

346780



4 NOV. 1957

PATENTE DE INVENCIÓN

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

346780

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 conten



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

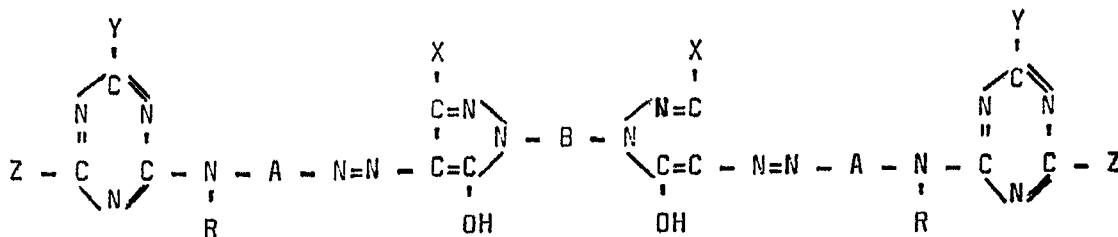
- 5. Estos tintes se fijan fácilmente sobre dichos materiales con buena resistencia a los tratamientos en húmedo, dado que el grupo halógeno-s-triazina puede reaccionar con grupos hidroxilo de la molécula de celulosa en presencia de agentes de fijación de ácidos, especialmente a temperaturas elevadas. 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. 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.

- 15. 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.

- 20. Los nuevos tintes del invento están representados por la fórmula:

25. 30.



5. en la que B representa un radical aromático carbocíclico, devalente; cada A representa un radical divalente, benceno o naftaleno que puede contener substituyentes; cada X representa un grupo metilo, carboxilo o carbo-alcoxi inferior; cada R representa hidrógeno o un grupo alquilo inferior; cada Y representa cloro o bromo, y cada Z representa un átomo de cloro o de bromo o un grupo amino o alcoxi y los complejos 1:1-cobre de estos tintes.
- 10.
15. Como ejemplos de radicales representados por B en la fórmula anterior, pueden mencionarse 2,2"-disulfo-4,4'-difenileno, 4,4'-difenileno, 1,3 y 1,4-fenileno, 3,3'-cicloro-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

346780

4 NOV. 1960



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 disulfanilino, 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

15. 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

20. amino monosustituido unido al núcleo, y (3) bien (a) un compuesto s-triazina que tenga 2 átomos de cloro o de bromo y además un tercer átomo de cloro o de bromo o un grupo amino, amino sustituido o alcoxi, o (b)

25. 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

30. alcoxi. Además, se requiere una etapa de metalización para la producción de los tintes de complejo metálico

346780



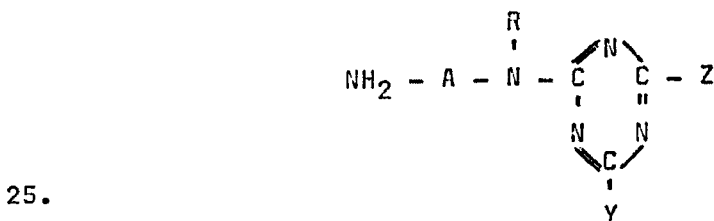
de este invento.

Las etapas necesarias para fabricar el nuevo tinte, se describe a continuación.

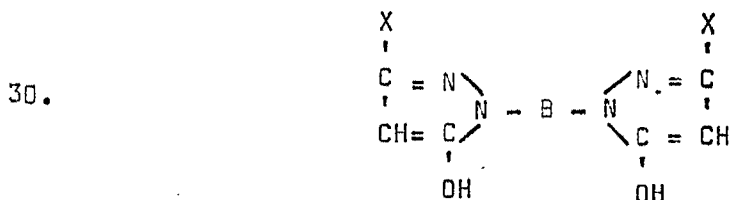
5. Un componente diazoico de la índole mencionada en (2) anteriormente, con un grupo amino o amino monosustituido, se condensa con un compuesto s-triazina de la clase mencionada en 3(a) anterior, o se condensa primero con un compuesto s-triazina, y el producto resultante con un compuesto amino o hidroxilo de la
10. clase indicada en 3(b) anterior. Dos moles del compuesto resultante así obtenido, se diazotizan a continuación y se acoplan con el componente de acoplamiento.

15. Los tintes de complejo de cobre de este invento, se fabrican por el procedimiento anterior, en la que el producto obtenido por acoplamiento, se somete a metalización con una sal de cobre .

20. Así, de acuerdo con este invento, se proporciona un procedimiento para la fabricación de los nuevos tintes azoicos reactivos solubles en agua, que comprende diazotar dos moles de una amina aromática de la fórmula,



en la que A, R, Y y Z tienen los significados antes mencionados, y acoplar el compuesto diazónico con un componente de acoplamiento de la fórmula,





en la que -B y X tienen los significados anteriormente indicados.

