



303942

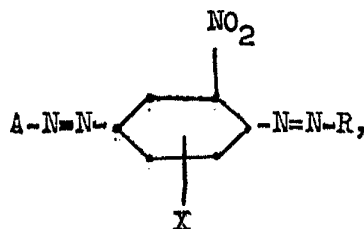
P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES DISAZOICOS INSOLUBLES EN AGUA", a favor de la firma suiza CIBA, SOCIETE ANONYME, residente en BALE (Suiza).

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a nuevos colorantes disazoicos carentes de grupos hidrosolubilizantes, como los grupos de ácido sulfónico o de ácido carboxílico, de la fórmula





303942

10 SEP. 1964

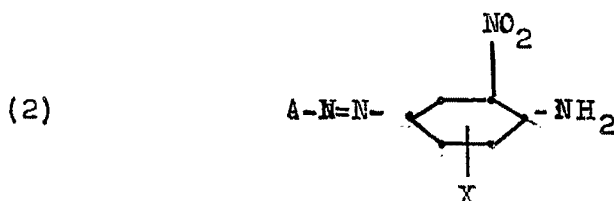
donde

A significa un radical bencénico, eventualmente substituído,

5. R significa un radical 2-hidroxi-naftalínico o 2-amino-naftalínico ligado en posición 1 al grupo azoico y

X significa un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo o un grupo alcoxi.

10. Se llega a los nuevos colorantes, si se copula el compuesto diazoico de un colorante aminoazoico carente de grupos hidrosolubilizantes, de la fórmula

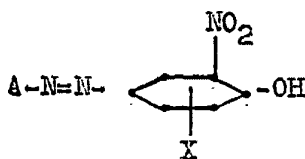


donde A y X tienen el significado expuesto al explicar la fórmula (1),

20. con una 2-hidroxi-naftalina o 2-amino-naftalina copulante en posición 1.

Los colorantes aminoazoicos de la fórmula (2) pueden prepararse por el procedimiento de la solicitud de patente suiza núm. 11.221/63 (case 5356), calentando un colorante hidroxidiazico de la fórmula

25.





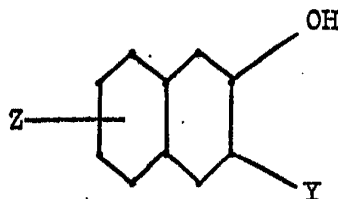
303942

5. (que se obtiene mediante copulación de un aminobenceno, diazoado, con un o-nitrofenol correspondiente, por ejemplo o-nitrofenol o 1-hidroxi-2-nitro-5-clorobenceno), con una solución alcohólica de amoníaco. En concepto de aminobenceno se emplean anilina o sus derivados substituídos por átomos de halógeno, grupos alquilo o grupos alcoxi, por ejemplo 2-, 3- ó 4- cloroanilina, 3-bromoanilina, 2-, 3- o 4-metilanilina, 2-, 3- ó 4-metoxianilina, 3-trifluorometilanilina, 2,5-dicloroanilina, 3,5-bis-trifluorometilanilina, 2-trifluorometil-4-cloroanilina, 2-cloro-3-trifluorometilanilina y 4-cloro-2-metilanilina.

10.

Como componentes de copulación se toman en cuenta las 2-aminonaftalinas y en particular las 2-hidroxinaftalinas de la fórmula

15.



20.

donde

Y significa un átomo de hidrógeno, un grupo carboxi o un grupo -CONH-arilo, y

25.

Z significa un átomo de hidrógeno, o de halógeno o un grupo alquilo o alcoxi.

La diazoación de los colorantes aminoazoicos de la fórmula (2) puede efectuarse por los métodos usuales, ya de sí conocidos, por ejemplo con ayuda de ácido clorhídrico, y nitrito sódico. Según el procedimiento los compuestos diazomonoazoicos así obtenibles se copulan con los componentes finales,



303942

en medio alcalino, alcalinizado con carbonato de alcali, eventualmente con adición de agentes favorecedores de la copulación, como la piridina, o la picolina, o de preferencia en medio ácido, por ejemplo de ácido acético.

