según el Ejemplo 2, se introducen, a 50°, 100 partes de algodón, aumentando paulatinamente la temperatura hasta la ebullición, agregando 30 partes de sulfato sódico, y se tiñe durante 3/4 de hora a 95-100°C. A continuación se deja enfriar, a 70°C aproximadamente, añadiendo 1 parte de tartrato complejo de cobre y sodio, de reacción aproximadamente neutra, cobreando 1/2 hora, y enjuagando la mercadería cuidadosamente con agua fría. La coloración marrón amarillenta obtenida, si se desea permite ser saponificada.
- 10.
15. Como es natural, queda sobreentendido que la protección que se recaba para la invención, no queda limitada a los ejemplos de ejecución indicados en la descripción, pues la protección se extiende a todas aquellas formas equivalentes de ejecución basadas en la solución lograda por el invento.

NOTA

20. Hecha la descripción del presente invento, se hace constar que esta solicitud se acoge a la prioridad de la patente N° 92.730, depositada en Suiza, el día 17 de Mayo de 1944, y se declaran como nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones:
25. 1ª.- Procedimiento para la preparación de colorantes

169993



- azoicos, caracterizado porque se copulan ácidos 4.4'-diaminodifenilurea-3.3'-dicarboxílicos tetrazotados con arilpirazolones que contienen un grupo sulfamídico, o que se copula ácidos 2-aminobenzol-1-carboxílicos diazotados, que en posición-5
5. contienen un grupo transformable en un grupo amínico, con los componentes de copulación detallados, condensando, después de la transformación en los compuestos aminoazoicos respectivos, hasta formarse la carbamida, y haciendo actuar, en caso dado, sobre los colorantes obtenidos, agentes que ceden metales.
10. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se elige como componente de copulación 1-fenilpirazolones que están substituídos en el radical fenílico por un grupo sulfamídico.
15. 3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª y 2ª, en el que el efecto de la copulación de las materias indicadas en las precedentes reivindicaciones, dan lugar a productos colorantes aplicables al tinte y estampado de materiales textiles.
- 4ª.- Procedimiento para la preparación de colorantes azoicos.
20. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de seis hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 26 de Mayo de 1945.

GESELLSCHAFT FÜR CHEMISCHE INDUSTRIE IN BASEL.

p.a.