



256832

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

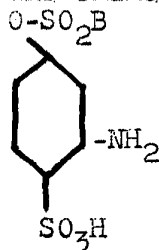
por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES DE LA LANA", a favor de la firma suiza J. R. GEIGY A.G., domiciliada en BASILEA (Suiza).

= . . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a nuevos colorantes de la lana, a un procedimiento para la preparación de los mismos, a un procedimiento para la tintura de material textil que contiene N, con empleo de estos nuevos colorantes, y finalmente como producto industrial al material sólidamente teñido con estos colorantes.

Se ha encontrado que se obtiene valiosos nuevos colorantes de la lana, diazotando una amina aromática de fórmula general

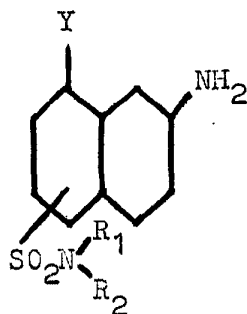


(I)



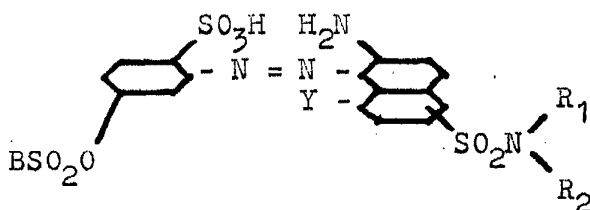
256832

convirtiéndola por copulación en medio ácido con un componen-
te de copulación de fórmula general II



(II)

en un colorante azoico de fórmula general III



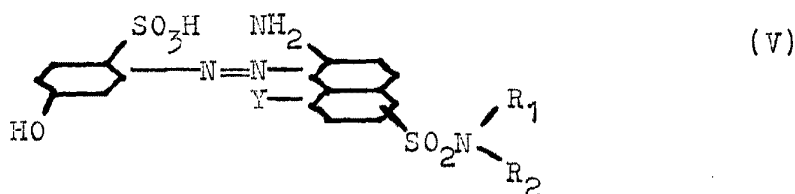
(III)

En estas fórmula significan

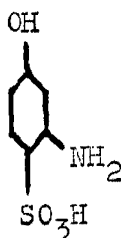
5. B un radical de la serie bencénica, eventualmente substituído ulteriormente,
- Y hidrógeno, o el grupo hidroxilo,
- R₁ y R₂ cada uno hidrógeno, o un radical alkilo, cicloalkilo, o aralkilo, o una
10. R un radical arilo, la otra un radical alkilo, cicloalkilo, o aralkilo, y
R₁ y R₂, juntamente con el nitrógeno amídico, también un anillo heterocíclico saturado de 5 a 6 eslabones.
Una modificación del procedimiento según la invención
15. consiste en transponer los azocolorantes de fórmula general V



256832



preparados en medio ácido con el diazocompuesto de una amina aromática de fórmula general IV



y con un azocomponente de fórmula II, con un halogenuro de ácido sulfónico de fórmula general VI



5. en el correspondiente éster fenílico. En las fórmulas V y VI significa Hal cloro, o bromo, e Y, R₁, R₂ y B tienen la significación antes indicada.

10. Si en las fórmulas generales I, III, y VI, B es un radical substituído de la serie bencénica, entonces significa por ejemplo lo siguiente: un radical alquilfenilo, como vg. el radical 2- o 4-metilo o -etilo, o el radical 2,4- o 3,4-dimetilfenilo, o el radical 5,6,7,8-tetrahidronaftilo-(2); un radical alcoxifenilo, como por ejemplo el radical 2- o 4-metoxi-, o -etoxi-fenilo, o un radical ariloxifenilo, como por ejemplo
15. el radical 2- o 4-fenoxifenilo, un radical halógenofenilo, co-



256832

mo por ejemplo el radical 2-, 3- o 4-cloro- o -bromofenilo, un radical alkilsulfonilfenilo como por ejemplo el radical 2-, 3- o 4-metil- o -etilsulfonilfenilo, o bien un radical nitrofenilo, o trifluometilfenilo. Preferidos son los radicales alquilfenilo, particularmente el radical 4-metilfenilo y los radicales alcoxi- y ariloxi-fenilo, particularmente el radical 4-metoxifenilo.

