

347223



OFICINA DE INVENCIÓN

I.C.I. Case Nº D.19509.

Div. A.

Memoria Descriptiva
sobre

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE
COLORANTES AZOICOS".

Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad
inglesa, residente en: IMPERIAL CHEMICAL HOUSE,
Millbank, LONDRES, S.W.1., Inglaterra.

5. Esta invención se refiere a un procedimiento para preparar nuevos colorantes azóicos, más particularmente colorantes poliazóicos solubles en agua de la serie triazínica, adecuados para su empleo como tintes reactivos para materiales textiles de



celulosa.

- Ya se han hecho un número de proposiciones anteriores para la fabricación de tintes reactivos solubles en agua para materiales textiles celulósicos, que contienen más de un radical azóico y uno o más radicales cloro-s-triazínicos. Es bien sabido que los tintes que contienen más de un radical azóico son, por lo general, más sustantivos que los colorantes monoazóicos y esta propiedad tiene ciertas desventajas en relación con su empleo como tintes reactivos. En la estampación, por ejemplo, esta sustantividad causa un ensuciamiento de las áreas no estampadas cuando se retira por lavado el tinte sin reaccionar después del proceso de estampación. Al teñir, la mayor sustantividad puede causar dificultades en la igualación, así como ensuciar el material adyacente durante el lavado.
- 5.
- 10.
- 15.

- Se ha descubierto ahora que en tales colorantes el empleo como sustituyente en el núcleo s-triazínico de una o-alquilanilina sulfonada suministra unos colorantes de sustantividad más baja que los tintes comparables que tienen un sustituyente sulfoanilina en el núcleo triazínico.
- 20.

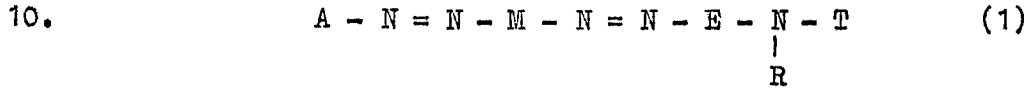
- Los colorantes de la presente invención son colorantes azóicos solubles en agua que tienen una pluralidad de radicales azóicos y, como mínimo, un radical 2-cloro-s-triazin-4-ilamino en el que la posición 6 del núcleo triazínico está sustituido por un radical sulfo-2-alquilanilina en el cual el átomo de nitrógeno puede llevar un radical alquilo.
- 25.
- 30.



6 NOV. 1957

Como ejemplos de los representantes de 2-sulfo-2-alkuilanilina se pueden mencionar la 5-sulfo-2-metil-anilina, la 3-acetil-amino-5-sulfo-2-metil-anilina, la 2-metil-5-sulfo-N-etil-anilina y la 2-metil-4,5-disulfo-anilina.

Una clase preferente de los nuevos colorantes azóicos son los colorantes y los complejos de metal, especialmente los complejos de cobre, de los colorantes representados por la fórmula:



en la que A significa el radical de un componente diazóico, por ejemplo, de la serie bencénica o naftalénica, preferentemente un radical sulfo- o disulfofenilo o un radical di- o tri-sulfonaftilo, M es un radical 1,4-arileno, por ejemplo, el radical de una amina aromática primaria de enlace para de la serie bencénica o naftalénica, E es el radical de un componente de copulación, por ejemplo, de la serie pirazolónica, pero más especialmente de la serie naftolónica, R es un átomo de hidrógeno o un radical alquilo con 1 hasta 4 átomos de carbono y T es un radical 2-cloro-s-triazin-4-ilo en el que la posición 6 del núcleo triazínico está sustituido por un radical sulfo-2-alkuilanilina en el cual el átomo de nitrógeno puede llevar un radical alquilo.

25. Cuando E en la fórmula (1) representa un residuo pirazolónico, el radical azóico está enlazado a la posición 4 del anillo pirazólico y el grupo -N.R.T. está enlazado preferentemente a un sustituyente



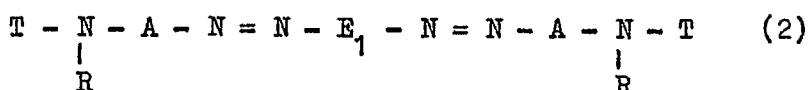
10 NOV. 1967

cíclico aromático en la posición 1 del anillo pirazólico, por ejemplo, un radical bencénico, naftalénico o estilbénico.

