

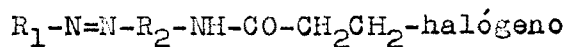






# 240700

(2)



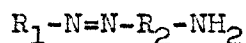
en la que significan

$R_1$  un radical arom\u00e1tico, a lo sumo bic\u00edclico, de un diazo-  
componente que contiene eventualmente un grupo azo cuyo  
5. diazocomponente presenta a lo menos tantos grupos de  
\u00e1cido sulf\u00f3nico como anillos arom\u00e1ticos de seis eslabo-  
nes, y

$R_2$  un radical benceno, enlazado en posici\u00f3n 4 con el grupo  
-NH-, y en posici\u00f3n 1 con el grupo azo.

10. Se llega a los nuevos colorantes de f\u00f3rmula (2), si  
se acila aminoazocolorantes de f\u00f3rmula

(3)



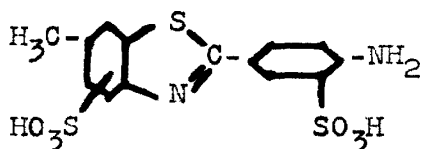
en la que  $R_1$  y  $R_2$  tienen la significaci\u00f3n indicada, en el  
grupo amino con anh\u00eddridos o halogenuros de un \u00e1cido beta-ha-  
logenopropi\u00f3nico. Como anh\u00eddridos o halogenuros entran en con-  
sideraci\u00f3n, ante todo, aquellos del \u00e1cido beta-bromo- o beta-  
15. -cloropropi\u00f3nico.

Los aminoazocolorantes de f\u00f3rmula (3) pueden ser pre-  
parados mediante copulaci\u00f3n de \u00e1cidos aminosulf\u00f3nicos arom\u00e1-  
ticos diazotados que contienen a lo menos tantos grupos de \u00e1ci-  
do sulf\u00f3nico como anillos arom\u00e1ticos de seis miembros, con  
aminobenzenos que presentan un grupo amino primario.  
20.

Por consiguiente, para la preparaci\u00f3n de los aminoazo-  
colorantes de f\u00f3rmula (3) se necesita diazocomponentes que  
contienen grupos de \u00e1cido sulf\u00f3nico, por ejemplo de la serie  
de los benzenos o de las naftalinas, los cuales pueden conte-  
ner, eventualmente, un grupo azo, y que contienen por anillo  
25. arom\u00e1tico de seis eslabones, a lo menos un grupo de \u00e1cido sul-



- fónico y, eventualmente, ulteriores substituyentes, por ejemplo átomos de halógeno, como cloro, grupos metoxi o etoxi, grupos nitro o acilamino. Debido a su buena accesibilidad y de los buenos resultados entran en cuenta, ante todo, ácidos
5. mono- y disulfónicos del aminobenceno, por ejemplo el ácido 1-aminobencen-2-, -3-, o -4-sulfónico, ácido 3-amino-2-oxibenzoico-5-sulfónico, ácido 5-amino-2-oxibenzoico-3-sulfónico, el ácido 2-aminobenzoico-4- o -5-sulfónico, o el ácido 1-aminobencen-2,5-disulfónico, el ácido 4-beta-cloropropionilamino-
10. -1-aminobencen-2-sulfónico, el ácido 4-cloroacetilamino-2-aminobencen-1-sulfónico, ácidos disulfónicos de aminobenceno, por ejemplo el ácido 4-amino-1,1'-azobencen-3,4'-disulfónico, además el ácido disulfónico de fórmula



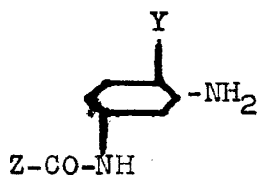
- que es obtenido por transposición térmica del sulfato ácido
15. del ácido monosulfónico, obtenible de 2-(4'-aminofenil)-6-metilbencentiazol por sulfonación con ácido sulfúrico concentrado y, preferentemente, ácidos alfa- y beta-naftilaminodisulfónicos, como el ácido 1-aminonaftalin-3,6-disulfónico, el ácido 2-aminonaftalin-3,6-, -5,7-, -4,8-, o -6,8-disulfónico.
20. Para la copulación con los diazocomponentes indicados que contienen grupos de ácido sulfónico, se utiliza aminobencenos aptos para la copulación gracias a la presencia de un grupo amino primario. Estos pueden contener ulteriores substituyentes, por ejemplo grupos alkilo o alcoxi de bajo peso molecular,
25. como grupos metilo, etilo, metoxi o etoxi.



