



222191

222192

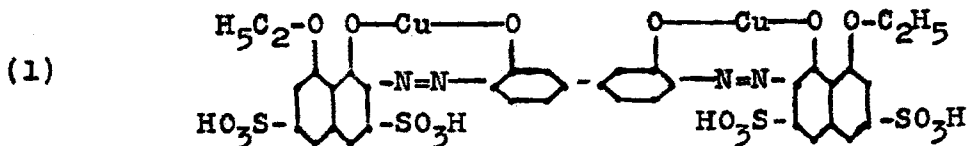
P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE DISAZOCOLORANTES QUE CONTIENEN COBRE", a favor de CIBA SOCIETE ANONYME, de nacionalidad suiza, domiciliada en BASILEA, (Suiza).

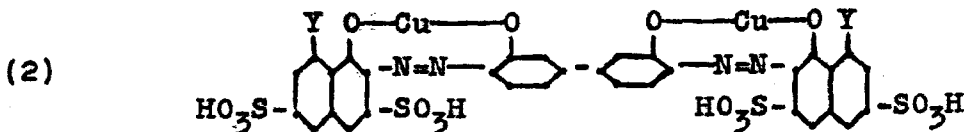
= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a nuevos disazocolorantes que contienen cobre que, como por ejemplo el colorante de fórmula



corresponden a la fórmula general

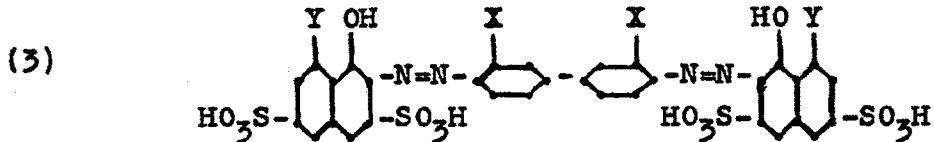




222191

en la cual Y significa un grupo alcoxi, preferentemente de peso molecular inferior, eventualmente, ulteriormente substituído.

5. Se llega a estos productos nuevos, si se trata disazocolorantes de fórmula



en la cual significan

X un grupo oxi o un substituyente que puede ser transformado en un tal grupo, e

10. Y un grupo alcoxi, preferentemente de peso molecular bajo, eventualmente, ulteriormente substituído, con medios que ceden cobre de tal modo que se forman los complejos de cobre bis-(o,o'-dioxiazocicos), eventualmente con transformación de los substituyentes X en grupos oxi.

15. Los disazocolorantes de fórmula (3) que en el presente procedimiento sirven de materias de partida, pueden ser preparados copulando una diamina tetrazotada correspondiente a la fórmula



por ambos lados, con azocomponentes de la composición



20. (en las fórmulas (4) y (5) X e Y tienen la significación indicada al principio).

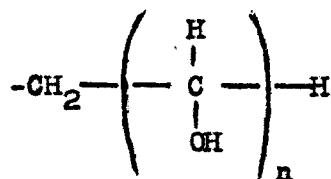
Como diaminas de la fórmula (4) se utiliza 4,4'-dia-

222191



minodifenilcompuestos que presentan en las posiciones 3 y 3', ya sea el mencionado grupo oxi, o un sustituyente transformable en él, como un átomo de halógeno, por ejemplo cloro, o un grupo alcoxi de peso molecular bajo, de preferencia un grupo metoxi. Por lo tanto, han de mencionarse como diaminas, por ejemplo, 3,3'-dioxi-4,4'-diaminodifenilo, 3,3'-dicloro-4,4'-diaminodifenilo, 3,3'-dietoxi-4,4'-diaminodifenilo, y particularmente, 3,3'-dimetoxi-4,4'-diaminodifenilo.

- 5.
10. El grupo alcoxi Y en los azocomponentes correspondientes a la fórmula (5) puede ser uno que tenga el radical hidrocarburo alifático saturado o no saturado. Los radicales hidrocarburo pueden contener, asimismo, aun sustituyentes, como por ejemplo grupos ciano, oxi, o alcoxi, o bien radicales arilo. En general se muestra como conveniente, utilizar
15. azocomponentes de fórmula (5) con tales grupos alcoxi, cuyos radicales alcoílo contienen sólo pocos átomos de carbono, por ejemplo 1 a 4. Se logra valiosos resultados, por ejemplo, con azocomponentes de la naturaleza indicada, cuyos grupos alcoxi están substituídos en los radicales alcoílo por 1 a 2
20. grupos oxi. Tales radicales alcoílo pueden presentar, ventajosamente, la composición



a cuyo efecto n significa 1 o 2.