5. Cuando E en la fórmula (1) representa un resto naftólico, el radical azóico está enlazado, en posición orto al radical hidroxilo y el grupo -N.R.T. se puede enlazar, por ejemplo, o bien directamente al núcleo naftalénico o a un núcleo bencénico formando parte de un sustituyente de anilina o benzoilamina en el núcleo naftalénico.
- 10.

- De especial interés en esta clase son los complejos de cobre de los colorantes, en los cuales A significa un radical mono- o disulfofenilo, E es un radical 3,5-disulfo-1-hidroxi-2,6-naftileno y M es un radical fenileno que lleva un radical hidroxilo en posición orto con relación al radical azóico que enlaza M con E y que puede llevar ulteriores sustituyentes.
- 15.

- Una segunda clase preferente de los nuevos colorantes son aquellos representados por la fórmula:
- 20.



- en la que A, R y T tienen los significados indicados anteriormente y E₁ significa el radical de dinaftol o aminonaftol capaz de copular dos veces con los componentes diazóicos, por ejemplo, un radical 1,5-dihidroxi-2,6-naftileno o un radical 1-amino-8-hidroxi-2,7-naftileno.
- 25.

- De interés particular en esta clase son los colorantes en los cuales A significa un radical feni-
- 30.



4-sulfo-2-etilaminotolueno, el ácido 2-aminotolueno-4,5-disulfónico, el ácido 2-amino-6-acetilaminotolueno-4-sulfónico, el ácido 2:6-dimetilanilina-3:5-disulfónico y el ácido 2:4:6-trimetilanilina-3:5-disulfónico.

5. Los nuevos colorantes azóicos son valiosos para colorear materiales textiles de celulosa, por ejemplo, los materiales textiles que comprenden algodón natural o regenerado. Para colorear tales materiales textiles los nuevos colorantes azóicos se aplican preferentemente mediante un proceso de teñido o estampación sobre el material textil celulósico en conjunción con un tratamiento con un agente aceptor de ácido, por ejemplo, hidróxido sódico, carbonato sódico o bicarbonato sódico, que se puede aplicar al material textil celulósico antes, durante o después de la aplicación del agente durante la etapa de calentamiento.
10. Cuando se aplican así sobre los materiales textiles celulósicos los nuevos colorantes azóicos reaccionan con la celulosa y se pueden vigorizar para dar fuertes tonalidades que tienen muy buena solidez a la luz y a los tratamientos húmedos, especialmente al lavado fuerte.

20. La invención se ilustra, pero no se limita mediante los ejemplos siguientes, en los cuales las partes y porcentajes son en peso.
- 25.

EJEMPLO 1 -

- Acido 3-nitroanilina-4-sulfónico diazotado se copula bajo condiciones ácidas con ácido 1-amino-8-naftol-3:6-disulfónico, el compuesto monoazóico así obtenido se copula bajo condiciones alcalinas con
- 30.

una proporción equimolecular de ácido 3-nitroanilina-6-sulfónico diazotado. El compuesto dinitro disazóico resultante se reduce al compuesto triamino disazóico calentando a 40°C durante 1-2 horas con una solución acuosa de sulfuro sódico.

5.

Una solución neutra de 20,9 partes de 2-aminotolueno-4-sulfonato sódico en 250 partes de agua se añade a una solución agitada de 18,5 partes de cloruro cianúrico en 120 partes de acetona, 100 partes de agua y 100 partes de hielo. La mezcla se agita durante una hora entre 0° y 5°, manteniéndose el pH de la solución entre 6 y 7 mediante la adición de una solución acuosa al 10% de carbonato sódico.

10.

Cuando la reacción ha terminado se agrega una solución neutra de 40,25 partes de 1-amino-2:7-bis(3'-amino-6'-sulfo-fenilazo)-8-naftol-3:6-disulfonato tetrasódico en 800 partes de agua, previamente preparado, y la mezcla se agita entre 40° y 45°C, manteniéndose el pH en 7 mediante la adición de una solución acuosa al 10% de carbonato sódico hasta que la reacción haya terminado. El colorante precipitado por la adición de cloruro sódico se filtra y se seca.

15.

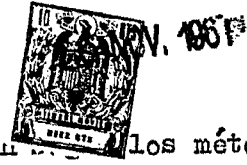
20.

