

170307

P A T E N T E  
D E  
I N V E N C I Ó N



JUN. 1945

170307

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES AZOICOS",  
a favor de la razón social suiza J.R. GEIGY A.-G., domiciliada  
en Basilea (Suiza).-

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

Se ha encontrado que se obtienen nuevos colorantes  
azoicos valiosos, si se condensa colorantes nitromonazoicos  
de la fórmula general



en la cual significan

R un radical arílico con una agrupación de ácido  
o-oxicarboxílico, y

10.  $R_1$  un radical bencénico que puede estar ulteriormente  
sustituído,

en medio alcalino con derivados de la aminodifenilamina que,  
a lo menos, contienen un grupo de poder hidrodisolvente, como  
un grupo sulfácido, o carboxílico. La condensación se puede efec-  
15. tuar, asimismo, bajo presión aumentada. En tal caso, se realiza

170307



1949

la reacción de una manera similar como en la condensación de ácidos dinitroestilbenidisulfónicos, o respectivamente, de derivados del ácido nitroaminoestilbenidisulfónico con aminas, o sea, principalmente bajo formación de colorantes azoxi-azoicos.

5. Los nuevos colorantes que se pueden preparar según el presente procedimiento, pueden ser empleados para teñir lana según el procedimiento de cromado posterior, o para teñir cuero. Pero resultan particularmente apropiados para la impresión al cromo sobre fibras celulósicas. Se obtienen, ante todo, impresiones que varían de un marrón rojizo a un azul intenso, que se distinguen por su buena resistencia al jabón, soluciones jabonosas de sosa y a la luz, así como por una muy buena solidez al cloro.
- 10.

El procedimiento es dilucidado por los Ejemplos siguientes:

15. tes:

EJEMPLO 1.

- 36,7 partes de ácido 4-nitro-4'-oxi-1,1'-azobenzol-3'-carboxílico-2-sulfónico, y 26,4 partes de ácido 4-aminodifenilamino-2-sulfónico, son calentadas bajo reflujo hasta la ebullición con 600 partes de lejía de sosa al 8 %, durante 12-16 horas. En seguida, se añaden otras 600 partes de agua, separándose, a 80-90° por filtración, reducidas cantidades de un producto secundario o derivado, difícilmente soluble, que se habrá formado. Luego se neutraliza en el filtrado la alcalinidad, mediante ácido clorhídrico, hasta presentarse la reacción levemente alcalina, separando completamente, por precipitación con sal común y secando, el producto de condensación.
- 20.
- 25.

- En impresión al cromo sobre fibras celulósicas suministra el colorante matices de un marrón rojizo, saturados, de buena solidez a soluciones jabonosas de sosa, cloro y a la luz.
- 30.

170307



26 JUN. 1944

Se obtiene un colorante prácticamente con idénticas propiedades, si se condensa en lugar de bajo reflujo, durante 6 - 8 horas, a 110-115<sup>o</sup>, en el recipiente de presión.

EJEMPLO 2.

5. 35 partes de ácido 4-nitro-4'-oxi-1,1'-azobenzol-3'-carboxílico-2-sulfónico, y 32,4 partes de ácido 4-amino-4'-oxidifenilamina-3'-carboxílico-2-sulfónico, son calentadas bajo reflujo, durante 12-16 horas, hasta la ebullición en el recipiente agitador, con 600 partes de lejía de sosa al 4 %.
10. Después de la dilución con 800 partes de agua, se elimina por filtración un producto difícilmente soluble, como se describe en el Ejemplo 1, y se aísla el colorante.

En impresión al cromo sobre fibras celulósicas, se obtienen matices de un marrón rojizo intenso, de buena solidez a cocción, jabón, soluciones jabonosas de sosa, cloro y luz.

15.

EJEMPLO 3.

20. 36,7 partes de ácido 4-nitro-4'-oxi-1,1'-azobenzol-3'-carboxílico-2-sulfónico, y 40,4 partes de ácido 4-amino-4'-oxidifenilamina-3'-carboxílico-2,5'-disulfónico, son condensadas a temperatura de ebullición bajo reflujo durante 12-14 horas, con 600 partes de lejía de sosa el 8 %. Después de separada una pequeña cantidad de un producto secundario o derivado, difícilmente soluble, se aísla del modo usual.