5.

Como sustancias de partida preferidas de fórmula general I entran en consideración, por lo tanto, las siguientes:

10.

ésteres 2- o 4-metil-, -metoxi- o -fenoxi-bencensulfónico-(3'-amino-4'-sulfónico-fenílicos) o ésteres 2,4- o bien 3,4-dimetilbencensulfónico-(3'-amino-4'-sulfónico-fenílicos), o ésteres 5,6,7,8-tetrahidronaftalin-2-sulfónico-(3'-amino-4'-sulfónico-fenílicos). Entre éstos, por otra parte, es de preferir el éster 4-metilbencen-sulfónico-(3'-amino-4'-sulfonico-fenílico).

15.

Si R_1 y R_2 simbolizan radicales orgánicos, entonces son por ejemplo grupos metilo, etilo, butilo, u octilo, grupos ciclohexilo, grupos bencilo o 4-clorobencilo; o una R significa por ejemplo el grupo fenilo, o el grupo 2-, 3-, o 4-metilfenilo, y la otra por ejemplo el grupo metilo, etilo, ciclohexilo, o bencilo. Si R_1 y R_2 juntamente con el nitrógeno amídico forman un heteroanillo saturado, entonces se trata por ejemplo del radical piperídido, o del morfolido. Por consiguiente entran en cuenta como sustancias de partida de fórmula general II, por ejemplo las siguientes:

20.

25.

Amida N-metilamida, N-etilamida, N-butilamida, N-octilamida, N,N-dimetilamida, N,N-dietilamida, N,N-dibutilamida, N,N-diciclohexilamida, N-metil-N-fenilamida, N-etil-N-fenilamida, piperídida, o morfolido de ácido 2-amino-naftalin-5-, -6-, o -7-sulfónico, o bien de ácido 2-amino-8-hidroxi-naftalin-6-sul-

30.

258832



fónico. Son preferidas las N-alkil-N-fenilamidas, por ejemplo la N-metil-N-fenilamida, N-etil-N-fenilamida, o N-etil-N-(o-metil-fenil)-amida de ácido 2-amino-8-hidroxi-naftalin-6-sulfónico.

5. La preparación de los colorantes de la lana tiene lugar, ventajosamente, en medio ácido mineral hasta acético, acuoso, a una temperatura de por ejemplo 0-30°. A menudo, es útil que se adicione a la mezcla de copulación substancias intermedias de disolución, por ejemplo disolventes orgánicos miscibles con agua como etanol, metoxietanol, etoxietanol, acetona o ácido acético, o bien dispersantes, como por ejemplo sulfonato de dodecil-benceno. En el procedimiento modificado se utiliza los diazocomponentes de fórmula general IV, copulándolos igualmente en medio ácido con azocomponentes de fórmula II.
10. Los colorantes azoicos de fórmula general V son transpuestos en medio alcalino con un halogenuro de ácido aril-sulfónico de fórmula general VI, por ejemplo con cloruro de ácido 4-metil-bencensulfónico. También en ello puede ser de influencia favorable la presencia de disolventes orgánicos miscibles con agua.
15. Los colorantes azoicos de fórmula general V son transpuestos en medio alcalino con un halogenuro de ácido aril-sulfónico de fórmula general VI, por ejemplo con cloruro de ácido 4-metil-bencensulfónico. También en ello puede ser de influencia favorable la presencia de disolventes orgánicos miscibles con agua.
20. Los colorantes de la lana según la invención a menudo se precipitan espontáneamente de las mezclas reaccionales, o pueden ser precipitados fácilmente en buena forma mediante adición de pequeñas cantidades de cloruro sódico que es adicionado, convenientemente en forma de solución de cloruro sódico. Eventualmente pueden ser ulteriormente purificados, mediante redisolución, fácilmente.
25. Representan polvos rojos hasta rojoparduscos y tiñen las fibras de polipeptidos naturales y artificiales, particularmente la lana, ya en baños neutros que contienen sulfato de
- 30.

