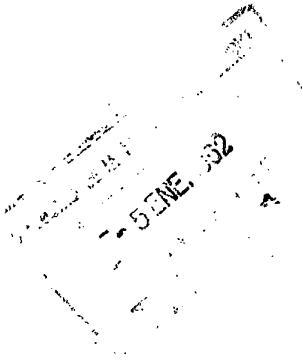


CASE 4725/E



273459

273459

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 MONOAZOICOS", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME, domiciliada en BASILEA (Suiza).

- . -

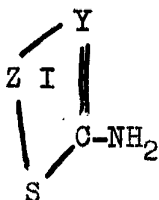
MEMORIA DESCRIPTIVA

Se ha observado, que se alcanzan nuevos colorantes azoicos completamente valiosos, particularmente exentos de grupos de ácido sulfónico y carboxílico, de grupos que se hacen solubles en agua, si se combina el producto diazoico de una amina heterocíclica o de un aminobenceno exentos de grupos de nitro y ceto con una N,N-dialquilanilina que ocupa la en posición para al grupo amino, en donde un grupo amida del ácido carboxílico contiene por lo menos un grupo alquilo.

273459

Se utilizan como componentes diazoicos particularmente bicíclicos superiores, especialmente los de la fórmula

5.



en la que

10.

Y, está colocada para un átomo N o el grupo



R significa un sustituyente por ejemplo un grupo nitro, y

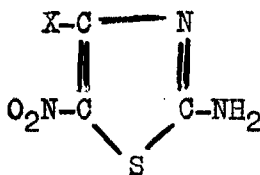
15.

Z significa un radical alifático o aromático que contiene para complemento del anillo I a un anillo 5 heterocíclico los necesarios eslabones de anillo.

Se muestran de particular interés los 2-amino-tiazoles, preferentemente los de la fórmula

20.

les, preferentemente los de la fórmula



25.


en la que

X significa un átomo de hidrógeno o un radical alquilo.

Como ejemplos se citan las siguientes aminas:

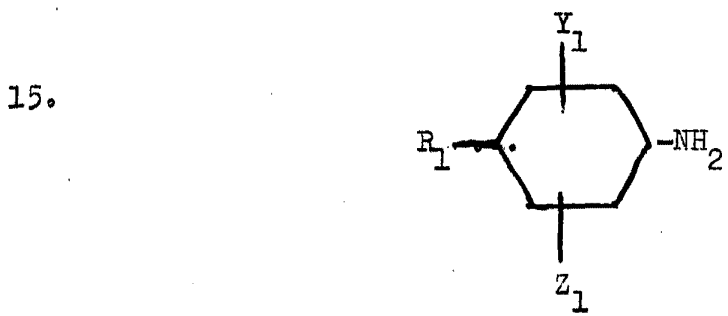
30.

2-amino-6-metilsulfonyl-benzotiazol

273459<sup>-5</sup> ENE 

- 2-amino-6-nitro-benzotiazol,
- 2-amino-6-metoxi-benzotiazol,
- 2-amino-5-nitrotiazol,
- 2-amino-5-cianotiazol,
- 5. 2-amino-3-nitro-5-acetiltiofeno,
- 2-amino-5-carbatoxitiazol,
- 2-amino-4-metilo-5-cianotiazol,
- 2-amino-4,5-dicianotiazol,
- 5-amino-2-nitro-tio(1)-diazol-(3,-4),
- 10. 5-amino-3-metil-tio(1)-diazol-(2,-4),
- 5-amino-3-metoxi-tio(1)-diazol-(2,-4).

Como aminobencenos exentos de grupos ceto se citan particularmente aminas de la fórmula



20. en la que

X<sub>1</sub>, significa un átomo de hidrógeno, un grupo ciano o alquilsulfónico.

Y<sub>1</sub>, significa un átomo de hidrógeno, un átomo halógeno, un grupo alquilo, alcoxi, ciano o alquilsulfónilo, y

25. Z<sub>1</sub>, significa un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo o trifluormetilo.

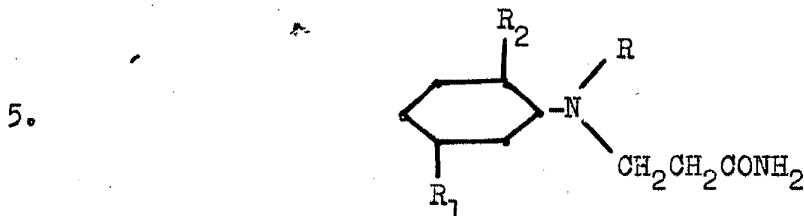
Como ejemplos se citan:

