

172911

P A T E N T E
D E
I N V E N C I Ó N



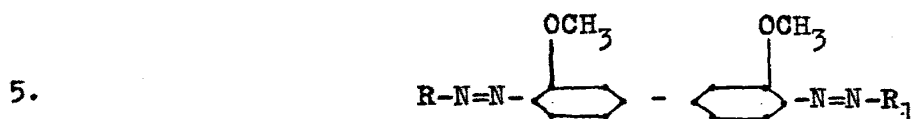
172911

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES DISAZOICOS QUE CONTIENEN COBRE", a favor de la razón social suiza CIBA SOCIÉTÉ ANONYME, domiciliada en Basilea (Suiza).-

- . .

MEMORIA DESCRIPTIVA

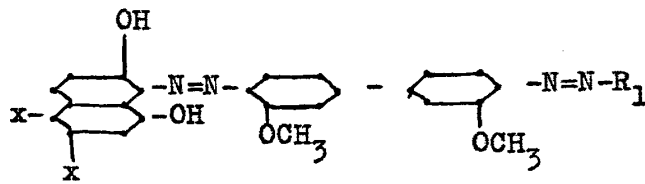
Se ha encontrado que se obtienen colorantes disazoicos valiosos, si se trata colorantes disazoicos de la fórmula general



en la cual significan

- R el radical de un ácido dioxi-naftalina-mono-sulfónico, y
 R_1 el radical de un ácido oxi-, ó -dioxinaftalinasulfónico,
 10. estando los grupos $-N=N-$ y cada vez un grupo hidroxilo, tanto en R, como en R_1 , en posición-1,2 uno respecto al otro, con medios que ceden cobre. Al efecto, son especialmente valiosos aquellos productos que se derivan de los colorantes disazoicos de la fórmula general

15.



172911

5. en la cual una x simboliza un átomo de hidrógeno, y la otra x un grupo-SO₃H, y en la cual R₁ significa el radical de un ácido oxi-, ó -dioxinaftalinasulfónico.

10. El tratamiento con medios que ceden cobre, puede tener lugar, según la finalidad deseada, bajo condiciones moderadas, o más rigurosas; en el primero caso, se produce la formación de complejos cúpricos sin saponificación esencial de los grupos metoxi; en el segundo caso, esta última se realiza prácticamente por completo.

15. El nuevo procedimiento conduce a colorantes azules directos, que pueden distinguirse por una eminente solidez a la luz. Esta resistencia a la acción de la luz, puede asimismo resistir al tratamiento de las materias textiles con medios que las hacen inarrugables.

20. Los ácidos dioxinaftalina-mono-sulfónicos que se emplean para la preparación de los colorantes disazoicos de partida, son aquellos en los cuales los grupos-OH y el grupo-SO₃H son repartidos de tal modo en la molécula, que puedan copular con compuestos diazoicos y que intervienen el grupo

25. diazoico en posición-o respecto a un grupo-OH. Tales ácidos dioxinaftalina-mono-sulfónicos son, vg., el ácido 1.3-dioxinaftalina-6-sulfónico, el ácido 1.6-dioxinaftalina-3-sulfónico, el ácido 1,6-dioxinaftalina-4-sulfónico, el ácido 1.7-dioxinaftalina-4-sulfónico, el ácido 2.8-dioxinaftalina-6-sulfónico,

30. el ácido 1,8-dioxinaftalina-4-sulfónico, el ácido 2.6-dioxinaft-



112911

- talina-4-sulfónico, el ácido 2.7-dioxinaftalina-3-sulfónico, etc. Por ácidos oxinaftalina-sulfónicos, no sólo han de entenderse compuestos como ácido 1-oxinaftalina-3-sulfónico, ácido 1-oxinaftalina-4-sulfónico, ácido 1-oxinaftalina-5-sulfónico, 5. ácido 2-oxinaftalina-4-sulfónico, ácido 2-oxinaftalina-5-sulfónico, ácido 2-oxinaftalina-6-sulfónico, ácido 2-oxinaftalina-7-sulfónico, ó ácido 2-oxinaftalina-8-sulfónico, sinó, aparte de los correspondientes ácidos di- y -trisulfónicos, también aquellos compuestos que contienen además del grupo-OH un 10. grupo - amino, o un grupo - amino substituído, por ejemplo el ácido 2-amino-5-oxinaftalina-7-sulfónico, el ácido 2-metilamino-5-oxinaftalina-7-sulfónico, el ácido 2-oxietilamino-5-oxinaftalina-7-sulfónico, el ácido 2-fenilamino-5-oxinaftalina-7-sulfónico, el ácido 2-fenilamino-5-oxinaftalina-4', o 15. respectivamente -3'.7-disulfónico, el ácido 2-(4'-oxi)-fenilamino-5-oxinaftalina-7-sulfónico-3'-carboxílico, el ácido 2-(4'-metoxi)-fenilamino-5-oxinaftalina-7-sulfónico, el ácido 1-amino-8-oxinaftalina-4-sulfónico, el ácido 2-amino-8-oxinaftalina-6-sulfónico, el ácido 1-amino-8-oxinaftalina-3.6-disulfónico, 20. el ácido 1-amino-8-oxinaftalina-2.4-disulfónico, etc. A este grupo pertenecen también ácidos dioxinaftalina-disulfónicos, como el ácido 1.8-dioxinaftalina-3.6-disulfónico.

