



Case 5877/E

336539

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, residente en BASILEA (Suiza).

= . =

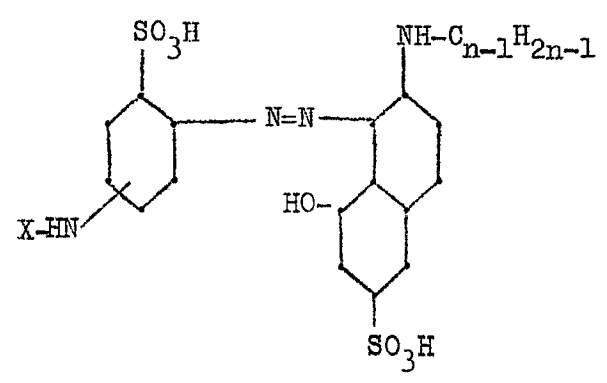
MEMORIA DESCRIPTIVA

Se ha descubierto que se obtienen colorantes
para lana muy valiosos si se preparan por copulación, aci-
lación o disociación de bromuro de hidrógeno los colorantes
que como ácidos libres corresponden a la fórmula



336539

5.



- on la que
- X significa una agrupación de alfa-bromoacriló o una agrupación de dinitroclorobenzoílo y
10. n significa un número entero positivo por valor de 2 a lo sumo.
- Los compuestos diazoicos a base de ácido meta- o preforentemente para-bromoacril-fenilendiaminsulfónico o respectivamente dinitroclorobenzoil-fenilendiaminsulfónico
15. necesarios para la copulación con ácido gamma o en particular N-metil-gamma pueden prepararse, según métodos ya conocidos, por acilación del correspondiente ácido fenilendiaminsulfónico o (en el caso de que X represente una agrupación alfa-bromoacrílico) por disociación de bromuro de
20. hidrógeno de los respectivos derivados de alfa,beta-dibromopropioílo y diazoación consecutiva. La copulación se

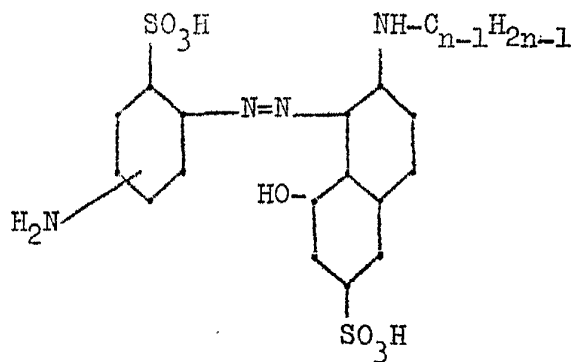


336539

efectúa en medio acuoso fuerte a débilmente ácido.

En lugar de introducir el sustituyente X en los componentes del colorante antes de la preparación de éste, se le puede igualmente incorporar a los colorantes

5. hechos. Así, por reacción de colorantes de la fórmula



en la que

n es igual a 1 ó 2,

15. mediante acilación con cloruro de dinitroclorobenzóilo o con cloruro o anhídrido de ácido alfa-bromoacrílico se obtienen los colorantes de este invento.

20. La acilación se efectúa convenientemente en presencia de agentes aceptores de ácido, como acetato sódico, hidróxido sódico o carbonato sódico, y en condiciones relativamente suaves (por ejemplo, en disolventes orgánicos a temperaturas relativamente bajas, en medio acuoso).



336539

Si para la acilación se toma, en vez de cloruro de ácido alfa-bromoacrílico, un haluro de ácido alfa, beta-dibromopropiónico (por ejemplo, el cloruro), se originan derivados de alfa, beta-dibromopropionilo, los cuales se transforman con facilidad en los colorantes alfa-bromoacrílicos de este invento por tratamiento con álcali (por ejemplo, con carbonato sódico o hidróxido sódico).

Los colorantes que se obtienen por el procedimiento aquí expuesto son nuevos. Sirven para teñir y estampar los más diversos materiales, en particular materiales polihidroxilados de estructura fibrosa, como las materias de contenido celulósico y en particular tanto las fibras sintéticas (por ejemplo, a base de celulosa regenerada) como los materiales naturales (por ejemplo, lino o, sobre todo, algodón). Son aptos especialmente para teñir y estampar cuero y géneros textiles de contenido nitrógeno, como seda y, sobre todo, lana, lo mismo que fibras de superpoliamida y superpoliuretano, en baño ligeramente alcalino, neutro o ácido (por ejemplo, baño con ácido acético).

Las tinturas que se obtienen sobre la lana con tales colorantes resultan extraordinariamente sólidas al lavado y al batanado.

En los ejemplos que siguen, las partes significan, en tanto no se indique otra cosa, partes en peso, y



336539

los porcentajes, porcentajes en peso; las temperaturas están expresadas en grados centígrados.