5. Los nuevos colorantes sirven de modo excelente, en particular después de transformados a una forma de división fina (por ejemplo mediante molturación, empastamiento, reprecipitación, etc.), para teñir y estampar material fibroso de poliéster, en particular tereftalato de polietileno. Sobre este material
10. se obtienen por los procedimientos tintóreos usuales, por ejemplo con un baño tintóreo que contenga una dispersión fina del colorante y, de conveniencia, un agente dispersante, a temperaturas alrededor de 100° C, eventualmente con adición de un agente imbibidor, o a temperaturas superiores a 100°C con
15. empleo de sobrepresión, tinturas intensas y puras en tonos desde rojoanaranjado hasta violado, que se distinguen por extraordinaria solidez a la luz y a la sublimación. La buena solidez a la luz de los nuevos colorantes es sorprendente, pues el colorante, conocido por Berichte 56, 2353 (1923),
20. que en lugar de una 2-hidroxi- o 2-aminonaftalina contiene fenol como componente de copulación, presenta muy mala solidez a la luz; y el colorante designado con el número 26.105, del Índice de Colores, que se diferencia de los colorantes de este invento por contener un grupo metilo en lugar del grupo nitro,
25. da igualmente tinturas muy poco sólidas a la luz. Los nuevos colorantes tienen además la ventaja de teñir muy poco la lana que se halla en el baño tintóreo. Son por lo tanto bien aptos para teñir los tejidos mixtos de poliéster y lana.

Los colorantes de este invento sirven también pa-



303942

5. ra teñir por el procedimiento llamado Thermosol, en el que el tejido que se ha de teñir se impregna, de preferencia a temperaturas de 60° C a lo sumo, con una dispersión acuosa del colorante, que contiene de conveniencia 1 a 50% de urea y un espesante, en particular alginato sódico, y se exprime como de ordinario. De conveniencia se exprime de modo que el género impregnado retenga del 50 al 100% de su peso inicial en líquido tintóreo. Para fijar el colorante, se calienta el tejido así impregnado a temperatura superiores a 100° C, por ejemplo entre 180° C y 210° C, de conveniencia después de secado previo, por ejemplo en una corriente de aire caliente.

10. Particular interés tiene el procedimiento Thermosol recién mencionado para teñir tejidos mixtos de fibras de poliéster y fibras de celulosa, en particular algodón. En este caso, el líquido de impregnación contiene, además del colorante de este invento, colorantes apropiados para teñir el algodón, por ejemplo colorantes de tina. Cuando se emplean estos últimos, se necesita un tratamiento del tejido fulardeado, después del tratamiento térmico, con una solución acuosa alcalina de un agente reductor de los corrientes en la tintorería de tina.

15. En los ejemplos que siguen, las partes significan, en tanto no se indique otra cosa, partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso, las temperaturas están expresadas en grados centígrados.

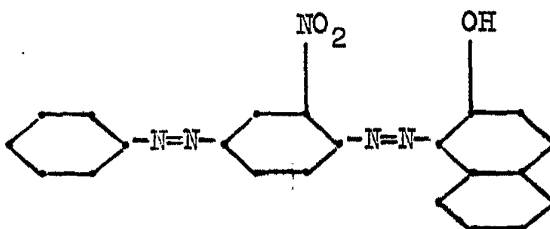
E J E M P L O 1.