- 1-amino-2-metilsulfonil-4-clorobenceno,
- 30. 1-amino-2-cloro-4-metilsulfonilbenceno
- 1-amino-2-ciano-4-clorobenceno,



273459

Se citan como componentes azoicos, particularmente las aminas de la fórmula



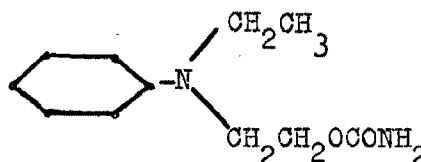
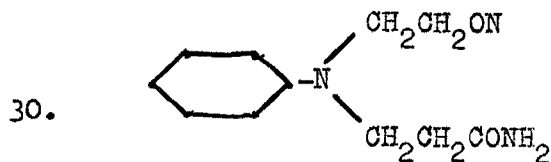
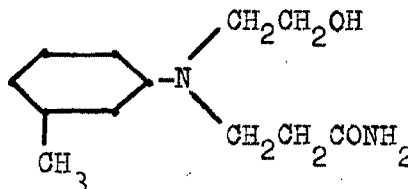
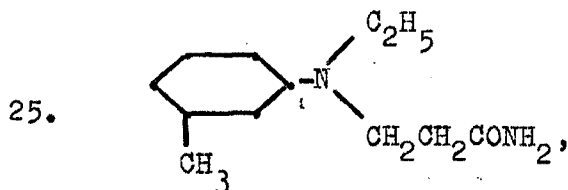
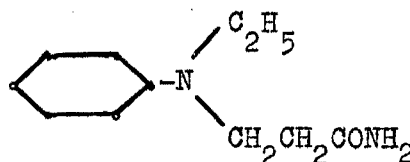
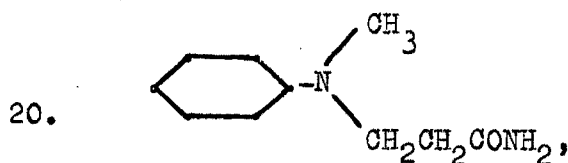
en la que

10. R, significa un grupo alquilo, oxialquilo, alcoxialquilo o cianoalquilo inferior.

R<sub>1</sub>, significa un átomo de hidrógeno o halógeno, un grupo alquilo, alcoxi, o acilamino alifático, y

15. R<sub>2</sub>, significa un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo o alcoxi.

Como ejemplos se citan las siguientes aminas:





273459

Los componentes azoicos citados conforme al procedimiento pueden conocerse, por ejemplo mediante saponificado de la N-alquilo-N-cianoetil-anilina correspondiente con ácido sulfúrico o mediante adición de óxido de etileno o bien acrilonitrilo a N-beta-carboximidoetil-anilina.

5.

La diazotación de los componentes diazoicos se conoce mediante métodos, por ejemplo tiene lugar con ayuda de ácido mineral y nitrito sódico, o por ejemplo con una disolución de ácido hiponítrico sulfúrico en ácido sulfúrico concentrado.

10.

La copulación puede efectuarse asimismo en una forma conocida, por ejemplo neutral al agente ácido, dado el caso en presencia de acetato sódico o similares, influyendo en la velocidad de copulación las sustancias amortizadoras o catalizadores, como por ejemplo piridina respecto a sus sales.

15.

Mediante la reacción de copulación verificada puede separarse fácilmente el colorante formado sobre la mezcla de copulación, por ejemplo mediante filtración, entonces son prácticamente insolubles en agua.

20.

Los nuevos colorantes azoicos obtenidos a través del presente procedimiento, de la fórmula A-N=N-B, en la que

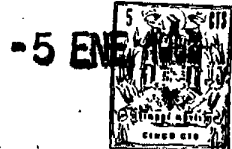
25.

A, significa un radical de un componente diazoico heterocíclico o el radical de un aminobenceno exento de grupos ceto, y

30.

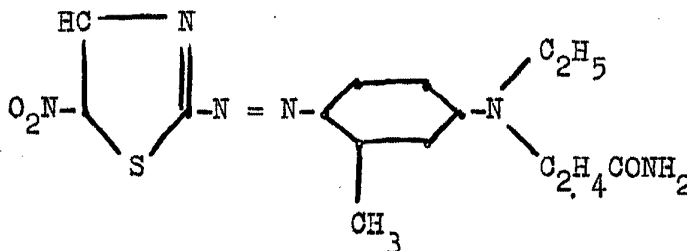
B significa un radical de benceno, que muestra en posición para al grupo azoico un grupo dialquilamino, en donde un grupo de amida del ácido carboxílico contiene por lo menos un radical alquilo,





colorante precipitado como polvo oscuro, de la fórmula

5.



