



PATENTE DE INVENCION
=====

I.C.I. Case No. D.18023 Div.A.

346779

Memoria Descriptiva
sobre

"PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE TINTES AZOICOS REACTIVOS"

=====

Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa, residente en: Imperial Chemical House, Millbank, Londres, S.W.1. Inglaterra.

=====

Este invento se refiere a nuevos tintes azoicos reactivos, solubles en agua, a los métodos de preparación de los mismos y al empleo de dichos tintes para la coloración de materiales textiles.

5. Es conocido el empleo de tintes que con-

-2-346779⁴



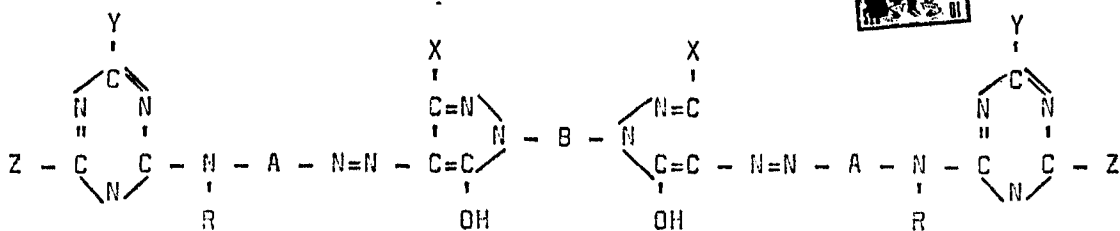
tengan grupos halógeno-s-triazina con objeto de colorear fibras que contengan grupos hidroxilo, especialmente materiales celulósicos tales como algodón y rayón viscosa.

5. Estos tintes se fijan fácilmente sobre dichos materiales con buena resistencia a los tratamientos en húmedo, dado que el grupo halógeno-s-triazina puede reaccionar con grupos hidroxilo de la molécula de celulosa en presencia de agentes de fijación de ácidos, especialmente a temperaturas elevadas. Para este objeto, los tintes se aplican desde soluciones acuosas o pastas acuosas de estampado y, a causa de una reacción secundaria en la que el grupo halógeno-s-triazina reacciona con agua en lugar de la molécula de celulosa, una parte considerable del tinte no se fija en la fibra.
- 10.
15. Consiguientemente, ha de utilizarse un exceso de tinte y las tinciones o estampados pueden lavarse por completo con solución jabonosa en ebullición, para eliminar el tinte no reaccionado. El desperdicio de tinte y el procedimiento complementario hacen que el proceso de teñido o de estampado sea mas costoso, especialmente cuando se precisan tonalidades oscuras.
20. Este invento se refiere a la producción de tintes reactivos halógeno-s-triazina solubles en agua, dotados de una fijación notablemente elevada sobre las fibras, y para los cuales los tratamientos de lavado pueden reducirse de modo considerable.
25. Los nuevos tintes del invento están representados por la fórmula:
- 30.

346779



1957



5. en la que B representa un radical aromático carbocíclico, divalente; cada A representa un radical divalente, benceno o naftaleno que puede contener substituyentes; cada X representa un grupo metilo, carboxilo o carboalcoxi inferior; cada R representa hidrógeno o un grupo alquilo inferior; cada Y representa cloro o bromo, y cada Z representa un grupo amino o alcoxi y los complejos 1:1-cobre de estos tintes.

15. Como ejemplos de radicales representados por B en la fórmula anterior, puede mencionarse 2,2"-disulfo-4,4'-difenileno, 4,4'-difenileno, 1,3 y 1,4-fenileno, 3,3'-dicloro-4,4'-difenileno, 3,3'-dimetil-4,4'-difenilometano y 2,2'-disulfo-4,4'-difenilenoetileno.

20. Como ejemplos de radicales representados por A en la fórmula anterior, pueden mencionarse sulfo-1,3-fenileno, carboxi-1,4-fenileno, sulfo-1,4-fenileno, 1,3-fenileno, 1,4-fenileno, 4,8-disulfo-2,6-naftileno, cloro-1,4-fenileno, metoxi-1,4-fenileno y carboxi-1,3-fenileno.

25. Como ejemplos de grupos amina substituidos representados por Z pueden mencionarse grupos anilino, mas especialmente grupos mono- y di-sulfoanilino, por ejemplo 3,5-disulfoanilino-, 2,5-disulfoanilino-, 2-, 3- y 4-sulfoanilino- y 4,5-disulfo-2-metilanilino.