Como ejemplos de tales aminobencenos se menciona vg. las siguientes aminas primarias:

- Anilina, o- o m-toluidina, 2,5-dimetilanilina, o- o m-anisidinas, 2-metoxi-5-metilanilina, 2,5-dimetoxi- o dietoxianilina. Pero ventajosamente se utiliza 1-aminobencenos que contienen un grupo acilamino en posición 3, preferentemente un grupo acilamino derivado de un ácido carboxílico, ante todo, de un ácido carboxílico alifático de bajo peso molecular, por ejemplo un grupo formilamino, acetilamino, propionilamino, oxiacetilamino, oxipropionilamino, carbalcoxiamino o
10.  $-H_2N-CO-NH$ . Por consiguiente se utiliza, por ejemplo ventajosamente, 1-amino-3-acilaminobencenos de fórmula

(4)



en la que significan

- Y un átomo de hidrógeno, un grupo alkilo de bajo peso molecular, o un grupo alcoxi de bajo peso molecular, y
15. Z un grupo  $H_3C$ , un grupo  $H_5C_2$ , un grupo  $H_5C_2O$ , un grupo  $H_3C-O$ , un grupo  $HO-CH_2$  o un grupo  $H_2N$ . A título de ejemplos para 1-amino-3-acilaminobencenos de fórmula (4) se menciona:
20. 1-amino-3-acetilaminobenceno,  
1-amino-3-propionilaminobenceno,  
1-amino-3-(beta-cloropropionil)-aminobenceno,  
1-amino-3-oxiacetilaminobenceno,  
1-amino-3-acetilamino-6-metoxibenceno,
25. 1-amino-3-acetilamino-6-metilbenceno,



(3-aminofenil)-urea,

(3-amino-4-metoxifenil)-urea,

1-amino-3-carbometoxi- o -carboetoxiaminobenceno.

5. La copulación de estos aminobencenos con los diazocomponentes indicados que contienen grupos de ácido sulfónico, puede ser efectuada de modo conocido, convenientemente en medio débilmente ácido hasta neutro, por ejemplo acético.

10. La acilación según el invento de los colorantes de fórmula (2) con anhídrido de ácido beta-halogenopropiónico o con halogenuros de ácido beta-halogenopropiónico, por ejemplo con cloruro de beta-cloropropionilo, es llevada a cabo convenientemente en presencia de fijadores de ácidos, como acetato sódico o carbonato sódico. En la acilación hay que proceder de modo que durante esta transposición y en el producto de acilación formado se conserve el átomo de halógeno del radical halogenopropionilo, por ejemplo transponiendo un mol de un aminoazocolorante de fórmula (2) con a lo menos un mol de anhídrido o de halogenuro, en medio débilmente ácido, neutro, hasta ligeramente alcalino, y/o a temperaturas mantenidas lo más bajas posible.

20. Los colorantes obtenidos según el presente procedimiento, a pesar de la presencia de átomos de halógeno lábiles, pueden ser aislados del medio de preparación por ejemplo mediante precipitación por sal y filtración, y ser elaborados ulteriormente en preparados tintóreos secos, utilizables. El aislamiento se efectúa, preferentemente, a temperaturas lo más bajas posible por precipitación mediante sal y filtración. Los colorantes aislados pueden ser secados, eventualmente después de la adición de medios de atemperación que presentan

25. reacción neutra o alcalina muy débil; preferentemente, el se-

30.