El compuesto triamino disazóico, el ácido 1-amino-2:7-bis(3'-amino-6'-sulfofenilazo)-8-naftol-3:6-disulfónico se puede obtener en menor rendimiento empleando el ácido 3-aminoacetanilida-4-sulfónico como componente diazóico, con ulterior hidrólisis del compuesto bis-acetilamino disazóico.

25.

30.

La tabla siguiente de las tonalidades de ulteriores ejemplos de los nuevos colorantes de la



presente invención que se obtienen Los métodos
generales del ejemplo 1 mediante condensación de la
sal sódica del compuesto amino- o diaminoazóico men-
cionado en la columna 2 con una proporción equivalen-
te del compuesto heterocíclico mencionado en la co-
lumna 3.

5.

Ejem- plo.	Compuesto mono- o poliaminoazóico	Compuesto heterocíclico	Tonalidad
2	Acido 1-amino-2:7- bis-(4'-amino-6'- sulfofenilazo)-8- naftol-3:6-disul- fónico	2:4-dicloro-6- (2'-metil-5'- sulfoanilino)- s-triazina	Verde oscuro
3	Acido 1-amino-2:7- bis-(3'-aminofeni- lazo)-8-naftol-3:6- disulfónico	idem.	Azul verdoso
4	Acido 2-N-metilami- no-6-4'-(2":5"-di- sulfofenilazo)-2'- hidroxi-5'-metilfe- nilazo/5-naftol- -7-sulfónico (Complejo de cobre)	2:4-dibromo-6- (2'-metil-5'- sulfoanilino)- s-triazina	Azul
5	Acido 2-amino-6-4'- (2"-metil-5"-sulfo- fenilazo)-2'-hidro- xi-5'-metilfenilazo/ -5-naftol-1:7-disul- fónico (Complejo de cobre)	2:4-dicloro-6- (2'-metil-5'- sulfo-N-etil- anilino)-s- triazina	Azul
6	1:3-dihidroxi-2-(2'- sulfo-4'-aminofenil- azo)-4-(2"-hidroxi- 5"-sulfofenil-azo) benceno	2:4-dicloro-6- (2'-metil-5'- sulfoanilino)- s-triazina	Marrón
7	1:3-dihidroxi-2-(4"- amino-2':2"-disulfo- etilben-4'-ilazo)- -4-(2"-hidroxi-5"- sulfofenilazo)ben- ceno	2:4-dicloro-6- (2'-metil-4'- sulfoanilino)- s-triazina	Marrón



Ejem- plo.	Compuesto mono- o poliaminoazoico	Compuesto heterociclico	Tonalidad
8	Acido 1-amino-7- $\sqrt{4}$ - (4":8"-disulfonaft-2"- ilazo)-2'-hidroxi-5'- metoxifenilazo $\sqrt{7}$ -8-naft- tol-3:6-disulfónico (Complejo de cobre)	2:4-dicloro-6- (2':6'-dimetil- 3':5'-disulfo- anilino)-s-tri- azina	Azul
9	Acido 1-amino-7- $\sqrt{4}$ - (6":8"-disulfonaft- 2'-ilazo)-2-carboxi- fenilazo $\sqrt{7}$ -8-naftol- -3:6-disulfónico (Complejo de cobre)	2:4-dicloro-6- (2':4'6'-tri- metil-3':5'- disulfoanilino) -s-triazina	Violeta
10	Acido 1-amino-2:7-bis- (6'-amino-4':8'-disul- fonaft-2'-ilazo)-8- naftol-3:6-disulfónico	2:4-dicloro-6- (2'-metil-5'- sulfoanilino)- -s-triazina	Verde oscuro
11	Acido 1-amino-2-(6'- amino-4':8'-disulfo- naft-2'-ilazo)-7-(2'- sulfofenilazo)-8-naft- tol-3:6-disulfónico	idem.	Azul verdoso
12	1-(2'-metil-3'-amino- 5'-sulfofenil)-3-car- boxi-4- $\sqrt{4}$ "-(2"-sulfo- fenilazo)-2"-metoxi- 5"-metilfenilazo $\sqrt{7}$ -5- pirazolona	2:4-dicloro-6- (2'-metil-5'- sulfoanilino)- -s-triazina	Rojo
13	Acido 1-amino-7- $\sqrt{4}$ - (3":6":8"-trisulfo- naft-2"-ilazo)-2'- hidroxi-5'-metilfeni- lazo $\sqrt{7}$ -8-naftol-3:6- disulfónico (Complejo de cobre)	idem.	Azul
14	Acido 6-amino-2- $\sqrt{4}$ - (4"-N-metil-aminofe- nilazo)-2':5'-dimetil- fenilazo $\sqrt{7}$ -naftalen- -4:8-disulfónico	idem.	Amarillo rojizo
15	Acido 6-amino-2- $\sqrt{4}$ - (4"-metilaminofenil- azo)-3'metoxi-6'- metilfenilazo $\sqrt{7}$ -naf- talen-4:8-disulfónico	2:4-dicloro-6- (2':6'-dimetil- 3':5'-disulfo- anilino)-s-tri- azina.	Amarillo rojizo