El invento queda aclarado por los siguientes ejemplos, aunque sin que éllo signifique limitación a los mismos de la 25. protección amparada por esta patente.

EJEMPLO 1.

Se prepara en forma en sí conocida, el colorante disazoico de 61 partes de 4.4'-diamino-3.3'-dimetoxi-difenilo, y 126 partes de ácido 2.8-dioxinaftalina-6-sulfónico.

30. Se diluye la sal sódica del colorante disazoico, sepa-



172911

- rada de modo usual, en la 15-20pla cantidad de agua caliente, mezclándose la solución violeta-azulada con 50 partes en volumen de solución amoniaca, a un 23 %, y calentando a 85-90°. Seguidamente se mezcla paulatinamente con una solución
5. de 132 partes de sulfato de cobre cristalizado en amoniaco sobrante. Con éllo se va produciendo una conversión del color del violeta-azulado al azul verdoso. Se sigue agitando durante varias horas, a la temperatura indicada, luego se deja enfriar segregando el nuevo compuesto de complejo cúprico por separación mediante sal; éste seguidamente es filtrado, lavado con solución de cloruro sódico a un 10 %, y secado.
- 10.

- El nuevo colorante representa un polvo violeta-negrusco; se diluye en agua caliente con un color azul-grisáceo, haciéndolo con ácido sulfúrico a base de un azul verdoso. Este compuesto cúprico tiñe algodón en matices azules verdosos, a
15. prueba de gotas de agua y de una eminente solidez a la luz. La solidez a la luz de las coloraciones no se altera por el llamado tratamiento de inarrugabilización.

- Si se efectúa el tratamiento con cobre a 50°, se obtiene, asimismo, un colorante que tiñe de azul.
- 20.

EJEMPLO 2.

- Se prepara de modo en sí conocido, el colorante disazoico asimétrico a base de 61 partes de 4.4'-diamino-3.3'-dimetoxi-difenilo, 56 partes de ácido 2-oxinaftalina-6-sulfónico y
25. 63 partes de ácido 2.8-dioxinaftalina-6-sulfónico.

- El colorante húmedo obtenido, importando aproximadamente 450 partes en peso, es diluido en 4500 partes de agua caliente, mezclado con 30-50 partes en volumen de una solución amoniaca a un 23 %, calentado a 85° y mezclado poco a poco, a
30. 85-90°, con aproximadamente 550 partes en volumen de una solu-



172311

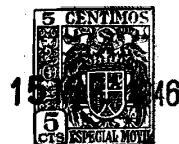
5. ción amoniacal de cobre, correspondiente a 137 g de sulfato de cobre cristalizado, preparada como en el Ejemplo 1, manteniendo la temperatura a 85-90° durante 12 horas. La elaboración ulterior del líquido de reacción, se efectúa según la manera descrita en el Ejemplo 1.

10. El colorante obtenido, que contiene cobre, se diluye en agua caliente, con un color violeta-azulado (en ácido sulfúrico concentrado con un azul verdoso ligero), y tiñe la celulosa (algodón o celulosa regenerada), de un azul rojizo muy sólido a la luz.

EJEMPLO 3.