Los nuevos tintes pueden usarse para teñir o estampar una gran variedad de materiales textiles.

5. 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.

10. Este invento se aclara, sin limitarse en modo alguno, por el ejemplo siguiente en el que las partes son poderales.

EJEMPLO- Una solución neutra de 19,2 partes de ácido m-fenilo-diamina-o-sulfónico en 250 partes de agua, se añade durante 30 minutos a una suspensión agitada de 18,9 partes de cloruro cianúrico en 50 partes de acetona y 200 partes de hielo y agua, a 0-5°C. Después de agitar durante 45 minutos a 0-5°C, la mezcla se neutraliza y se añade una solución neutra de 25,3 partes de ácido anilino-3:5-disulfónico en 100 partes de agua, y la temperatura se eleva a 30-35°C. La mezcla se agita durante 4 horas mientras se mantiene el Ph a 6-7, por la adición de carbonato sódico 2N, luego se filtra, se enfría por debajo de 5°C y se añade una solución de 7 partes de nitrito sódico en 20 partes de agua, seguida por 25 partes de ácido clorhídrico concentrado.

20. Después de agitar de 0 a 5°C durante 1 hora, se elimina el exceso de ácido nitroso por la adición de solución acuosa de ácido sulfámico. La solución resultante se añade durante 30 minutos a una solución

25.

30.



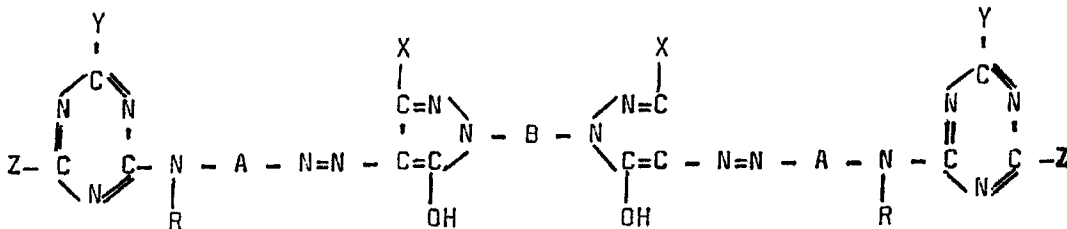
5. neutra de 25,3 partes de ácido 4:4 -bis2(3" -metil-5"-pirazon-1"-il)difenil-2:2 -disulfónico en 400 partes de agua a 0-5°C. El pH se mantiene en 6-7 por la adición simultánea de líquido alcalino. Después de agitar durante 20 horas, se agregan 40 partes de sal y el tinte se separa por filtración, se lava con solución de salmuera y se seca al aire.

Colorea la celulosa en tonos naranja.

-N O T A-

10. Descrita suficientemente la naturaleza del invento 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 que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE TINTES AZOICOS REACTIVOS"; caracterizándose por lo siguiente:

20. 1ª.- Procedimiento para la fabricación de tintes azoicos reactivos, solubles en agua, de fórmula general,



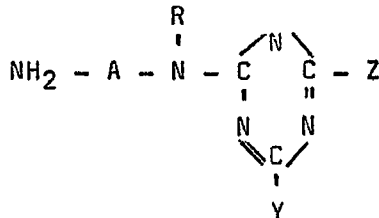
30. en la que B representa un radical carboxílico aromático divalente, cada A representa un radical benceno o naftaleno divalente, que pueda contener substituyentes, cada X representa un grupo metilo, carboxilo o carboalcoxi inferior, cada R representa hidrógeno o un gru

346780 4 NOV.



po alquilo inferior, cada Y representa cloro o bromo, y cada Z representa un átomo de cloro o bromo, o un grupo amino o alcoxi substituido y los complejos 1:1 de cobre de estos tintes, caracterizado porque se diazotizan 2 moles de una amina aromática de la fórmula.

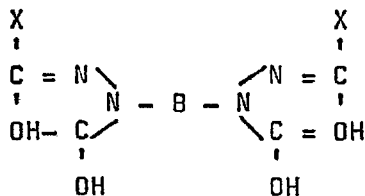
5.



10.

en la que A, R Y y Z tienen los significados indicados, y el compuesto diazónico se acopla con un componente de acoplamiento de la fórmula.

15.



en la que B y X tienen los significados indicados.

20.

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

Esta memoria consta de 8 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

4 NOV. 1967

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

J. GÓMEZ ACEBO Y MODESTO
 p. p. Firmado por J. GARCÍA BRAVO