258832



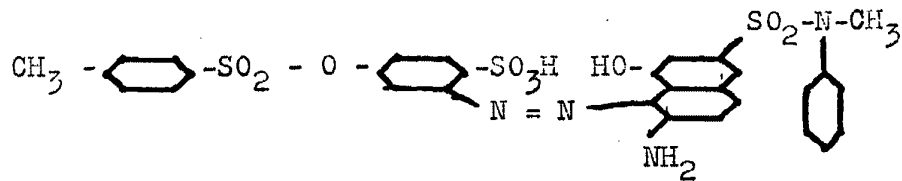
amonio, bajo completo agotamiento de los mismos, en tonos de color eminentemente uniformes, sólidos a la humedad, muy puros de un rojo que tira a amarillo hasta rojo que tira a azul. Pero se pueden teñir, asimismo, con el mismo éxito de baño ácido, vg. acético.

5.

Los ejemplos siguientes dilucidarán la invención. En ellos las partes significan partes en peso, en tanto que no se observe otra cosa. Las partes en volumen se comportan con respecto a las partes en peso, como el centímetro cúbico al gramo. Las temperaturas están indicadas en grados Celsius.

10.

E J E M P L O 1.



34,3 partes de éster 4-metilbencensulfónico-(3'-amino-4'-sulfónico-fenílico) son disueltas en 200 partes de agua que contiene 4 partes de hidróxido sódico. A ello se agrega 6,9 partes de nitrito sódico, incorporando la solución a gotas a 0 - 5° en una mezcla de 30 partes en volumen de ácido clorhídrico al 36% y 200 partes de agua, a cuyo efecto se precipita el diazoniocompuesto completamente. A ello se añade una solución de 34,5 partes de N-metil-N-fenilamida de ácido 2-amino-8-hidroxinaftalin-6-sulfónico en 100 partes de monometiléter etilenglicólico y se agita la mezcla a temperatura ambiente hasta la terminación de la formación de colorante. El colorante precipitado es separado por filtración y lavado con solución de cloruro sódico al 2%. Se disuelve en agua caliente, dando color rojo y tiñe la lana y las fibras de polia-

15.

20.

25.



256832

midas de baño neutro hasta ligeramente ácido uniformemente en puros tonos rojos. Las tinturas son sólidas a la luz y humedad.

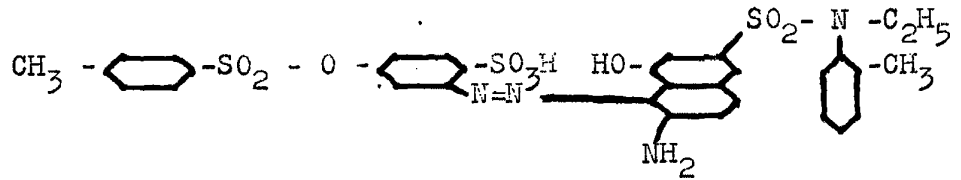
El mismo colorante es obtenido según el procedimiento siguiente:

5. 18,9 partes de ácido 2-amino-4-hidroxibencen-1-sulfónico finamente pulverizado son dispersadas en 300 partes de agua, mezcladas con 20 partes en volumen de ácido clorhídrico al 36% y diazotadas mediante adición a gotas de 6,9 partes de nitrito sódico (como solución acuosa al 33%) a 0 - 10°.
10. A la suspensión del diazonio compuesto en parte precipitado se adiciona una solución de 34,5 partes de N-metil-N-fenilamida de ácido 2-amino-8-hidroxi-naftalin-6-sulfónico en 100 partes de monometiléter etilenglicólico, agitando la mezcla a
15. temperatura ambiente hasta la terminación de la formación de colorante. La mezcla entonces es neutralizada con lejía de sosa y el colorante es disuelto mediante la adición de 20 partes en volumen de agua que contiene 8 partes de hidróxido sódico. Esta solución es calentada a 70° y mezclada
20. bajo buena agitación a 70 - 80° por porciones con 25 partes de cloruro de ácido 4-metilbencen-1-sulfónico. Una vez terminada la reacción, el colorante precipitado pringoso es segregado por decantación. Puede ser purificado mediante disolución en agua caliente y precipitación con sal de la solución.
25. El colorante así preparado coincide en las propiedades con el colorante descrito en el primer párrafo de este ejemplo.