20. Se diazoan 24,2 partes de 4-amino-3-nitro-1,1'-



303942

5. azobenceno y se combinan, a 5-10°, con una solución, alcalinizada con hidróxido sódico, de 14,4 partes de 2-hidroxinaftalina. La copulación se desarrolla rápidamente y el colorante disazoico se precipita por completo. Se le separa, se le lava con agua para eliminar el álcali y se le seca. El nuevo colorante insoluble en agua, de la fórmula



10. es un polvo rojo, que en distribución fina tiñe las fibras de poliéster con matices rojos brillantes. Estas tinturas tienen muy buena solidez a la luz y a la sublimación. La lana eventualmente mezclada con las fibras de poliéster queda prácticamente reservada.

15. Se llega a colorantes de las mismas buenas propiedades si, en lugar de 2-hidroxinaftalina, se emplea como segundo componente de copulación 2-hidroxi-6- o -7-metoxinaftalina.

20. El colorante aminoazoico empleado como componente diazoico puede obtenerse así:

En recipiente cerrado, se calientan a temperatura de 165 a 170°, durante 15 horas, 24,3 partes de 4-hidroxi-3-nitro-1,1'-azobenceno en una solución de 30 partes de amoníaco gaseoso en 400 partes de alcohol etílico. Terminada la reacción, se concentra la mezcla reaccional hasta 1/3 de

10 SEP 1942

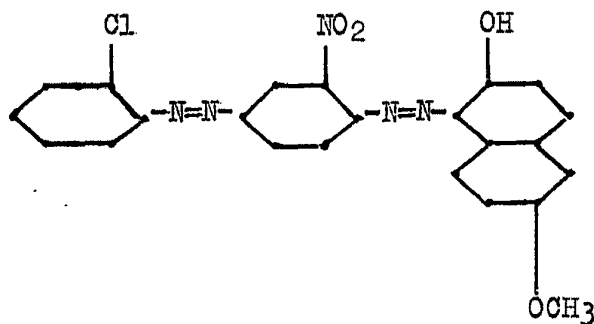
303942

5. su volumen, se la filtra y se la lava con alcohol etílico frío. Del 4-amino-3-nitro-1,1'-azobenceno obtenido se recristaliza una muestra a partir de alcohol. Esta muestra manifiesta un punto de fusión de 173°. El análisis concuerda igualmente con los valores calculados para este compuesto.

E J E M P L O 2.

10. Se diazoan 27,65 partes de 4-amino-3-nitro-2'-cloro-1,1'-azobenceno y se combinan, a temperatura de 5 a 10°, con una solución, alcalinizada con hidróxido sódico, de 17,4 partes de 2-hidroxi-6-metoxi-naftalina. La copulación se desarrolla instantáneamente y el colorante disazoico se precipita por completo. Se le separa por filtración, se le lava con agua para eliminar el álcali y se le seca. El nuevo colorante insoluble en agua, de la fórmula

20.



25.

30.

es un polvo rojo, que en distribución fina tinte, las fibras de poliéster con hermosos tonos rojos. Estas tinturas tie-

10



303942

nen muy buena solidez a la luz y a la sublimación. La lana eventualmente mezclada a las fibras de poliéster se tiñe muy poco.

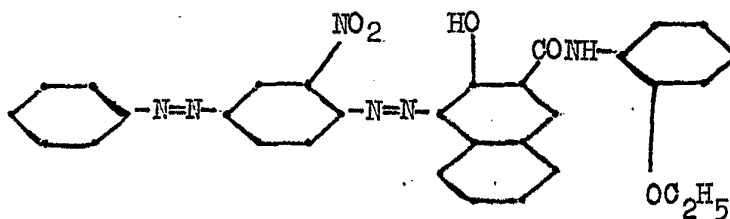
5. Si, en lugar del 4-amino-3-nitro-2'-cloro-1,1'-azobenceno, se emplea el 4-amino-3-nitro-3'-cloro-1,1'-azobenceno, el 4-amino-3-nitro-4'-cloro-1,1'-azobenceno, el 4-amino-3-nitro-2',4'-dicloro-1,1'-azobenceno o el 4-amino-3-nitro-4'-metoxi-1,1'-azobenceno, se obtienen colorantes que tiñen las fibras de poliéster con las mismas buenas propiedades.
10.