Como ejemplos de azocomponentes apropiados se menciona los compuestos siguientes:

25. ácido 1-metoxi- o 1-etoxi-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico, ácido 1-beta-oxietoxi-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico, ácido 1-iso-



22191

5. propiloxi- o isobutiloxi-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico, ácido 1-beta,gamma-dioxipropiloxi-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico, ácido 1-beta- o -gamma-oxipropiloxi-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico, ácido 1-n-propiloxi-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico, ácido 1-aliloxi-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico, ácido 1-beta-metoxietoxi-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico, ácido 1-benciloxi-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico.

10. Los azocomponentes de fórmula (5) pueden ser obtenidos según métodos conocidos, por ejemplo por alcoilación del ácido 1,8-dioxinaftalin-3,6-disulfónico. Los ácidos 1-oxialcoxi-8-oxinaftalin-3,6-disulfónicos pueden ser preparados por ejemplo, ventajosamente por transposición del ácido 1,8-dioxinaftalin-3,6-disulfónico con oxialcoilhalogenuros u óxidos de alcoileno, como por ejemplo óxido de etileno, convenientemente en medio acuoso y en presencia de medios que fijan ácidos.

15. La copulación de las aminas tetrazotadas que responden a la fórmula (4) con los azocomponentes de fórmula (5) puede llevarse a cabo, igualmente, según métodos conocidos. Con ventaja se copula 3,3'-dihalógeno- o 3,3'-dialcoxi-4,4'-diaminodifenilcompuestos tetrazotados en medio alcalino, por ejemplo en medio alcalino que contiene un carbonato alcalino, mientras que para la copulación del 3,3'-dioxi-4,4'-diaminodifenilo tetrazotado resulta indicado un medio más intensamente alcalino, por ejemplo un medio que contiene un hidróxido alcalino o alcalinotérreo, y/o facilitando estas copulaciones convenientemente por apropiadas adiciones, como alcohol o piridina.

20. También el tratamiento con los medios que ceden cobre, puede tener lugar de modo conocido. De todos modos se

25.

30.



222191

- debe llevar a cabo de tal manera que se formen los complejos de cobre bis-(o,o'-dioxiazocicos), y es sabido que las condiciones reaccionales, por regla general han de ser elegidas, al efecto, más enérgicas, si está presente una agrupación
5. o-alcoxi-o'-oxi-azoica, o incluso una agrupación o-halógeno-o'-oxiazocica, que si ya está presente una agrupación o,o'-dioxiazocica. Mientras que también una metalización en medio ligeramente ácido, por ejemplo con sulfato de cobre con adición de acetato sódico, en general presta buenos servicios
10. con los grupos o,o'-dioxiazocicos, en los demás casos se recomienda llevar a cabo la metalización con compuestos complejos de ammina de cobre, por ejemplo compuestos de tetramina de cobre a base de amoníaco, piridina, alcoilaminas o, particularmente, oxietilaminas.
15. Los colorantes que contienen cobre así obtenibles, corresponden a la ya comentada fórmula (2). Esta fórmula, así como la fórmula (1) reproducen indudablemente la correcta cantidad estequiométrica de cobre y la correcta posición del átomo de cobre en el complejo, en cambio la distribución de valencias principales y secundarias en el enlace complejo
20. del cobre con el colorante, hoy día aun no consta de una manera inequívoca.
- Los nuevos colorantes que contienen cobre, de fórmula (2), resultan apropiados para teñir y estampar los materiales más diversos, particularmente las fibras celulósicas, como algodón, lino, seda artificial, o lana celulósica a base de celulosa regenerada. Los tintes se distinguen por buena solidez a la luz y, en general, asimismo por buenas propiedades de solidez ulteriores, como por ejemplo una relativamente buena solidez a los ácidos y al sudor. Los nuevos
- 25.
- 30.



22181

5. colorantes se muestran como valiosos, particularmente, también porque por regla general dan tonos azules extraordinariamente puros, cuya producción no ha sido posible con los colorantes del mismo tipo conocidos hasta el presente. Los tonos quedan bien conservados, asimismo en la luz artificial. La seda artificial de viscosa, que se tiñe con barrados, con los nuevos colorantes es teñida de modo uniforme.

