

AÑO 1958

Expediente núm.

240798



REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INVENCIÓN

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE** INVENCIÓN por 20 años, en España

a favor de

CIBA SOCIETE ANONYME, de nacionalidad
s u i z a domiciliado en Basilea (Suiza),
calle de núm.

por:

« PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE NUEVOS COLORANTES
MONOAZOICOS ».

Nº 6463

Agente Sr. JAIME ISERN MIRALLES.

240798



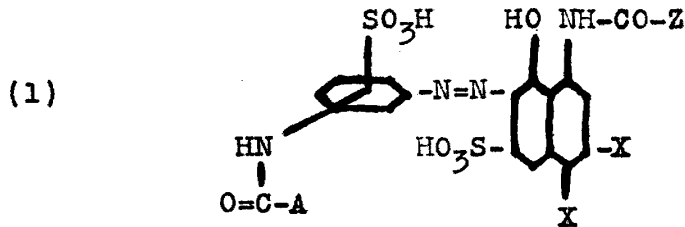
P A T E N T E
D E
I N V E N C I Ó N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE NUEVOS COLORANTES MONOAZOICOS", a favor de la firma suiza CIBA SOCIÉTÉ ANONYME, residente en BASILEA (Suiza).

- / -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a valiosos y nuevos monoazocolorantes de fórmula general



en la que significan

- A un grupo beta-halogenoalkilo,
5. Z un radical bencénico, o un radical beta-halogenoalki-
lo, una

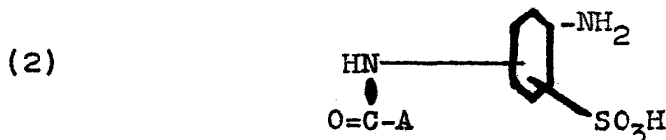
240798



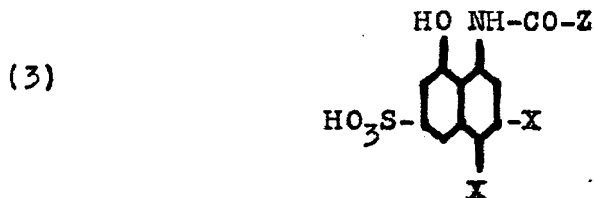
- X hidrógeno, y la otra
- X un grupo de ácido sulfónico.

Para la preparación de tales colorantes se puede copular, por ejemplo, diazocompuestos a base de aminas aromáticas de fórmula

5.



con componentes de copulación de fórmula



resultando la significación de los diversos símbolos de la fórmula (1) que acaba de ser definida. Esto es válido, asimismo, para todas las fórmulas indicadas más adelante.

10.

Los componentes de copulación de fórmula (3), que sirven en el presente procedimiento como materias de partida, pueden ser preparados según métodos conocidos, por ejemplo por monoacilación de ácido 1-amino-8-oxinaftalín-3,6- o -4,6-disulfónico con anhídridos o halogenuros de los ácidos de fórmula

15.



Se puede llevar a cabo esta monoacilación, por ejemplo en medio acuoso, ligeramente alcalino, con ayuda de cloruro de ácido benzoico, cloruros de nitro-, metil-, metoxi- o clorobenzoilo, o con cloruro de beta-bromo- o beta-cloropropionilo.

20.

Como componente diazoico entran en consideración por ejemplo los siguientes:

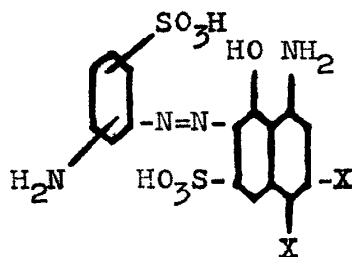
240798



ácido 4- o 5-beta-bromopropionilamino-2-aminobencen-1-sulfónico y, ante todo, el ácido 4- o 5-beta-cloropropionilamino-2-aminobencen-1-sulfónico.

5. Estas aminas pueden ser diazotadas según métodos usuales, por ejemplo con ayuda de nitrito sódico y ácido mineral, copulando los diazocompuestos así obtenidos con los componentes de copulación de fórmula (3) en medio acuoso, neutro hasta alcalino que contiene por ejemplo carbonato sódico.

10. Los colorantes de fórmula (1) en los que A y Z significan sendos grupos beta-halogenoalkilo pueden ser obtenidos igualmente por diacilación de los colorantes obtenidos según métodos en sí conocidos de fórmula



15. mediante anhídridos o halogenuros de ácidos beta-halogenoalkilcarboxílicos, particularmente con cloruro de beta-cloropropionilo, por ejemplo en medio acuoso en presencia de medios fijadores de ácidos.