30. Los tintes preferidos son aquellos en los que B representa 2,2'-disulfo-4,4'-difenileno, X representa



- un grupo CO_2H , A es un sulfofenileno, especialmente 2-sulfo-1,4-fenileno, y Z representa un grupo disulfoanilino, dado que dichos tintes pueden prepararse para proporcionar estampados de tonalidades muy profundas, manteniendo sin embargo todavía una elevada eficiencia de reacción.
- 5.
- La denominación "inferior" utilizada en conexión con los grupos alquilo o alcoxi, se refiere a grupos de esta naturaleza que tengan como máximo 4 átomos de carbono.
- 10.
- Los nuevos tintes pueden obtenerse combinando entre sí, por condensación y acoplamiento del modo corriente, (1) un componente bis-pirazolona de acoplamiento que tenga los átomos de nitrógeno en las posiciones 1 de los anillos pirazol enlazados a través de un radical aromático, (2) un componente diazoico de la serie bencénica o naftalénica que tenga, además del grupo amino diazotizable, un grupo amino o amino monosustituido, o grupo convertible en un grupo amino o amino monosustituido unido al núcleo, y (3) un compuesto s-triazina que contenga 3 átomos de cloro o de bromo junto con un compuesto amino o hidroxilo que reaccione con él para sustituir uno de los átomos de halógeno por un grupo amino, amino sustituido o alcoxi. Además, se requiere una etapa de metalización para la producción de los tintes de complejo metálico de este invento.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- Las etapas necesarias para fabricar los nuevos tintes, pueden realizarse de distintos modos como se describirá luego haciendo referencia a los métodos preferidos.



(A) Dos moles de un componente diazoico de la índole indicada en (2) se diazotizan y se acoplan con el componente de acoplamiento, para obtener un compuesto diazoico que contenga dos grupos amino o amino monosustituido o grupos convertibles en grupos amino o amino monosustituido, por ejemplo por hidrólisis o reducción. En el último caso, el compuesto disazo se somete luego a una reducción o a una etapa de hidrólisis, para formar los grupos amino o amino monosustituidos necesarios para permitir la condensación. Para formar el nuevo tinte, el compuesto disazo así obtenido se condensa a continuación con un compuesto s-triazina que contiene 3 átomos de cloro o bromo y el producto resultante se hace reaccionar con un compuesto amínico o hidroxílico de las clases mencionadas antes en 3.

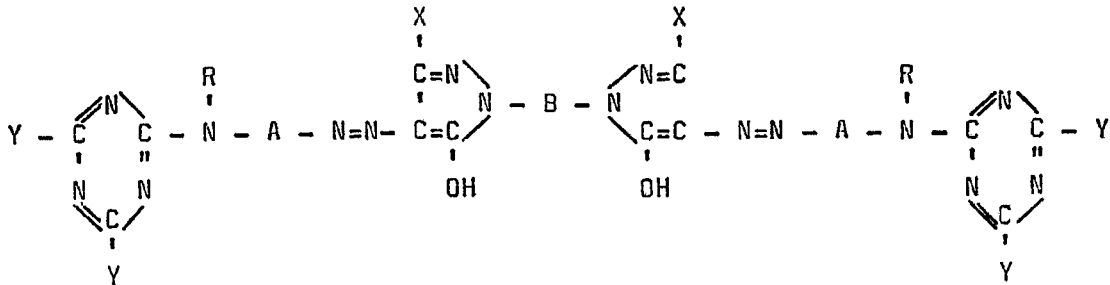
5.
10.
15. (B) Un componente diazoico de la clase indicada en (2) anterior con un grupo amino o amino monosustituido, se condensa con un compuesto s-triazina dotado de 3 átomos de cloro o de bromo. Dos moles del compuesto resultante se diazotizan a continuación y se acoplan con el componente de acoplamiento, y el compuesto resultante se condensa con 2 moles de un compuesto amino o hidroxilo de la clase mencionada en 3 anterior.

20.
25. (C) Los tintes de complejo de cobre de este invento, se fabrican con preferencia por una variación del procedimiento descrito en (A) anterior, en la que el producto obtenido por acoplamiento, se somete a metalización con una sal de cobre antes de realizar la condensación posterior con un compuesto s-triazina.

30. Así, de acuerdo con una característica ulterior de este invento, se proporciona un procedimiento para la fabricación de los nuevos tintes azoicos reactivos solu-



bles en agua, que comprende el hacer reaccionar entre sí un compuesto de la fórmula,



10. en la que A, B, R, X e Y tienen los significados antes indicados, o un complejo de dicho compuesto, con dos moles de un compuesto amínico o hidroxílico que reaccione con aquel para sustituir un átomo de cloro o de bromo de cada núcleo triazina, por un grupo amino, amino-sustituido o alcoxi.

15. Los nuevos tintes pueden usarse para teñir o estampar una gran variedad de materiales textiles. Son especialmente valiosos para usarse como tintes reactivos para celulosa, con la que, en presencia de agentes de trabazón de ácidos, pueden reaccionar con un grado elevado de eficiencia.

20. Este invento se aclara, sin limitarse en modo alguno, por el Ejemplo siguiente en el que las partes son ponderales.

25. EJEMPLO- Una solución neutra de 23 partes de ácido 4-acetilaminoanilino-2-sulfónico, que contiene 7 partes de nitrito sódico, se añade, durante 30 minutos a una mezcla agitada de 30 partes de ácido clorhídrico y 100 partes de agua helada a 0-5°C. La mezcla se agita a esta temperatura durante 15 minutos y el exceso de ácido nitroso se destruye por la adición de ácido sulfúrico.