Los colorantes aminoazoicos empleados como componentes diazoicos pueden obtenerse por el procedimiento indicado en el último párrafo del ejemplo.1.

15. EJEMPLO 3.

Se diazoan 24,2 partes de 4-amino-3-nitro-1,1'-azobenceno y se combinan, a temperatura de 5 a 10°, con una solución, alcalinizada con hidróxido sódico, de 30,7 partes de o-fenetidida de ácido 2-hidroxi-3-naftoico, la copulación se termina en seguida y el colorante se precipita por completo. Se separa éste, se le lava con agua para librarlo del álcali y se le seca. El nuevo colorante insoluble en agua, de la fórmula

25.



303942
10 OCT 1964

es un polvo rojo, que en distribución fina tiñe las fibras de poliéster con tonos rojos brillantes. Estas tinturas poseen muy buena solidez a la luz y a la sublimación. La lana eventualmente mezclada a las fibras de poliéster queda prácticamente reservada.

5.

Se llega a un colorante con las mismas buenas propiedades si se emplea como componente de copulación final o-anisidida de ácido 2-hidroxi-3-naftoico.

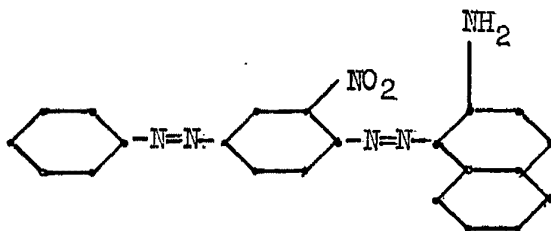
10.

E J E M P L O 4.

Se diazoan 24,2 partes de 4-amino-3-nitro-1,1'-azobenceno y se combinan, a 10-15°, con una solución acética de 14,3 partes de 2-amino-naftalina. Para completar la copulación se añade acetato sódico. Se separa el colorante, completamente precipitado, se le lava con agua para eliminar el álcali y se le seca. El nuevo colorante insoluble en agua, de la fórmula

15.

20.



es un polvo oscuro que, en distribución fina, tiñe las fibras de poliéster con tonos violados brillantes. Estas tinturas poseen muy buena solidez a la luz y a la sublimación.



303942

La lana eventualmente mezclada a las fibras de poliéster queda muy poco teñida.

Si en lugar de 4-amino-3-nitro-1,1'-azobenceno se emplea 4-amino-3-nitro-2'-cloro-1,1'-azobenceno, se obtiene un colorante con las mismas buenas propiedades.

5.

E J E M P L O 5.

Se muele en húmedo 1 parte del colorante del ejemplo 1 con 2 partes de una solución acuosa al 50% de lejía residual de celulosa sulfítica y se seca.

Se agita este preparado colorante con 40 partes de una solución acuosa al 10% de un producto de condensación de alcohol octadecílico y 20 moles de óxido de etileno y se añaden 4 partes de una solución de ácido acético al 40%. Mediante dilución con agua se prepara con ello un baño tintórico de 4000 partes.

En este baño se introducen a 50° 100 partes de un género de fibra de poliéster purificado, se aumenta la temperatura en media hora hasta 120-130° y se tiñe durante una hora en recipiente cerrado a dicha temperatura. A continuación se enjuaga bien. Se obtiene una tintura de muy buena solidez a la luz y a la sublimación.

25.

E J E M P L O 6.

A 50°, 100 partes de un tejido mixto constituido por 50 partes de fibras de tereftalato de polietileno y 50 partes de lana se introducen en un baño que, por 1000 partes de agua, contiene 5 partes de una emulsión acuosa al

30.