25. El colorante suministra, en impresión al cromo sobre fibras celulósicas, matices de un marrón rojizo, muy saturados, de buena resistencia a la humedad, así como de buena solidez al cloro y a la luz.

30. Otro colorante que casi tiene las mismas virtudes de solidez, se obtiene si se substituye en el Ejemplo anterior, el ácido 4-nitro-4'-oxi-1,1'-azobenzol-3'-carboxílico-2-sulfó-

170307



nico por el ácido 4-nitro-2'-metil-4'-oxi-1,1'-azobenzol-3'-  
-carboxílico-2-sulfónico.

EJEMPLO 4.

5. 31,7 partes de ácido 4-nitro-2-metoxi-4'-oxi-1,1'-  
-azobenzol-3'-carboxílico, y 34,4 partes de ácido 4-aminodife-  
nilamina-2,3'-disulfónico, son cocidas durante 12-14 horas,  
con 1000 partes de lejía de sosa al 5 %, bajo reflujo, y elabo-  
radas del modo usual después de aclaramiento.

10. El colorante suministra, en impresión al cromo sobre  
fibras celulósicas, matices de un marrón rojizo de buenas re-  
sistencias a la humedad, y de buena solidez a la luz.

En el siguiente Cuadro va citado un número de otros  
colorantes más que pueden ser preparados según el invento:

170307



Colorante nitromonoazoico	Derivado difenilamínico	Matiz del producto de condensación en impresión al cromo.
Acido 4-nitro-4'-oxi-1,1'-azobenzol-3'-carboxílico-2-sulfónico	Acido 4-amino-4'-metoxi-difenilamino-2-sulfónico	Marrón rojizo
"	ácido 4-amino-2',4'-dimetil-difenilamino-2-sulfónico	"
"	ácido 4-aminodifenilamino-3'-carboxílico-2-sulfónico	"
ácido 4-nitro-2'-metil-4'-oxi-1,1'-azobenzol-5'-carboxílico-2-sulfónico	ácido 4-amino-4'-oxidifenil-amino-3'-carboxílico-2,5'-disulfónico	"
"	ácido 4-amino-4'-oxidifenil-amino-3'-carboxílico-2-sulfónico	"
ácido 4-nitro-5-metil-4'-oxi-2-metoxi-1,1'-azobenzol-3'-carboxílico.	ácido 4-aminodifenil-amino-2-sulfónico	Marrón
"	ácido 4-amino-4'-oxidifenil-amino-3'-carboxílico-2-sulfónico	"
"	ácido 4-amino-4'-oxidifenil-amino-3'-carboxílico-2,5'-disulfónico	"
ácido 4-nitro-2,5-dimetoxi-4'-oxi-1,1'-azobenzol-3'-carboxílico	Acido 4-aminodifenilamino-2-sulfónico	"
"	ácido 4-aminodifenilamino-2,3'-disulfónico	"
"	ácido 4-amino-4'-oxidifenil-amino-3'-carboxílico-2,5'-disulfónico	"

170307



JUN. 1945

Como es natural, queda sobreentendido que la protección que se recaba para la invención, no queda limitada a los ejemplos de ejecución práctica indicados en la descripción, pues la protección se extiende a todas aquellas formas equivalentes de ejecución basadas en la solución lograda por el invento.

5.

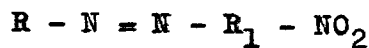
NOTA

Hecha la descripción del presente invento, se hace constar que esta solicitud se acoge a la prioridad de la patente suiza Nº 93.988, depositada el 27 de Junio de 1944, y se declaran como nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones:

10.

1ª.- Procedimiento para la preparación de colorantes azoicos, esencialmente caracterizado porque para esta preparación se condensan colorantes nitromonoazoicos de la fórmula general

15.



en la cual significan

20.

R un radical aromático con una agrupación de ácido o-oxi-carboxílico, y

R<sub>1</sub> un radical bencénico que puede estar ulteriormente sustituido,

25.

en presencia de álcalis, con o sin empleo de presión, con derivados aminodifenilamínicos, que a lo menos, contienen un grupo

170307



de poder hidrodisolvente, como un grupo de ácido sulfónico, o carboxílico.

2ª.- Procedimiento para la preparación de colorantes azoicos.

5. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de siete hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 26 de Junio de 1945.-

J.R. GEIGY A,-G.

p.a.