10.

se aísla mediante filtración y se lava con agua neutra.

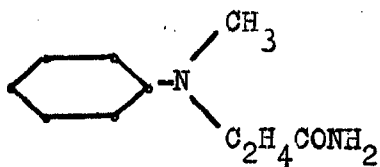
El colorante funde, a 198-200°C y tiñe acetato y triacetato de celulosa en tonos azules que tiran a rojo de solidez de sublimado característica.

15.

Los componentes de copulación utilizados en este ejemplo se obtienen mediante cianoetilización de N-etil-3-toluidina y posteriormente adicionando agua con ácido sulfúrico.

Se utiliza, como componentes de copulación, 7,3 partes del producto de la fórmula

20.



25.

y se procede por lo demás como en los párrafos 1 y 2, así se obtiene un colorante de propiedades similares.

EJEMPLO 2.

30.

7,38 partes de 2-amino-6-clorobencetiazol se diluyen en 15 partes de ácido fórmico y se aporta a una disolu-

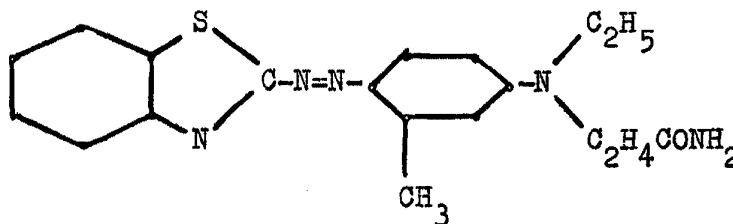


ción enfriada de 45 partes de ácido sulfúrico al 96% y 20 partes de agua, a cuyo efecto se precipita el sulfato de la base. Además se añade lentamente gota a gota una solución de 2,8 partes de nitrito sódico en 4 partes de agua entre -10° y -5°.

5.

La suspensión diazoica, así obtenida se añade igualmente bajo refrigeración de hielo a una solución de 8,3 partes de N-etilo-N-beta-carboxamidoetil-3-toluidina en 70 partes de ácido acético al 70%. Mediante adición de la solución de acetato sódico saturado y del colorante de la fórmula

10.



15.

se tiñe en tonalidades rojas seda el acetato, nylon, triacetato de celulosa y tereftalato de polietileno.

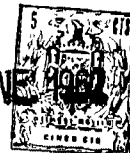
20.

E J E M P L O 3.

20,5 partes de 1-amino-2-cloro-4-metilsulfonilbenzeno se agregan a pequeñas porciones en 60 partes de ácido sulfúrico concentrado, en el cual se diluyen 6,9 partes de nitrito sódico. Se forma mediante el vertido sobre 400 partes de hielo una solución clara amarillo-dorada. Esta solución se entrega a una solución de 20,6 g. de N-etil-N-beta-carboxamidoetil-3-toluidina en 200 partes de ácido acético al 70%.

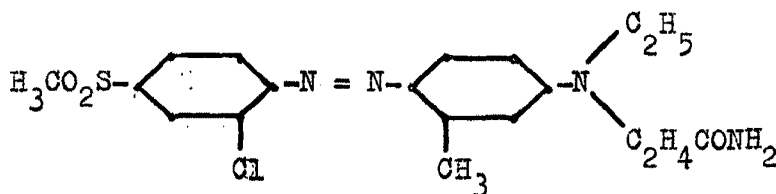
25.

-5 ENF 1900



El colorante producido se precipita rojo naranja. Mediante adición de acetato sódico puede precipitarse completamente el colorante y se acaba en la forma usual. Corresponde a la fórmula

5.



10.

y tiñe seda sintética de acetato, nylon, y triacetato de celulosa en tonos naranja de buena solidez a la luz y sublimado.

15.

Se utiliza en el citado ejemplo 2-cloro-4-nitroanilina como componente diazoico, así se obtiene un colorante con propiedades parecidas, el cual tiñe seda al acetato, triacetato, nylon y fibras de poliéster en tonos rubí.

E J E M P L O 4.

20.