# 240700

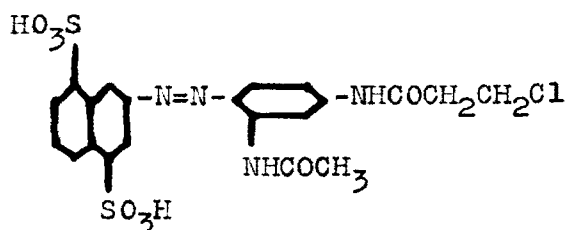
5. cado es llevado a cabo a temperatura no demasiado altas, eventualmente a presión disminuída. Por secado de atomización de toda la mezcla de preparación de los colorantes se puede elaborar preparaciones secas, en ciertos casos directamente, es decir sin aislamiento intermedio de los colorantes.
- Según el presente procedimiento son obtenidos nuevos, valiosos azocolorantes que corresponden a la fórmula general (2) y que contienen, preferentemente, a lo menos dos grupos hidrodisolventes.
10. Estos nuevos colorantes resultan apropiados para el teñido y la estampación de los materiales más diversos, como de materiales textiles animales o de materiales que contienen superpoliamida, particularmente de materiales celulósicos de estructura fibrosa, como lino, celulosa, celulosa regenerada y, ante todo algodón, así como de fibras artificiales sintéticas a base de viscosa o de alcohol polivinílico. Se prestan de un modo muy particular para el teñido de celulosa por el procedimiento según el cual los colorantes son aplicados según el método de teñido directo, según el método Pad, o según el método de estampación, al género a teñir, siendo fijados en el mismo por ejemplo mediante fijadores de ácidos y tratamiento térmico.
15. Las coloraciones obtenibles con los colorantes en las fibras celulósicas, por regla general, se distinguen por la pureza de sus tonos de color, por una buena solidez a la luz, y ante todo, por eminente solidez al lavado.
20. En los ejemplos siguientes, en tanto no se indique otra cosa, las partes significan partes en peso, los porcentajes tantos por cientos en peso, y las temperaturas están indicadas en grados Celsius.
25. En los ejemplos siguientes, en tanto no se indique otra cosa, las partes significan partes en peso, los porcentajes tantos por cientos en peso, y las temperaturas están indicadas en grados Celsius.
30. En los ejemplos siguientes, en tanto no se indique otra cosa, las partes significan partes en peso, los porcentajes tantos por cientos en peso, y las temperaturas están indicadas en grados Celsius.



# 240700

## E J E M P L O 1.

- 46,4 partes del colorante a base de ácido 2-aminonaf-  
talin-4,8-disulfónico diazotado y 3-acetilamino-1-aminobence-  
no son disueltas en 400 partes de agua y 30 partes en volumen  
5. de solución 2-n de carbonato sódico y mezcladas a 20-25° por  
porciones con 40 partes en volumen de una solución 5-n de clo-  
ruro de beta-cloropropionilo en tolueno. Por paulatina adición  
de una solución 2-n de carbonato sódico la mezcla reaccional  
es mantenida débilmente ácida hasta ligeramente alcalina. El  
10. medio reaccional es mezclado con 110 partes de cloruro sódico  
y, en caso de necesidad, con algo de ácido clorhídrico. El co-  
lorante precipitado es filtrado y secado al vacío a 40-50°.  
Es un polvo rojo anaranjado de fórmula



15. que se disuelve en agua y que tiñe el algodón según el proce-  
dimiento indicado en el ejemplo 3 en tonos amarillos que tiran  
a rojo sólidos a la luz y de excelente solidez al lavado. El  
colorante tiñe igualmente la lana, por ejemplo de baño acéti-  
co en sólidos tonos amarillos que tiran a rojo.

20. Si se substituye el cloruro de beta-cloropropionilo  
utilizado en este ejemplo por el cloruro de beta bromopropio-  
nilo, entonces se obtiene un colorante con propiedades simila-  
res.

De modo análogo pueden ser obtenidos, por acilación  
con cloruro de cloropropionilo de los colorantes relacionados



en la columna I de la tabla siguiente, colorantes que tiñen el algodón en los tonos indicados en la columna II

	I	II
1	ácido 2-aminonaftalin-4,8-disulfónico → 3-metil-1-aminobenceno	amarillo que tira a rojo
2	ácido 2-aminonaftalin-4,8-disulfónico → 2-metoxi-5-metilanilina	id.
3	ácido 1-aminobencen-2,5-disulfónico → 3-acetilamino-1-aminobenceno	amarillo
4	ácido 2-aminonaftalin-4,8-disulfónico → 3-beta-cloropropionilamino-1-aminobenceno	amarillo que tira a rojo
5	ácido 2-aminonaftalin-4,8-disulfónico → 3-aminofenilurea	id.
6	ácido 2-aminonaftalin-5,7-disulfónico → 3-acetilamino-1-aminobenceno	id.
7	ácido 1-aminonaftalin-3,6-disulfónico → 2-metoxi-5-metilanilina	amarillo anaranjado
8	ácido 2-aminonaftalin-4,8-disulfónico → 1-amino-3-carbetoxi-aminobenceno	amarillo que tira a rojo
9	ácido 1-aminobencen-3-sulfónico → anilina	amarillo
10	ácido 2-aminonaftalin-4,8-disulfónico → 1-amino-2-metoxibenceno	amarillo que tira a rojo
11	ácido 2-aminonaftalin-4,8-disulfónico → anilina	amarillo

5. Para la preparación de los tres últimos colorantes de la tabla anterior los componentes de copulación indicados son utilizados de modo usual como derivados de ácido omega-metansulfónico y los colorantes son saponificados antes de la acilación con la finalidad de liberar el grupo amino.

