

17



240789

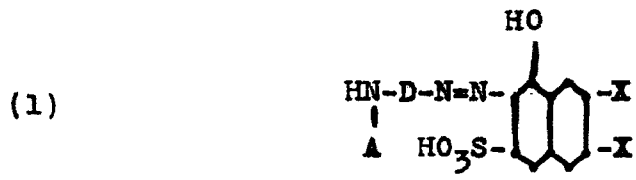
P A T E N T E
D E
I N V E N C I Ó N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE MONOAZOCOLORANTES",
a favor de la firma suiza CIBA SOCIÉTÉ ANONYME, domiciliada
en BASILEA (Suiza).

- / -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a nuevos, valiosos
colorantes monoazoicos, apropiados para teñir materiales tex-
tiles, de fórmula



5. en la que A significa un grupo propionilo beta-halogenado,
D un radical benceno, una X un átomo de hidrógeno, y la otra



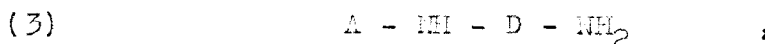
240789

X un grupo R-CO-NH, en el cual R representa un grupo H_2 , o el radical de un alcohol alifático de bajo peso molecular enlazado por su átomo de oxígeno.

5. Los monoazocolorantes correspondientes a la fórmula (1) pueden ser preparados según métodos conocidos. Preferentemente son preparados por copulación de un azocomponente de fórmula



con un diazocompuesto a base de una amina de fórmula



a cuyo efecto A, D, y las dos X tienen la significación indicada al dilucidar la fórmula (1).

10. Como componentes de copulación de la fórmula indicada (2) pueden ser mencionados el ácido 2-ureído-8-oxinaftalin-6-sulfónico y, particularmente, el ácido 2-ureído-5-oxinaftalin-7-sulfónico, así como los ácidos 2-amino-5-oxinaftalin-7-sulfónicos, cuyo grupo amino lleva un grupo carbalcoxi de bajo peso molecular, por ejemplo un grupo carbometoxi o carboetoxi,

15. o bien un grupo de fórmula $-\text{CO}-\text{OC}_2\text{H}_4-\text{OCH}_3$.

20. Como aminas de fórmula (3) han de mencionarse, ante todo, aquéllos que presentan en el radical benceno D un grupo de ácido sulfónico, como por ejemplo el ácido 4-(beta-cloropropionilamino)-2-aminobencen-1-sulfónico, el ácido 5-(beta-cloropropionilamino)-2-aminobencen-1-sulfónico, el ácido 5-(beta-bromopropionilamino)-2-aminobencen-1-sulfónico, el ácido 4-(beta-bromopropionilamino)-2-aminobencen-1-sulfónico.

La copulación es efectuada, preferentemente, en medio



17

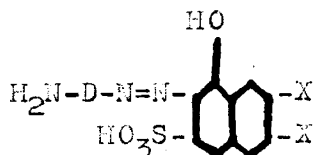
188

alcalino.

Una modificación del procedimiento descrito para la preparación de los colorantes de fórmula (1) consiste en acilar mediante anhídridos o halogenuros de ácidos propiónicos beta-halogenados, aminomonoazocolorantes de fórmula

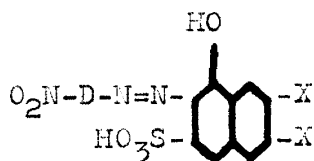
5.

(4)



que pueden ser preparados por reducción de colorantes de fórmula

(5)



en la que D y X tienen la significación indicada en la dilucidación de la fórmula (1). Como anhídridos y halogenuros de tal naturaleza han de mencionarse, ante todo, los cloruros de ácidos beta-halogenopropiónicos, como cloruro de beta-cloropropionilo.

10.

La acilación es llevada a cabo, convenientemente, en presencia de fijadores de ácidos, como acetato sódico o carbonato sódico. Se ha de proceder de modo que en el producto de acilación formado quede mantenido el átomo de halógeno sustituible, enlazado alifáticamente, por ejemplo operando en medio débilmente ácido hasta neutro y/o a temperaturas mantenidas lo más bajas posible.

15.

A pesar de la presencia de átomos de halógeno lábiles en los colorantes de fórmula (1), éstos pueden ser aislados y

20.



17 M

240789

- ulteriormente elaborados en preparaciones tintóreas secas utilizables, sin perder sus propiedades valiosas. El aislamiento según la invención tiene lugar, preferentemente a las temperaturas más bajas posible por precipitación mediante sal y filtración.
5. Los colorantes filtrados pueden ser secados, eventualmente después de la adición de medios de atemperación; el secado se lleva a cabo, preferentemente, a temperaturas no demasiado altas y bajo presión disminuída. Mediante secado de atomización de toda la mezcla de preparación en ciertos casos se puede preparar directamente los preparados secos según la invención, es decir sin aislamiento intermedio de los colorantes.
- 10.