EJEMPLO 1

5. Se deslíen 402 partes de ácido 5-(alfa,beta-dibromopropionilamino)-1-aminobencen-2-sulfónico en 800 partes de agua, se trata la dilución, a temperatura de 0 a 5º, con 250 partes de ácido clorhídrico al 30% y se la diazoa por instilación de 250 volúmenes de solución 4-n de nitrito sódico. A la solución diazoica que se obtiene, des-
10. provista de ácido nitroso, se hace afluir una solución de 275 partes de la sal sódica del ácido N-metil-2-amino-8-hidroxinaftalin-6-sulfónico en 1000 partes de agua. Para completar la copulación, se introducen luego 400 volúmenes de solución 4-n de acetato sódico. Terminada la copulación,
15. se ajusta a pH 12 la solución de colorante por adición de unos 300 volúmenes de solución de hidróxido sódico al 30%, mientras se mantiene la temperatura entre 15 y 20º por adición de hielo. Se deja 15 minutos en agitación a pH 12 y luego se neutraliza a pH 7 por adición de ácido clorhídrico al 30 %.
20. Se separa entonces el colorante precipitándolo por completo con 1200 partes de cloruro sódico y filtrando, se le lava con solución de cloruro sódico al 10 % y se le seca en vacío a temperatura de 70 a 80º.

336539

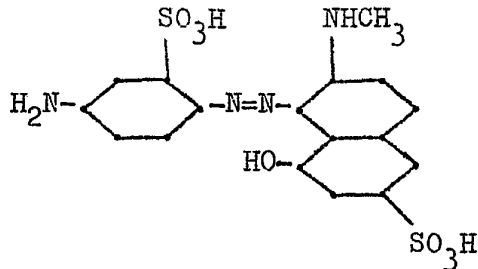


Se obtiene un polvo rojo azulado, que se disuelve en agua y tinte la lana, en baño de ácido acético, con tonos rojos azulinos, muy sólidos frente a la humedad.

- Si en lugar del ácido 5-(alfa,beta-dibromopropionilamino)-1-aminobencen-2-sulfónico se emplea el
5. ácido 4-(alfa,beta-dibromopropionilamino)-1-amino-2-sulfónico, se obtiene un solorante semejante, que tinte la lana con tonos rojos un poco más azulinos.

EJEMPLO 2

10. 90 partes del colorante de la fórmula



- en 1000 partes de agua se neutralizan con carbonato sódico y se tratan con 20 partes de hidrocarbonato sódico. Agitando enérgicamente, se instilan en el curso de una hora y a temperatura de 5 a 10° 56 partes de cloruro de alfa, beta-dibromopropionilo. Terminada la acilación, se ajusta
- 20.



7 -

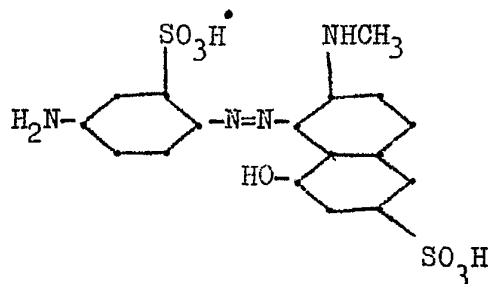
336539

- a pH 12 la solución de colorante con solución de hidróxido sódico al 30%, mientras se mantiene la temperatura por debajo de 15° mediante la adición de hielo. Se agita durante 15 minutos todavía y se neutraliza a pH 7 por adición de ácido clorhídrico al 30 %. Luego se precipita por completo el colorante con cloruro sódico, se filtra, se lava el colorante con solución de cloruro sódico al 15 % y se le seca en vacío a 70-80°. Se obtienen un polvo rojo azulado, soluble en agua y que tinte la lana con tonos rojos azulinos muy sólidos a la humedad.
- 5.
- 10.

EJEMPLO 3

90 partes del colorante de la fórmula

15.





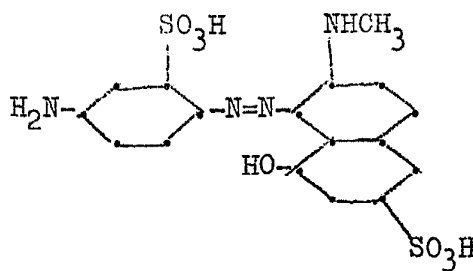
336539

- se neutralizan en 1000 partes de agua con carbonato sódico y se tratan con 20 partes de hidrocbonato sódico. Agitando enérgicamente, se instilan a temperatura de 5 a 10° y en el curso de una hora 38 partes de cloruro de alfa-bromoacrilóilo. Terminada la acilación, se precipita ñ por completo el colorante por adición de cloruro sódico, se filtra la mezcla reaccional, se lava la torta del filtro con solución de cloruro sódico al 15 % y se le seca en vacío a temperatura de 70 a 80°. Se obtiene un polvo rojo azulado, soluble en agua y que tiñe la lana con tonos rojos azulinos muy sólidos a la humedad.
- 5.
- 10.

EJEMPLO 4

90 partes del colorante de la fórmula

15.