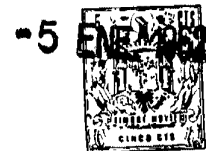
0,5 partes de colorante obtenido según el ejemplo 1 párrafo 2 se trituran con 0,5 partes de 2,2'-dinaftilmetan-disulfónico para una dispersión fina. Este se entrega a un baño tintóreo, que contiene en 3000 partes de agua, 3 partes de ácido acético y 3 partes de ácido N-bencil-μ-hepta-

25.

decil-bencilimidazoldisulfónico, se deshacen a 40º con 100 partes bien humedecidas de seda sintética de acetato, se aumenta la temperatura a 80º y se tiñe una hora a 80º. El acetato de seda es teñido azul que tiende a rojo, y la coloración se caracteriza por solidez inmejorable al gaseado y a

30.

la luz.



273459

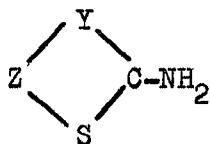
N O T A

Descrito el invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la patente suiza Nº 152/61 del 6 de enero de 1961.

- 5. 1. Procedimiento para la preparación de colorantes monoazoicos, caracterizado porque se combina el producto diazoico de una amina heterocíclica exenta de grupos de ácido que se hacen solubles en el agua, o de un aminobenceno exento de grupos nitro o ceto con una N,N-dialquilanilina que copula en posición para al grupo amino, en donde un grupo amida del ácido carboxílico contiene por lo menos un grupo alquilo.
- 10.

2. Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque se utilizan aminas heterocíclicas bicíclicas superiores.

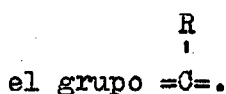
- 15. 3. Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 2, caracterizado porque se utilizan aminas de la fórmula



20.

en la que

Y está colocada para un átomo de nitrógeno o



25.

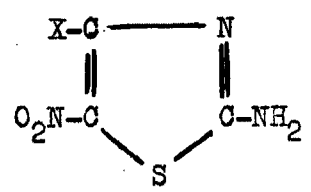


273459

en la que

- R, significa un sustituyente, por ejemplo un grupo nitro, y
- Z, significa un radical alifático o aromático, que contiene para complemento del anillo I a un anillo 5 heterocíclico los necesarios eslabones de anillo.
- 4. Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 3, caracterizado, porque se utilizan 2-amino-tiazoles.
- 5. Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 4, caracterizado, porque se utilizan aminas de la fórmula

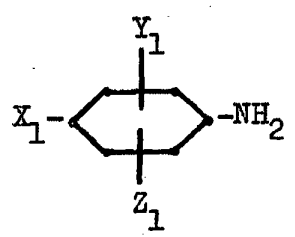
15.



en la que

- X significa un átomo de hidrógeno o un radical alquilo.
- 6. Procedimiento, de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado, porque se utilizan aminas de la fórmula

25.



en la que

- X<sub>1</sub>, significa un átomo de hidrógeno, un grupo nitro, ciano, o alquilsulfónico.

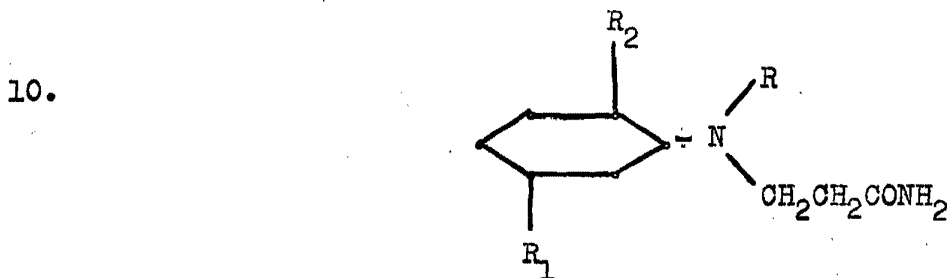
30.

27345

-5 EN



- 5.  $Y_1$ , significa un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo alquilo, alcoxi, ciano o alquilsulfonilo, y
- $Z_1$ , significa un átomo de hidrógeno un grupo alquilo o un grupo trifluormetilo.
- 7. Procedimiento, de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado, porque se utilizan, como componentes azoicos, aminas de la fórmula



- 15. en la que
- R significa un grupo alquilo, oxialquilo, alcoalquilo o cianalquilo inferior,
- $R_1$  significa un átomo de hidrógeno o de halógeno, un grupo alquilo, alcoxi, o acilamino alifático, y
- 20.  $R_2$  significa un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo o alcoxi.
- 8. Procedimiento para la preparación de colorantes monoazoicos.

25. Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 12 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 5 de enero de 1962

CIBA SOCIETE ANONYME.

30.

P. a. JAIME ISERN MIRALLES

P. P.