10. En los siguientes ejemplos en tanto que no se indique otra cosa, las partes significan partes en peso; los porcentajes tanto por ciento en peso, y las temperaturas están indicadas en grados Celsius.

E J E M P L O 1.

15. 24.4 partes de 3,3'-dimetoxi-4,4'-diaminodifenilo son tetrazotadas del modo usual, y el tetrazocompuesto es incorporado bajo enfriamiento con hielo en una solución alcalina al carbonato sódico, de 74 partes de ácido 1-beta-oxietoxi-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico. Por adición de piridina o de picolina, es acelerada la copulación. Después de terminada la copulación, se calienta la solución a 70°, y el disazocolorante es segregado por adición de cloruro sódico, y filtrado. Se disuelve en agua con color azul y tiñe el algodón en tonos azules.

25. Para la transformación en el complejo de cobre, la pasta de colorante es disuelta en 1500 partes de agua y mezclada con 50 partes de monoetanolamina. Seguidamente se adiciona una solución a base de 55 partes de sulfato de cobre cristalizado, 80 partes de amoníaco al 25% y 100 partes de agua y se calienta durante 24 horas bajo agitación y enfriamiento al reflujo en baño maría hirviente. El complejo de cobre formado, es precipitado, seguidamente por adición de clo-

30.



222191

ruro sódico, filtrado, y secado. El colorante es un polvo oscuro que se disuelve en agua dando color azul y que tiñe el algodón en claros tonos de un azul verdoso.

5. El ácido 1-beta-oxietiloxi-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico utilizado en el ejemplo, es obtenido por reacción de etilenclorhidrina (aproximadamente 1.5 mol) con ácido 1,8-dioxinaftalin-3,6-disulfónico (1 mol) en solución acuosa, y en presencia de carbonato cálcico a temperatura de ebullición.

10. Se obtiene un colorante de similares propiedades, si se substituye el ácido 1-beta-oxietoxi-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico por el ácido 1-etoxi-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico.

E J E M P L O 2.

15. En un baño tintóreo que contiene 0.8 partes del colorante que contiene cobre, según el ejemplo 1, 1º a 2º párrafo, en 3000 partes de agua, se introduce a 40° 100 partes de algodón, se tiñe durante media hora bajo aumento de la temperatura a 90°, se adiciona 30 partes de sulfato sódico cristalizado y se tiñe otra media hora más a 90-95°. Seguidamente el algodón es enjuagado y terminado del modo usual.

20. Se obtiene un tinte de un puro azul verdoso, sólido a la luz.

25. La invención, en su esencialidad, puede ser desarrollada en otras formas de realización que difieran en detalle de las indicadas a título de ejemplo, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, llevarse a la práctica con los medios y aparatos más adecuados, por quedar todo ello comprendido en el espíritu de las reivindicaciones.

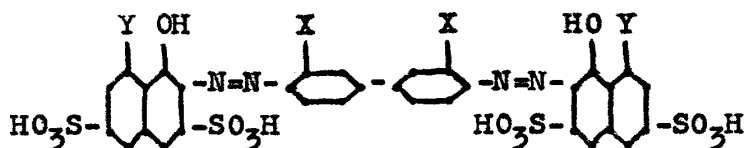


22191

N O T A

Describe el objeto de la invención, se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad suiza nº 6348 del 31 de Mayo de 1954.

- 5. 1. Procedimiento para la preparación de disazocolorantes que contienen cobre, caracterizado porque se trata disazocolorantes de fórmula



en la cual significan

- X un grupo oxi, o un substituyente que se puede transformar en aquél, e
- 10. Y un grupo alcoxi, preferiblemente de peso molecular bajo, eventualmente, ulteriormente substituído, con medios que ceden cobre, de tal modo que se forma los complejos de cobre bis-(o, o'-dioxiazóicos) eventualmente con transformación de los substituyentes X en grupos oxi.
- 15. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las materias de partida son colorantes de la fórmula indicada, en la cual las dos X significan grupos metoxi.
- 20. 3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se trata colorantes de la fórmula indicada, en la cual las dos Y significan grupos oxialcoxi de peso molecular bajo, de preferencia grupos oxietoxi.

222191



4. Procedimiento para la preparación de disazocolorantes que contienen cobre.

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

5.

Barcelona, para Madrid, a 28 de Mayo de 1955.

CIBA Sociéte Anonyme

p.a. *Kauehem*

tr: jpt
o/mp.