- Estos nuevos colorantes de fórmula (1) son apropiados para teñir y estampar los materiales más diversos, como cuero,
15. seda, lana, fibras a base de superpoliuretano y de superpoliamida, pero particularmente materiales polihidroxilados de estructura fibrosa, como lino, celulosa regenerada y, ante todo, algodón, así como fibras artificiales sintéticas a base de viscosa. Se prestan particularmente para teñir material polihidroxilado en presencia de álcali en baños acuosos intensamente salinos. En ciertos casos es recomendable, para el mejor agotamiento del baño, o con la finalidad de una mejor fijación de los colorantes en la fibra, calentar el baño tintóreo al final, aún a 90-100°. Los colorantes según la invención,
20. aplicados por foulardeo, estampación o tintura directa, por ejemplo a las fibras celulósicas, pueden ser sometidos para la fijación a un tratamiento térmico en presencia de álcali, vg. en presencia de carbonato sódico, hidróxido sódico, hidróxidos alcalinotérreos, fosfato trisódico, etc. Para la finalidad de mejorar las solidez a la humedad se recomienda some-
- 25.
- 30.

240789



ter las coloraciones y estampaciones así obtenidas a un enjuagado a fondo con agua fría y caliente, eventualmente con adición de un agente de acción dispersante y que fomenta la difusión de las porciones de colorante no fijadas.

5. Las coloraciones obtenibles con los nuevos colorantes en las fibras polihidroxiladas, particularmente 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.
10. En los siguientes ejemplos, si no se indica otra cosa, las partes significan partes en peso, los porcentajes tantos por ciento en peso, y las temperaturas están indicadas en grados Celsius.
EJEMPLO 1.
15. 27,8 partes de ácido 4-(beta-cloropropionilamino)-2-aminobencen-1-sulfónico (preparado por monoacilación de ácido 2,4-diaminobencen-1-sulfónico con cloruro de beta-cloropropionilo) son amasadas en 200 partes de agua y 25 partes de ácido clorhídrico concentrado y mezcladas con 25 partes de
20. una solución 4-n de nitrito sódico. Después de terminada la diazotación se neutraliza con 20 partes de solución al 15 de carbonato sódico. Se hace afluir el diazocompuesto a una solución helada de 28,2 partes de ácido 5-ureido-1-naftol-3-sulfónico y 20 partes de bicarbonato sódico en 400 partes de
25. agua. Después de terminada la copulación el colorante, parcialmente precipitado, es precipitado por adición de cloruro sódico, filtrado y secado al vacío a 50-60°. Se obtiene un polvo anaranjado que tiñe el algodón según el procedimiento del ejemplo 5 en tonos anaranjados sólidos al lavado.
30. Se obtiene un colorante con propiedades muy similares,

17



240789

si se substituye el ácido 4-(beta-cloropropionilamino)-2-aminobencen-1-sulfónico por la cantidad equivalente de ácido 4-(beta-bromopropionilamino)-2-aminobencen-1-sulfónico.

5. Si se substituye el ácido 6-ureido-1-naftol-3-sulfónico por el ácido 7-ureido-1-naftol-3-sulfónico, entonces se obtiene un colorante que tinte el algodón en tonos rojos que tiran a amarillo.

EJEMPLO 2.

10. 27,8 partes de ácido 5-(beta-cloropropionilamino)-2-aminobencen-1-sulfónico son diazotadas en 200 partes de agua y 20 partes de ácido clorhídrico con 6,9 partes de nitrito sódico. El diazocompuesto es neutralizado con bicarbonato sódico y copulado con una solución fría de ácido 6-ureido-1-naftol-3-sulfónico y 20 partes de bicarbonato sódico. Después
15. de terminada la copulación el colorante es precipitado con sal, filtrado y secado. El colorante tinte el algodón en tonos puros de un rojo escarlata de muy buenas solidez a la humedad. También tinte la lana de baño débilmente acético en puros tonos de rojo escarlata.

20. Si se substituye el ácido 6-ureido-1-naftol-3-sulfónico por la cantidad equivalente de ácido 7-ureido-1-naftol-3-sulfónico, entonces se obtiene un colorante que tinte el algodón en tonos rojos.

EJEMPLO 3.

25. 27,8 partes de ácido 5-(beta-cloropropionilamino)-2-aminobencen-1-sulfónico son diazotadas en 200 partes de agua y 20 partes de ácido clorhídrico concentrado con 6,9 partes de nitrito sódico. El diazocompuesto es copulado con una solución alcalina de bicarbonato sódico de 32,1 partes
30. de ácido 2-carboetoxiamino-5-oxinaftalin-7-sulfónico. Después

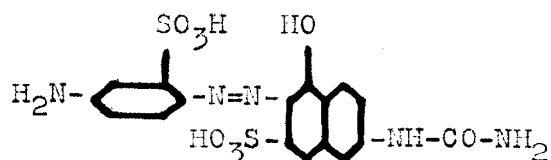


de terminada la copulación el colorante es precipitado con sal, filtrado y secado. Tiñe el algodón en puros tonos sólidos de rojo escarlata.