E J E M P L O 2.

20 partes del colorante aminodisazoico que puede ser



240700

- preparado por copulación de ácido 4-amino-1,1'-azobencen-3,4'-disulfónico con 3-acetilamino-1-aminobenceno en solución acética, son disueltas en 500 partes de agua. La solución es mezclada con tal cantidad de cloruro de beta-cloropropionilo y durante tanto tiempo con solución diluída de carbonato sódico, para que el grupo amino libre haya quedado totalmente acilado. El colorante, obtenido por precipitado mediante sal, filtración y secado, tiñe el algodón en tonos amarillo parduscos.
- 5.
10. E J E M P L O 3.
- 2 partes del colorante obtenido según el ejemplo 1 son disueltas en 100 partes de agua.
- Con esta solución se impregna a 80° en el foulard un tejido de algodón, exprimiendo el líquido en exceso de tal manera que el género retiene 75% de su peso en solución de colorante.
- 15.
- El género así impregnado es secado, luego impregnado a temperatura ambiente en una solución que contiene 10 g de hidróxido sódico y 300 g de cloruro sódico por litro, es exprimido a 75% de absorción de líquido y vaporizado durante 60 segundos a 100-101°. Seguidamente es enjuagado, tratado en solución de carbonato sódico al 0,5%, enjuagado, enjabonado durante un cuarto de hora en una solución al 0,3% de un producto de lavar exento de iones, a temperatura de ebullición, enjuagado y secado.
- 20.
- 25.
- Resulta una coloración amarilla que tira a rojo, fijada sólida a ebullición. Si en lugar de un tejido de algodón, se utiliza un tejido de lana celulósica, entonces se obtiene un buen resultado similar.
30. = . =



240700

N O T A

5. Descrito el objeto de la invención, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad suizas núms. 43.574 del 7 de marzo de 1957 y 54.945 del 22 de Enero de 1.958, existiendo en ambas unidad de invención.

1. Procedimiento para la preparación de nuevos azo-colorantes, caracterizado porque se acila en el grupo amino con un anhídrido o con un halogenuro de un ácido beta-halogenopropiónico, colorantes aminoazoicos de fórmula



10. en la que representan

R<sub>1</sub> un radical de un diazocomponente, aromático, a lo sumo bicíclico, que eventualmente contiene un grupo azo, cuyo diazocomponente presenta a lo menos tantos grupos de ácido sulfónico como anillos aromáticos de seis miembros, y

15.

R<sub>2</sub> un radical benceno, enlazado en la posición 4 con el grupo amino y en posición 1 con el grupo azo.

20.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se utiliza como medio de acilación el cloruro de beta-cloropropionilo.

3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se utiliza aminomonoazocolorantes, cuyos radicales R<sub>1</sub> son radicales de benceno con a lo menos un

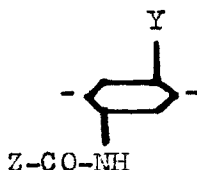
**240700**

grupo de ácido sulfónico.

4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se utiliza aminoazocolorante cuyos radicales  $R_1$  son radicales de naftalina que contienen a lo menos dos grupos de ácido sulfónico.

5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque se utiliza aminoazocolorantes, cuyos radicales  $R_2$  contienen en posición orto con respecto al grupo azo un grupo acilamino, derivado de un ácido carboxílico alifático de bajo peso molecular.

6. Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque se utiliza aminoazocolorantes, cuyos radicales  $R_2$  corresponden a la fórmula



en la que significan

15. Y un átomo de hidrógeno, un grupo alkilo de bajo peso molecular, o un grupo alcoxi de bajo peso molecular, y  
Z un grupo  $H_3C$ , un grupo  $H_5C_2$ , un grupo  $H_3CO$ , un grupo  $H_5C_2-O$ , un grupo  $HO-CH_2$ , o un grupo  $H_2N$ .

7. Procedimiento para la preparación de nuevos azocolorantes.

20. Según se describe y reivindica en la presente memoria la cual consta de once hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Barna, para Madrid, a 6 de Marzo de 1.958.

25. CIBA SOCIETE ANONYME

p. a.

JAIME ISERN

p. d.

tr:jpt  
O/m.m.