20. Los colorantes de fórmula (1) obtenidos según el presente procedimiento y su modificación, son nuevos. Se prestan para el teñido y la estampación de los materiales más diversos, vg. materiales de origen animal como la seda y, ante todo, la lana, así como de diversas fibras artificiales, por ejemplo seda artificial animalizada, superpoliamidas y superpoliuretanos, pero particularmente de materiales polihidroxilados de

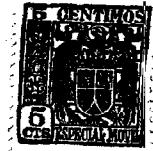
240798



- estructura fibrosa, tanto de fibras sintéticas, por ejemplo a base de celulosa regenerada, como de materiales naturales, por ejemplo celulosa, lino o, ante todo, algodón. Son particularmente apropiados para la preparación de soluciones acuosas de colorantes, utilizables para el teñido, el foulardado, o bien la estampación. Los colorantes según el invento aplicados a la fibra mediante foulardeo, estampación o tinte directa, pueden ser sometidos, con la finalidad de su fijación, a un tratamiento térmico en presencia de álcali, por ejemplo en presencia de carbonato sódico, hidróxido sódico, hidróxidos alcalinotérreos, fosfato trisódico, etc. El teñido puede llevarse a cabo por ejemplo a temperatura aumentada hasta moderadamente aumentada, es decir a 50 hasta 100°. Con la finalidad de agotar el baño, es recomendable adicionar al mismo tiempo, con los colorantes o durante el proceso tintóreo, sales más o menos neutras, ante todo sales inorgánicas, como cloruros alcalinos o sulfatos, eventualmente por porciones, al baño tintóreo. Durante el proceso tintóreo, los colorantes indicados que contienen grupos lábiles, reaccionan con el material polihidroxilado a teñir, después de lo cual se fijan, probablemente por enlace químico. La adición de medios fijadores de ácidos al baño tintóreo puede tener lugar ya al principio del proceso tintóreo; pero convenientemente son adicionados los medios alcalinos de tal modo que el pH del baño tintóreo que al principio presenta reacción ligeramente ácida hasta neutra, o ligeramente alcalina, vaya subiendo paulatinamente durante todo el proceso tintóreo.

Con los colorantes según la invención se obtiene en las materias polihidroxiladas, particularmente las celulósicas, coloraciones y estampaciones intensas, muy valiosas, en la ma-

240798



yoría de los casos muy saturadas, de excelentes propiedades de solidez a la humedad y de buena solidez a la luz.

5. En ciertos casos, puede ser ventajoso, someter las coloraciones obtenibles según el presente procedimiento a un tratamiento posterior. Así, por ejemplo las coloraciones obtenidas, convenientemente, son enjabonadas; por este tratamiento posterior son eliminadas las porciones de colorante no fijadas totalmente.

10. Los siguientes ejemplos dilucidan la invención, sin limitarla de modo alguno. Al efecto, en tanto que no se mencione 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 son diazotadas en 30 partes de ácido clorhídrico al 30% y 200 partes de agua a 0°, con una solución de 7 partes de nitrito sódico en 25 partes de agua.

20. La solución diazoica así obtenida es adicionada a 0-5° a gotas, en chorro fino, paulatinamente a una solución bien agitada de 41 partes de ácido 1-beta-cloropropionilamino-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico en 100 partes en volumen de solución 2n de carbonato sódico y 400 partes de agua a 0-5°. Después de terminada la copulación, se adiciona unas 70 partes
25. de cloruro sódico, se filtra el colorante, se lava posteriormente con solución de cloruro sódico al 10% y se seca. El colorante así obtenido tiñe el algodón según el método indicado en el ejemplo 3 en tonos rojos sólidos al lavado. También tiñe la lana de baño acético hasta neutro en tonos de un rojo
30. sólido.

240798



Se obtiene tonos que tiran algo más a amarillo con el colorante correspondiente que se puede preparar de modo análogo partiendo de ácido 1-beta-cloropropionilamino-8-naftol-4,6-disulfónico.

5. Se obtiene colorantes similares según este método a base de los componentes relacionados en las columnas I y II de la siguiente tabla; en la columna III se indica cada vez el matiz de la coloración obtenida sobre el algodón con el colorante respectivo.

	I	II	III
1	ácido 4-(beta-cloropropionil)-amino-2-aminobencen-1-sulfónico	ácido 1-benzoilamino-8-oxinaftalin-4,6-disulfónico	rojo
2	"	ácido 1-benzoilamino-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico	rojo
3	ácido 5-(beta-cloropropionil)-amino-2-aminobencen-1-sulfónico	"	violeta rojizo
4	"	ácido 1-benzoilamino-8-oxinaftalin-4,6-disulfónico	violeta rojizo
5	"	ácido 1-cloroacetilamino-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico	rojo que tira a azul
6	"	ácido 1-(n-butiril)-amino-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico	"

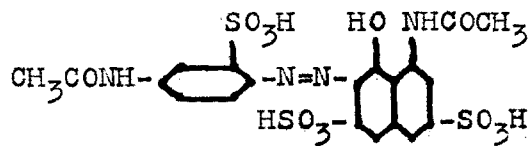


240798

	I	II	III
7	ácido 5-(beta-cloropropionil)-amino-2-aminobencen-1-sulfónico	ácido 1-(beta-cloropropionil)-amino-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico	rojo que tira a azul
8	"	ácido 1-(4'-metilbenzoil)-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico	violeta rojizo
9	"	ácido 1-(4'-nitrobenzoil)-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico	"
10	ácido 5-(beta-bromopropionil)-amino-2-aminobencen-1-sulfónico	ácido 1-benzoilamino-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico	"
11	ácido 4-(beta-cloropropionil)-amino-2-aminobencen-1-sulfónico	ácido 1-(2',4'-diclorobenzoil)-amino-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico	rojo
12	"	ácido 1-(4'-clorobenzoil)-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico	"
13	ácido 4-(beta-bromopropionil)-amino-2-aminobencen-1-sulfónico	ácido 1-(beta-bromopropionil)-amino-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico	"

E J E M P L O 2.