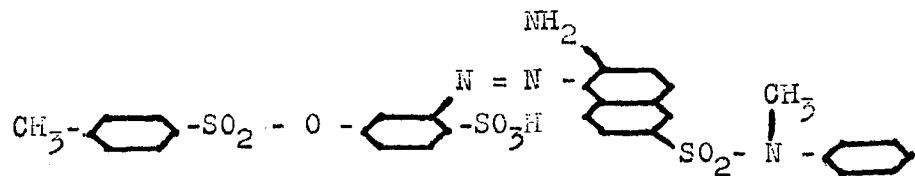
230032

EJEMPLO 2.



- 34,3 partes de éster 4-metilbencen-1-sulfónico-(3'-amino-4'-sulfónico-fenílico) son dispersadas en 200 partes de ácido acético glacial, mezcladas con 20 partes en volumen de ácido clorhídrico al 36%, y diazotadas por adición a gotas, a 15 - 20°, de 6,9 partes de nitrito sódico (como solución acuosa al 33%). A ello se incorpora 37,4 partes de N-etil-N-(2'-metilfenil)-amida de ácido 2-amino-3-hidroxi-naftalin-6-sulfónico y se agita la mezcla a temperatura ambiente hasta la terminación de la formación de colorante. Entonces se diluye esta mezcla con agua, se separa por filtración el colorante segregado, lavándolo con solución de cloruro sódico al 2%. El colorante seco, un polvo pardorrojizo, es soluble en agua caliente y tiñe la lana y las fibras poliamídicas de baño neutro hasta débilmente ácido en uniformes tonos de un rojo puro. Las tinturas son muy bien sólidas a la luz y excelentemente sólidas a la humedad.

EJEMPLO 3.





330332

- 3/4,3 partes de éster 4-metilbencen-1-sulfónico-(3'-amino-4'-sulfónico-fenílico) son disueltas en 300 partes de agua con 4 partes de hidróxido sódico. Se adiciona a 0 - 5° 30 partes en volumen de ácido clorhídrico concentrado y se incorpora a gotas en la suspensión una solución de 0,9 partes de nitrito sódico en 20 partes de agua. Después de terminada la diazotación se mezcla la mezcla con una solución de 32,8 partes de N-metil-N-fenilamida de ácido 2-amino-naftalin-6-sulfónico en 100 partes de monometiléter etilenglicólico, agitándola hasta la terminación de la formación de colorante.
10. El colorante que se precipita, primero pringoso, entonces cristalino, es separado por filtración y lavado con solución de sal común diluída. Se disuelve en agua caliente, dando color anaranjado y tiñe la lana y las fibras poliamídicas de baño neutro o ligeramente ácido en iguales tonos anaranjados.
- 15.

Colorantes con propiedades similares que han sido preparados según el modo operatorio descrito en los ejemplos, están relacionados en la tabla siguiente:

T A B L A

Nº	Diazocomponente	Azocomponente	Tono de color de la tintura sobre lana
1	Éster 5,6,7,8-tetrahidronaftalin-sulfónico-(3'-amino-4'-sulfónico-fenílico)	N-metil-N-fenilamida de ácido 2-amino-naftalin-7-sulfónico	anaranjado
2	éster 4-metilbencen-1-sulfónico-(3'-amino-4'-sulfónico-fenílico)	N-n-octilamida de ácido 2-amino-8-hidroxinaftalin-6-sulfónico	rojo