15. Si se substituye en el Ejemplo 2 el primer componente de copulación, por 60 partes de ácido 1.8-dioxinaftalina-4-sulfónico, se obtiene, separando el producto de copulación por filtración, aproximadamente 600 partes de un colorante disazoico húmedo. Para su tratamiento cúprico, se le diluye en 6000 partes de agua, mezclándolo con 50 partes en volumen de solución amoniacal a un 23 %, calentándolo a 85-90°, y tratándolo del modo descrito en los Ejemplos anteriores, con 20. aproximadamente 600 partes en volumen de solución de óxido de cobre amoniacal, correspondiente a 150 g de sulfato de cobre cristalizado. El color de la solución originariamente violeta-azulada, se va alterando hacia el azul. Se enfría después de 25. unas cuantas horas; la elaboración ulterior tiene lugar igualmente de acuerdo con la forma descrita en los precedentes Ejemplos.

30. El compuesto de complejo cúprico obtenido, representa un polvo oscuro, que se diluye en agua caliente con un color azul, en ácido sulfúrico concentrado con un azul verdoso. La fibra celulósica es teñida en tintes azules grisáceos.



172911

El compuesto de complejo cúprico del colorante de 2 moles de ácido 1.8-dioxinaftalina-4-sulfónico, sobre 1 mol de dianisidina, tiñe algodón en matices azules grisáceos muy sólidos a la luz.

5. Otros compuestos cúpricos más, cuyas propiedades tintóreas se aproximan a los productos descritos en el Ejemplo anterior, son obtenidos con los productos de copulación a base de 1 mol de disnisidina y cada vez 1 mol de los componentes de copulación siguientes:

- | | | |
|-----|--------------------------------------|--|
| 10. | Acido 1.6-dioxinaftalina-4-sulfónico | Acido 2-oxinaftalina-3.6-sulfónico |
| | " 2.8-dioxinaftalina-6-sulfónico | " 2-fenilamino-5-oxinaftalina-4'.7-disulfónico |
| | " 2.8-dioxinaftalina-6-sulfónico | " 2-fenilamino-5-oxinaftalina-3'.7-disulfónico |
| | " 2.8-dioxinaftalina-6-sulfónico | " 2-oxinaftalina-3.6-disulfónico |
| | " 2.8-dioxinaftalina-6-sulfónico | " 1-oxinaftalina-3.6.8-trisulfónico |
| 15. | " 2.8-dioxinaftalina-6-sulfónico | " 1-oxinaftalina-4.8-disulfónico |

EJEMPLO 4.

Se prepara un baño tintóreo con un 0,5 % del colorante según el Ejemplo 1, y un 2 % de sosa, introduciendo a 60° al algodón, se calienta hasta ebullición, añadiendo después de un cuarto de hora un 30 % de sulfato sódico, y se deja hervir aún durante media hora más. Con élllo, queda teñido el algodón de un azul verdoso, sólido a la luz.

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.

972911



NOTA

Hecha la descripción del presente invento, se hace constar que esta solicitud se acoge a la prioridad de la patente Nº 1371, depositada en Suiza en fecha 22 de Marzo de 1945, y se declaran como nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones:

5.

1ª.- Procedimiento para la preparación de colorantes disazoicos que contienen cobre, caracterizado porque se trata colorantes disazoicos de la fórmula general

10.



en la cual significan

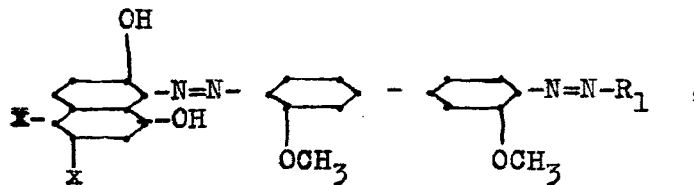
R el radical de un ácido dioxinaftalina-mono-sulfónico, y R₁ el radical de un ácido oxi- ó dioxinaftalinasulfónico,

15.

con medios que ceden cobre.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se trata colorantes de la fórmula general

20.



en la cual simboliza una

x un átomo de hidrógeno, y la otra

25.

x un grupo SO₃H, y en la cual significa



972911

15

R₁ el radical de un ácido oxi- ó -dioxinaftalinasulfónico, con medios que ceden cobre.

5. 3^a.- Procedimiento para la preparación de colorantes disazoicos que contienen cobre, según las reivindicaciones 1^a y 2^a, caracterizado porque se emplean como medios que desprenden cobre, soluciones de cobre amoniacales acuosas.

4^a.- Procedimiento según las precedentes reivindicaciones, en el que los nuevos colorantes obtenidos se emplean para el teñido de materiales.

10. 5^a.- Procedimiento para la preparación de colorantes disazoicos que contienen cobre.

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

15. Madrid, a 15 de Marzo de 1946.-

CIBA Sociéte Anonyme.

p.a.