303942

5. 75% de éster metílico de ácido salicílico como acelerador, I parte de la sal sódica del ácido diisobutilnaftalinsulfónico y I parte del colorante del primer párrafo del ejemplo 1. Luego se lleva en el curso de I hora hasta ebullición, se hierve durante I y 1/2 a 2 horas y se enjuaga bien, con agua caliente, el material teñido. No se precisa purificación ulterior. Se obtiene una tintura de color rojo brillante de la porción de poliéster, mientras que la porción de lana queda muy poco teñida.

10.

E J E M P L O 7.

15. 14 partes del colorante empleado en el ejemplo 1, primer párrafo, se muelen finamente con 126 partes de una solución neutra de 125 partes de ácido dinaftilmetandisulfónico en 1000 partes de agua. Luego se prepara un baño de impregnación de la composición siguiente:

20. 200 partes de la pasta colorante antes descrita
300 partes de alginato sódico 1:100
500 partes de agua

1000 partes .

25. Con el baño de tratamiento que se ha expuesto se impregna en el fular (2 pasadas) un tejido de poliéster de modo que aumente en el 50 a 60% de su peso y luego se le seca a 60°. A continuación se somete el tejido a un tratamiento térmico a temperatura de 200 a 220° durante 15 a 120 segundos. Después se le enjabona, hirviendo, con una solu-

30.



33942

ción de 5 g de jabón en 1 litro de agua, durante 30 minutos, y se acaba como de ordinario (enjuague y secado). Se obtiene una tintura de color rojo brillante con excelentes propiedades de solidez.

= . =

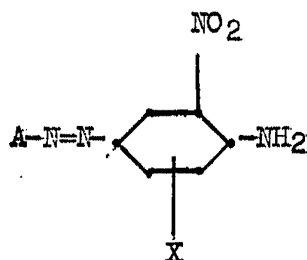
303942



NOTA

5. Descrito el objeto de la presente invención, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de las demandas suizas de patentes n.ºs. 11.222/63 del 11 Septiembre de 1.963, y n.º. 9.638/64 del 22 de Julio de 1.964, existiendo en ambas unidad de invención.

10. 1. Procedimiento para la preparación de colorantes disazoicos insolubles en agua, que se caracteriza por copularse el compuesto diazoico de un colorante aminoazoico carente de grupos hidrosolubilizantes, de la fórmula



donde

A significa un radical bencénico, eventualmente substituído, y

X significa un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo o un grupo alcoxi,

15. con una 2-hidroxi- o 2-amino-naftalina copulante en posición

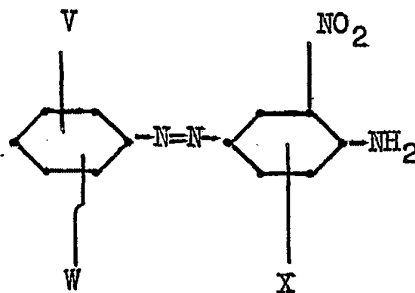
1.

303942

10



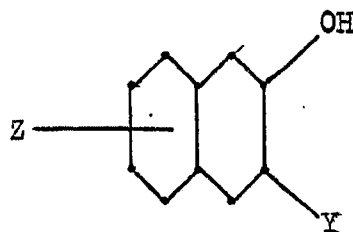
2.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que se caracteriza por emplearse el compuesto diazoico de una amina de la fórmula



donde

5. V y W significan átomos de hidrógeno o de halógeno o grupos de alcoxi o alquilo inferior y X tiene el significado expuesto antes.

3. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por emplearse como componente de copulación un naftol de la fórmula



donde

Y significa un átomo de hidrógeno o un grupo carbalcoxi, inferior o -CONH-arílico y

10 SEP 1984
303942



Z significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo de alcoxi o alquilo inferior.

4. Procedimiento para la preparación de colorantes disazoicos insolubles en agua.

5. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de quince páginas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 10 SEP. 1984

CIBA SOCIETE ANONYME.

P. a.

JAIME ISERN

P. P.