20032

3	éster 4-metilbencen-1-sulfónico-(3'-amino-4'-sulfónico-fenílico)	morfolida de ácido 2-amino-8-hidroxinaftalin-6-sulfónico	rojo
4	id.	N-etil-N-fenilamida de ácido 2-amino-8-hidroxi-naftalin-6-sulfónico	"
5	éster 2-metilbencen-1-sulfónico-(3'-amino-4'-sulfónico-fenílico)	N-metil-N-fenilamida de ácido 2-amino-8-hidroxi-naftalin-6-sulfónico	"
6	éster 4-metoxi-bencen-sulfónico-(3'-amino-4'-sulfónico-fenílico)	id.	"
7	éster 4-fenoxibencen-1-sulfónico-(3'-amino-4'-sulfónico-fenílico)	N,N-dimetilamida de ácido 2-amino-8-hidroxinaftalin-6-sulfónico	"
8	éster 5,5,7,8-tetrahidronaftalin-2-sulfónico-(3'-amino-4'-sulfónico-fenílico)	N-n-butilamida de ácido 2-amino-8-hidroxinaftalin-6-sulfónico	"
9	éster bencensulfónico-(3'-amino-4'-sulfónico-fenílico)	N-ciclohexilamida de ácido 2-amino-8-hidroxinaftalin-6-sulfónico	"
10	éster 4-metilbencen-1-sulfónico-(3'-amino-4'-sulfónico-fenílico)	N-bencil-N-fenilamida de ácido 2-amino-8-hidroxi-naftalin-6-sulfónico	"
11	éster 4-fenoxibencen-1-sulfónico-(3'-amino-4'-sulfónico-fenílico)	amida de ácido 2-amino-8-hidroxi-naftalin-6-sulfónico	"
12	éster 3-clorobencen-1-sulfónico-(3'-amino-4'-sulfónico-fenílico)	N-butilamida de ácido 2-amino-8-hidroxi-naftalin-6-sulfónico	"

EJEMPLO 4.

100 partes de lana bien humectada son introducidas a 40° en un baño tintóreo que contiene, en 3000 partes de agua, 2 partes del monoazocolorante obtenible según el ejemplo 3, y 5 partes de sal de Glauber. El baño es calentado dentro de 45 minutos a ebullición, siendo mantenido a temperatura de ebullición durante 1 1/2 horas, moviendo bien la lana. De esa manera se obtiene una tintura de lana muy

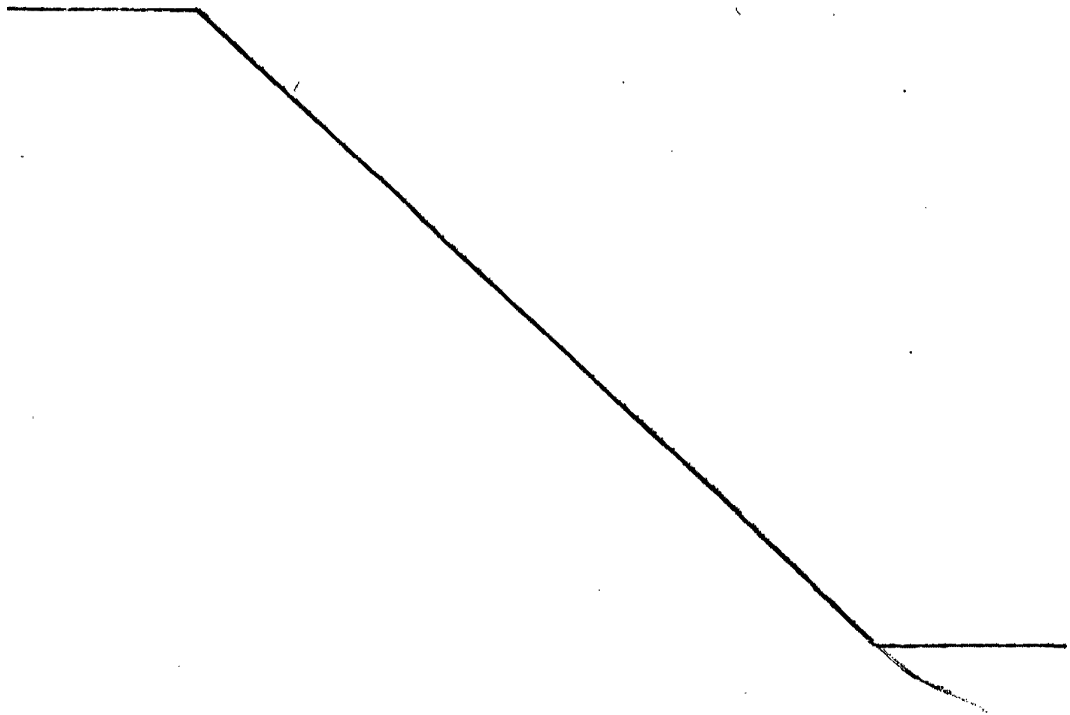


uniforme de color rojo puro que se distingue por muy buenas solidezs.