30.

4 NOV. 1951



- co acuoso. La suspensión diazoica se añade a continuación, durante 10 minutos, a una solución neutra de 28,3 partes de ácido 4:4 -bis(3"-carboxi-5"-pirazolon-1"il) difenil-2:2 -disulfónico en 200 partes de agua,
5. manteniendo la temperatura por debajo de 10°C y un pH de 7,5 por la adición simultánea de solución acuosa de carbonato sódico. Cuando el acoplamiento es completo, el producto se separa por filtración y se lava con salmuera. Este sólido se agita entonces en 400 partes de
10. hidróxido sódico 2N bajo reflujo, durante 2 horas. La solución enfriada se neutraliza a continuación, se añade a 0-5°C y durante 15 minutos, a una suspensión de 18,5 partes de cloruro cianúrico en 100 partes de acetona y 150 partes de agua helada, manteniendo el pH a
15. 6-7 por la adición de carbonato sódico 2N. La mezcla se agita durante 3 horas a 0-5°C, luego se agregan 68 partes de solución de amoníaco (densidad 0,88) y la mezcla se agita a 30-35°C durante 5 horas. La solución se neutraliza, se agrega sal y el tinte precipitado se separa
20. por filtración y se seca en el aire. Cuando se aplica a la celulosa en presencia de un agente de fijación de ácido, se obtienen tonalidades naranja.

- N O T A -

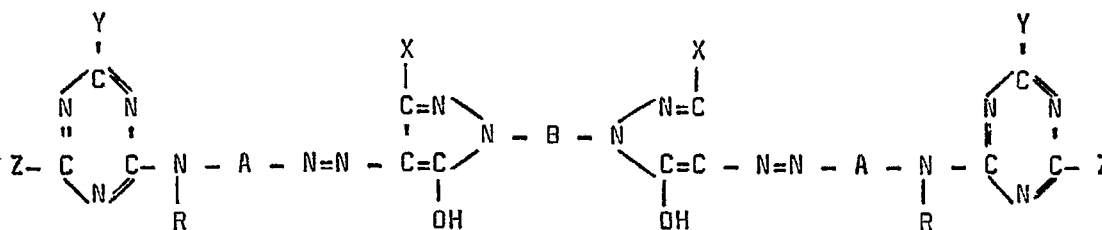
- Descrita suficientemente la naturaleza del in
25. vento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental; siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo
30. que se solicita Patente de Invención por 20 años en Espa



ña sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE TINTES AZOICOS REACTIVOS"; caracterizándose por lo siguiente:

1ª.- Procedimiento para la fabricación de tintes azoicos reactivos, solubles en agua, de fórmula general,

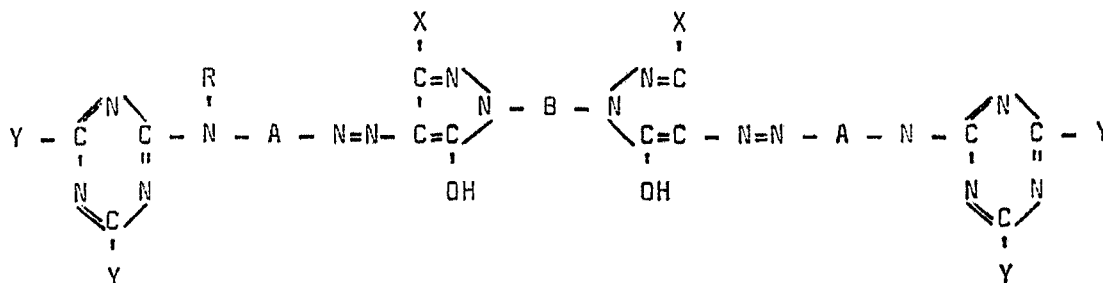
5.



en la que B representa un radical carboxílico aromático divalente, cada A representa un radical benceno ó naf taleno divalente, que puede contener substituyentes, ca da X representa un grupo metilo, carboxilo o carbo-al coxi inferior, cada R representa hidrógeno ó un grupo alquilo inferior, cada Y representa cloro o bromo, y cada Z representa un grupo amino o alcoxi substituido y los complejos 1:1 de cobre de estos tintes, caracteri zado porque se hacen reaccionar entre sí, un compuesto de la fórmula,

20.

25.



30,

en la que A,B,R,X e Y tienen los significados indicados, o un complejo de cobre de dicho compuesto con 2 moles de compuesto amínico o hidroxílico que reaccionen con aquel para sustituir uno de los átomos de cloro o de bromo en cada núcleo triazinico, por un grupo amino, amino susti-

-9- 346779



tuido o alcoxi.

2ª.- "Procedimiento para la fabricación de tintes azoicos reactivos", tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de 9 hojas escritas a máquina por una sola cara.

4 NOV. 1961

Madrid,

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

J. GOMEZ ACEDO Y MODET
p. p. Firmado por A. GARCIA BRAVO