Ejem- plo.	Compuesto mono- o poliaminoazoico	Compuesto heterocíclico	Tonalidad
16	Acido 6-amino-2-(4'- (4''-N-metilaminofe- nilazo)-6'-sulfonaft- 1'-ilazo)-7-naftalen- -4:8-disulfónico	2:4-dicloro-6- (2':6'-dimetil- 3':5'-disulfo- anilino)-s-tri- azina	Amarillo rojizo
17	Acido 2-amino-6-(2'- hidroxi-3'-sulfo-5'- nitrofenilazo)-5-naf- tol-7-sulfónico (Complejo de cobalto 1:2)	2:4-dicloro-6- (2':4':6'-tri- metil-3':5'- disulfoanilino) -s-triazina	Marrón
18	Acido 1-amino-2:7- bis-(3'-aminofenil- azo)-8-naftol-3:6- disulfónico	2:4-dicloro-6- (2'metil-4':5'- disulfoanilino)- -s-triazina	Azul verdoso
19	Acido 1-amino-2:7-bis- (4'-aminofenilazo)-8- naftol-3:6-disulfónico	2:4-dicloro-6- (2':6'-dimetil- 3':5'-disulfo- anilino)-s-tri- azina	Verde oscuro
20	Acido 1-amino-2-(3'- amino-6'-sulfofenil- azo)-7-(3''-amino- fenilazo)-8-naftol-3:6- disulfónico	2:4-dicloro-6- (2'-metil-5'- sulfoanilino)- -s-triazina	Azul verdoso
21	Acido 1-amino-2:7-bis- (4'-amino-6'-sulfofe- nilazo)-8-naftol-4- sulfónico	2:4-dicloro-6- (2'-metil-4': 5'-disulfoani- lino)-s-triazina	Verde oscuro
22	Acido 1-amino-2-(4'- amino-6'-sulfofenil- azo)-7-(4''-N-metil- aminofenilazo)-8-naf	2:4-dicloro-6- (2'-metil-5'- sulfoanilino)- -s-triazina	Verde oscuro
23	Acido 1-amino-2:7-bis (3'-amino-6'-sulfofe- nilazo)-8-naftol-4:6- disulfónico	idem.	Azul verdoso
24	Acido 1:6-bis(4'-N- metilaminofenilazo)- 2-amino-5-naftol-7- sulfónico	2:4-dicloro-6- (2'-metil-4':5'- disulfoanilino) -s-triazina	Rojo oscuro



- NOTA -

- 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. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Inglaterra, con fecha 1 de agosto de 1966, bajo el número 34390/66, que fue completada el 24 de julio de 1967, acogiéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COLORANTES AZOICOS"; caracterizándose por lo siguiente:
- 1^a.- Procedimiento para la obtención de colorantes azóicos, caracterizado porque un cloruro cianúrico se condensa con un mol de una o-alquilanilina que contiene como mínimo un radical ácido sulfónico y que puede llevar un radical alquilo en el átomo de nitrógeno y el compuesto dicloro-s-triazínico resultante se hace reaccionar con un compuesto soluble en agua que contenga una pluralidad de radicales azóicos y como mínimo un radical amino acilable, formando así un colorante azóico soluble en agua que tiene una pluralidad de radicales azóicos y como mínimo un radical 2-cloro-s-triazin-4-ilamino en el que la posición 6 del núcleo triazínico está sustituida por un radical sulfo-2-alquil-anilina en el cual el átomo de nitrógeno



puede llevar un radical alquilo.

2ª.- Procedimiento para la obtención de colorantes azóicos; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

5. Esta Memoria consta de doce hojas escritas a máquina por una sola cara.

16 NOV. 1961

Madrid,

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED,

J. GOMEZ ARCEO Y MODELA
Ingenieros Químicos