60.2 partes del colorante de fórmula



240798



5. son calentadas a 90-95° durante 2 a 3 horas para la saponificación de los grupos acetilamino, en 1000 partes de una solución al 4% de hidróxido sódico, y neutralizadas a continuación a temperatura ambiente con ácido clorhídrico. A 0-5° se deja afluir a gotas paulatinamente, bajo buena agitación, 30 partes de cloruro de beta-cloropropionilo hasta que ya no se puede comprobar la presencia de ningún grupo amino libre, neutralizando simultáneamente con carbonato sódico de tal manera que el medio reaccional presente un pH de 6.5 a 7.5. El colorante así formado es precipitado mediante sal de modo conocido, filtrado y secado. El colorante así obtenido tiñe el algodón según el método indicado en el ejemplo 3, en tonos puros de un rojo que tira a azul, sólidos al lavado. También tiñe la lana, de baño acético hasta neutro, igualmente en tonos rojos que tiran a azul.
- 10.
- 15.

E J E M P L O 3.

20. 1 parte del colorante obtenido según el ejemplo 1, primer párrafo, es disuelta, mezclada con 9 partes de urea, en 100 partes de agua. Con esta solución es impregnado a 80° en el foulard un tejido de algodón y se exprime el líquido en exceso de tal manera que el tejido retiene un 75% de su peso en solución de colorante. El género así impregnado es secado, seguidamente es 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 al 0.5% de bicarbonato sódico, enjuagado, enjabonado durante un cuarto de hora a temperatura de ebullición en una solución al 0.3% de un producto de lavar exento de iones, enjuagado y secado. Resulta
- 25.
- 30.



240798

ta una coloración roja fijada a prueba de 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.

5.

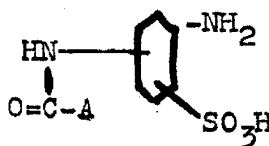


NOTA

240798

Descrito el objeto de la invención, se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad suizas números 43.613 del 8 de Marzo de 1957 y 54840 20 de Enero de 1958, existiendo en ellas unidad de invención.

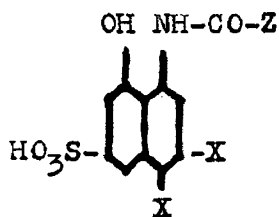
- 5. 1. Procedimiento para la preparación de monoazocolo-
rantes, caracterizado porque se copula diazocompuestos a base
de aminas aromáticas de fórmula



en la que

A significa un grupo beta-halogenalkilo,
con componentes de copulación de fórmula

10.



en la que significan

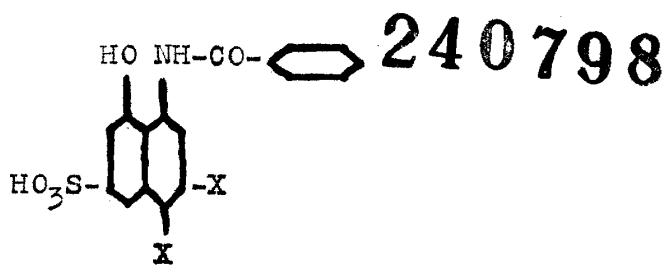
Z un radical benceno o un radical beta-halogenoalkilo,
una

X hidrógeno, y la otra

X un grupo de ácido sulfónico.

15.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, carac-
terizado porque se une componentes de copulación de fórmula



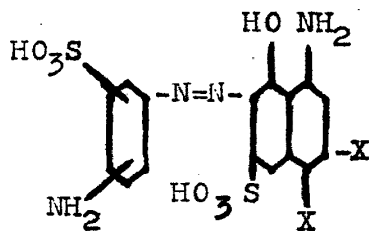
en la que significan, una

X hidrógeno, y la otra

X un grupo de ácido sulfónico, con ácido 5- o 4-beta-cloropropionilamino-2-aminobencen-1-sulfónico diazotado.

5.

3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se acila en ambos grupos amino diaminomonoazocolorantes de fórmula



en la que significan, una

10. X un átomo de hidrógeno, y la otra

X un grupo ácido sulfónico, con halogenuros o anhídridos de ácido beta-halogenoalkilcarboxílicos.

4. Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque se utiliza como medio de acilación cloruro de beta-cloropropionilo.

15.

5. Procedimiento para la preparación de nuevos colorantes monoazoicos.

240798



Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de doce hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Barcelona para Madrid, a 7 de Marzo de 1958

5.

CIBA SOCIÉTÉ ANONYME

p.a.

J. P. JAIME ISERN