5. Se obtiene tinturas de lana de la misma buena calidad, asimismo, con empleo de un baño tintóreo ácido, por ejemplo, adicionando al baño tintóreo anterior 1 parte de ácido acético al 40%.

De manera similar también pueden utilizarse para el teñido los colorantes mencionados en los otros ejemplos y en la tabla.-

10. 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.

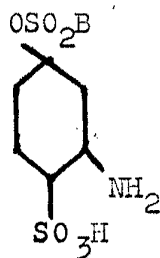




NOTA 256832

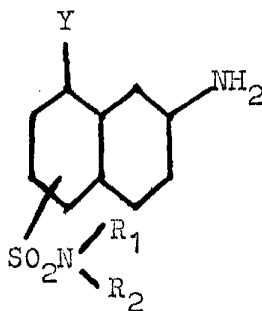
Descrito el invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad suiza nº 71 350 del 26 de Marzo de 1959:

5. 1. Procedimiento para la preparación de colorantes de la lana, caracterizado porque se diazota una amina aromática de fórmula general I



(I)

convirtiéndola mediante copulación en medio ácido con un componente de copulación de fórmula general II

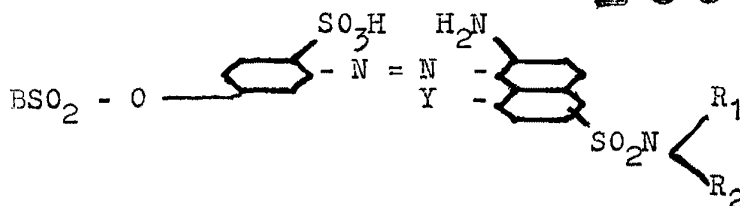


(II)

en un azocolorante de fórmula general III



256832



en cuyas fórmulas significan

B un radical de la serie bencénica, eventualmente sustituido ulteriormente,

Y hidrógeno, o el grupo hidroxilo

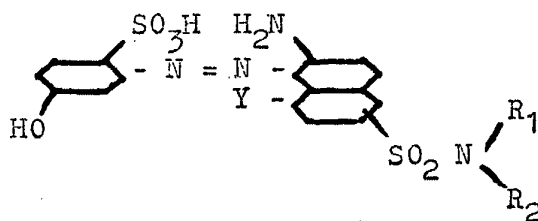
R₁ y

R₂ cada uno hidrógeno, o un radical alquilo, cicloalquilo o aralquilo, o una

R un radical arilo, la otra un radical alquilo, cicloalquilo, o aralquilo, y

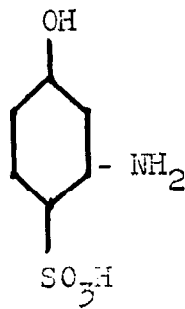
R₁ y R₂ juntamente con el nitrógeno amídico también un anillo heterocíclico saturado de 5 a 6 eslabones.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en una variante de realización se transpone los azocolorantes de fórmula general V



(V)

preparados en medio ácido con el diazocompuesto de una amina aromática de fórmula general IV



(IV)

y con un azocomponente de fórmula II, con un halogenuro de ácido sulfónico de fórmula general VI



5. en la que Y, R₁, R₂ y B tienen la significación indicada en la reivindicación 1 y Hal cloro, o bromo, en el éster fenílico correspondiente.

3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque B está substituída por grupos hidrocarburo alifáticos o grupos etéreos.

10. 4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se utiliza tales componentes de copulación de fórmula general II en la que R₁ significa un radical alifático inferior, y R₂ un radical fenilo.

5. Procedimiento para la preparación de colorantes de la lana.

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

Madrid, a 25 de Marzo de 1960.

J. R. GEIGY A.G.

p. a.

JUAN BERNABÉ MIRALLES

R.P.

A large, stylized handwritten signature in black ink, appearing to read 'Juan Bernabé Miralles', is written over the printed name and 'R.P.'.