5. Se obtiene un colorante con propiedades similares, si se substituye el ácido 2-carboetoxiamino-5-oxinaftalin-7-sulfónico por el ácido 2-carbometoxietoxi-5-oxinaftalin-7-sulfónico.

E J E M P L O 4.

20 partes del aminoazocolorante de fórmula



10. (obtenido por copulación de ácido 5-nitro-2-aminobencen-1-sulfónico diazotado con ácido 6-ureido-1-oxinaftalin-3-sulfónico y subsiguiente reducción del grupo nitro en grupo amino) son disueltas en 500 partes de agua y neutralizadas con carbonato sódico. Entonces se adiciona paulatinamente 20 partes de cloruro de beta-bromopropionilo y se neutraliza la mezcla reaccional por adición de una solución diluída de hidróxido sódico.
15. El colorante obtenido de modo usual por precipitación mediante sal, filtración y secado, tiñe el algodón en puros tonos de rojo escarlata.

20. E J E M P L O 5.

- 2 partes del colorante obtenido con arreglo al ejemplo 1, primer párrafo son disueltas en 100 partes de agua. Con esta solución se impregna 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. El género
- 25.



17
789

así impregnado es secado, luego impregnado a temperatura ambiente en una solución que contiene 10 gramos de hidróxido sódico y 300 gramos de cloruro sódico por litro, siendo exprimido al 75% de absorción de líquido y vaporizado durante 60 segundos a 100-101°. Entonces es enjuagado, tratado en solución al 0,5% de bicarbonato sódico, 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. Resulta una coloración anaranjada pura, fijada sólida a la ebullición.

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

= . =

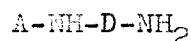


240789

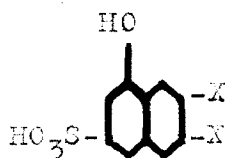
N O T A

Descrito el objeto de la invención se declaran nuevas las siguientes reivindicaciones con prioridad suizas números 43.950 del 18 de marzo de 1957 y 55.449 del 4 de febrero de 1.958, existiendo en ellas unidad de invención:

5. 1. Procedimiento para la preparación de monoazocolo-
rantes, caracterizado porque se copula diazocompuestos a base
de aminas de fórmula

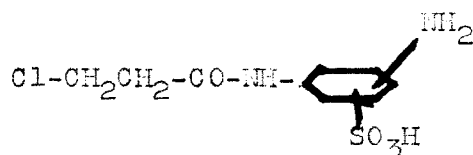


en la que A significa un radical propionilo beta-halogenado
y D un radical benceno, en medio alcalino, con componentes de
10. copulación de fórmula



en la que una X significa un átomo de hidrógeno, y la otra X
un grupo R-CO-NH, a cuyo efecto R significa un grupo NH₂, o
el radical de un alcohol alifático de bajo peso molecular en-
lazado por su átomo de oxígeno.

15. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, carac-
terizado porque se utiliza diazocomponentes a base de aminas
de fórmula



17
240789

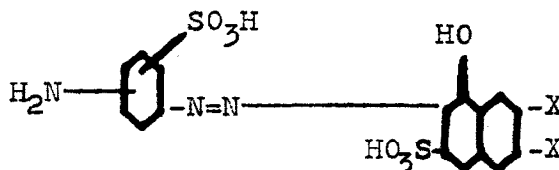


.10.

3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se utiliza como componente de copulación el ácido 2-ureido-8-oxinaftalin-6-sulfónico, o el ácido 2-ureido-5-oxinaftalin-7-sulfónico.

5. 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se utiliza como componente de copulación el ácido 2-amino-5-oxinaftalin-7-sulfónico, cuyo grupo amino en posición 2 lleva un grupo carbometoxi, un grupo carboetoxi, o un grupo $-\text{CO}-\text{OCH}_2\text{CH}_2-\text{OCH}_3-$.

10. 5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque se acila con halogenuro o anhídrido del ácido beta-halogenopropiónico, monoazocolorantes de fórmula



15. en la que una de ambas X significa hidrógeno y la otra X un grupo $\text{R}-\text{CO}-\text{NH}$, a cuyo efecto R significa un grupo NH_2 o el radical enlazado por su átomo de oxígeno de un alcohol alifático de bajo peso molecular.

6. Procedimiento para la preparación de monoazocolorantes.

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

Madrid, a 17 de marzo de 1.958.

CIBA SOCIETE ANONYME.

p. a.

J. MINE ISERN MIRALLES

P. P.

tr:jpt
O/m.m.