20.

en 1000 partes de agua se neutralizan con carbonato sódico

336539



- y se tratan con 20 partes de hidrocbonato sódico. Agitando enérgicamente, se instila a temperatura de 5 a 10° y en el curso de una hora una solución de 60 partes de cloruro de 3,5-dinitro-4-clorobenzoílo en 300 partes de acetona. Terminada la acilación, se precipita el colorante por completo con cloruro sódico, se filtra, se lava el colorante con solución de cloruro sódico al 15% y se le seca en vacío a 70-80°. Se obtiene un polvo rojo azulado, soluble en agua y que tiñe la lana con tonos rojos azulinos muy sólidos a la humedad.
- 5.
- 10.

Receta tintórea:

- Se disuelven en 4000 partes de agua 2 partes del colorante obtenible según el Ejemplo 1, se agregan 10 partes de sulfato sódico cristalizado y en el baño tintóreo así obtenido se introducen, a temperatura de 40 a 50°, 100 partes de lana bien humectada. Se introducen luego 2 partes de ácido acético al 40 %, se lleva el baño a ebullición en el curso de $\frac{1}{2}$ hora y se tiñe hirviendo durante $\frac{3}{4}$ de hora. Por último, se enjuaga la lana con agua fría y se le seca.
- 15.
- 20.
- La lana queda teñida con tonos/^{rojos}sólidos al lavado y de buena resistencia a la luz.



336539

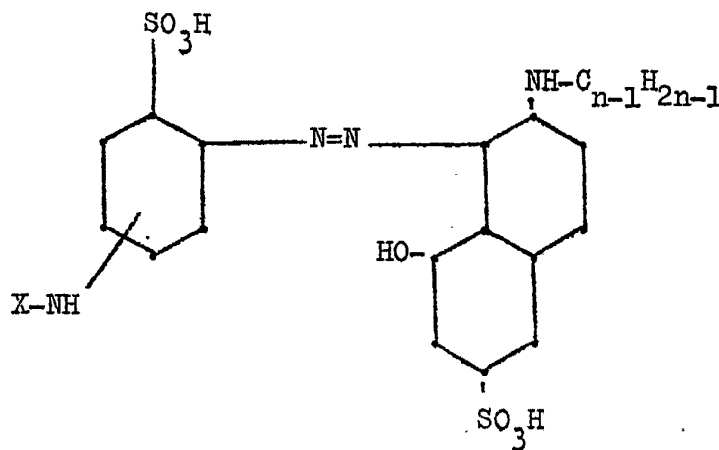
REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de las solicitudes de patentes suizas nº 1747/66 del 8.2.66 y nº 17307/66 del 5.12.66., existiendo en ellas unidad de invención:

5.

1. Procedimiento para la preparación de colorantes monoazoicos, caracterizado por prepararse mediante copulación, acilación o disociación de bromuro de hidrógeno colorantes que como ácidos libres corresponden a la fórmula

10.



15.

en la que

X significa una agrupación de alfa-bromoacrilato o una agrupación de dinitroclorobenzilo y



336539

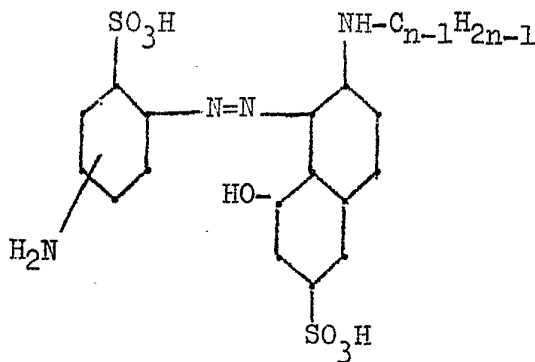
n significa un número entero positivo por valor de 2 a lo sumo.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por combinarse el ácido gamma o el ácido

5. N-metil-gamma con ácido meta- o para-bromoacrilamino-anilino-sulfónico diazoado.

3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por acilarse un colorante de la fórmula

10.



15.

en la que

20. n es igual a 1 ó 2,

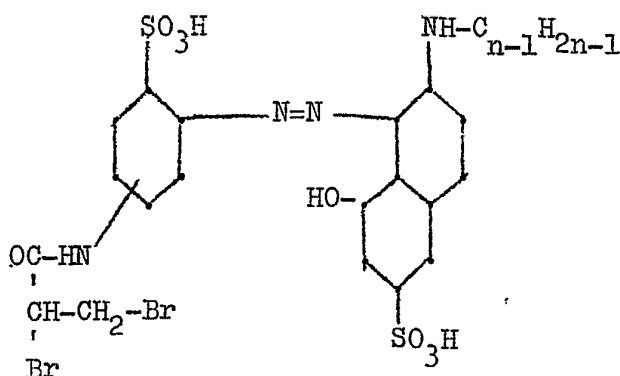
con cloruro de bromoacrilato o bromuro de bromoacrilato.



336539

4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por tratarse con agentes disociadores de haluro de hidrógeno colorantes que como ácidos libres corresponden a la fórmula

5.



10.

en la que

n es igual a 1 ó 2.

15.

5. Procedimiento para la preparación de colorantes monoazoicos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 12 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 7 de Febrero 1967
p.a.

DAIME ISERN

Redactor: **JOSE RODRIGUEZ**