

335



1969

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE C-09 D-06
SUBCLASE B P

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un ^a

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: SUMITOMO CHEMICAL CO., LTD.

RESIDENCIA: No. 15, 5-chome, Kitahama, Higashi-ku,
Osaka-shi, OSAKA-FU, Japón

ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION
DE UN COLORANTE".

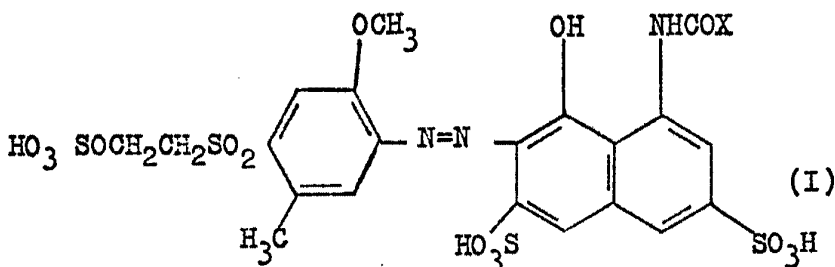
Prioridad: Patente japonesas n. 13513/1968 del 1-3-1968
15091/1968 7-3-1968



1
5
10
15
20
25
30

Este invento se refiere a colorantes rojo-azulados reactivos. También se refiere a un procedimiento para la preparación de dichos colorantes rojo-azulados reactivos. Se refiere además a un método de teñido de materiales fibrosos con colorantes rojo-azulados reactivos.

En el curso de un estudio sobre la relación entre la estructura química y las propiedades colorantes, se ha encontrado que los compuestos de fórmula:



donde X es metilo o clorometilo, en forma de ácido libre, pueden ser empleados para teñir de rojo azulado los materiales fibrosos, con una solidez excelente. El presente invento está basado en este hallazgo.

El compuesto (I) puede ser preparado por diazotación de 2-metoxi-4-(β-hidroxi-etilsulfonil)-5-metil-anilina, acoplamiento del diazo-derivado resultante con ácido 1-acetilamino o cloroacetilamino-8-naftol-3,6-disulfónico y conversión del grupo β-hidroxi-etilsulfonilo del producto resultante en un éster de ácido sulfúrico por la acción del ácido sulfúrico o del ácido clorosulfónico. El compuesto (I) también puede ser preparado por diazotación de 2-metoxi-4-(β-sulfato-etilsulfonil)-5-metil-anilina y acoplamiento del diazo-derivado resultante con ácido 1-acetilamino o cloroacetilamino-8-naftol-3,6-disulfónico.

En el último caso, la diazotación puede ser reali



FEB. 1969

1 zada tratando un éster de ácido sulfúrico con nitrito sódico en un proceso convencional, preparándose el éster de ácido sulfúrico por esterificación de 2-metoxi-4-(β -hidroxietil-sulfonil)-5-metilanilina con ácido sulfúrico o esterificación
5 ción del N-acil-derivado de dicha anilina con ácido sulfúrico, con hidrólisis simultánea o posterior del grupo acilo. Alternativamente, la diazotación puede realizarse por reacción de dicha anilina con ácido nitrosilsulfúrico de forma que las reacciones de esterificación sulfúrica y diazotación
10 transcurren simultáneamente.

El material fibroso adecuado para el teñido en el presente invento puede ser algodón, cáñamo, rayón viscosa, fibra cortada de viscosa, fibra de alcohol polivinílico, lana, fibra de poliamida, etc.

15 El teñido con el colorante de este invento, es decir el compuesto (I), puede ser efectuado en la forma habitual tal como inmersión, estampado, foulardeado, o similares.

20 En el caso de las fibras de celulosa, la inmersión se realiza generalmente en un baño que contiene sulfato sódico o cloruro sódico así como un agente que se combine con los ácidos, tal como fosfato trisódico, hidróxido sódico o carbonato sódico, a una temperatura relativamente baja.

25 El paso por foulard se realiza generalmente aplicando una solución acuosa del colorante a los materiales fibrosos, con vaporizado o calefacción en seco simultáneos o posteriores, en presencia de un agente que se combine con los ácidos tal como bicarbonato sódico, carbonato sódico, hidróxido sódico o fosfato trisódico, a una temperatura relativamente elevada, por ejemplo de 70 a 180°C. Alternativa-
30



1 mente, los materiales fibrosos a los que previamente sólo se
ha aplicado el colorante, pueden ser sometidos a foulardeado
en un baño conteniendo un agente que se combine con los áci-
dos como se ha mencionado más arriba, a una temperatura re-
5 lativamente alta, por ejemplo de 80° a 100°C. Así, la apli-
cación de un agente que se combine con los ácidos a los mate-
riales fibrosos puede realizarse antes, simultáneamente o
después de la aplicación del colorante.

10 El estampado se realiza, por ejemplo, aplicando
una pasta que contiene el colorante y el agente que se com-
bina con los ácidos como se ha dicho antes a los materiales
fibrosos y vaporizando o calentando en seco los materiales
fibrosos a 70-180°C. También puede realizarse aplicando una
15 pasta que contenga solamente el colorante a los materiales
fibrosos y calentando estos últimos en un baño que contenga
el agente que se combina con los ácidos, como se ha indicado
anteriormente. También puede realizarse aplicando a los ma-
teriales fibrosos una pasta que contenga solamente el colo-
rante, estampando una pasta que contenga solamente el agente
20 que se combina con los ácidos en los materiales fibrosos y
después vaporizando o calentando en seco los materiales fi-
brosos resultantes. A este respecto, puede utilizarse una
resistencia empleando un ácido adecuado o una descarga em-
pleando un agente reductor apropiado.

25 En el caso de las fibras de poliamida, la inmer-
sión se lleva a cabo en un baño neutro o ácido utilizando un
agente superficialmente activo catiónico adecuado, de acuer-
do con el procedimiento convencional. Se prefiere continuar
el teñido después de la neutralización del baño con un álca-
30 li suave tal como amoniaco o hexametilentetramina.



1969

1 El colorante de este invento es nuevo y muy soluble en agua. Los materiales fibrosos teñidos con el colorante del invento presentan un color rojo-azulado claro con excelente solidez frente a la luz y al lavado.

5 Las realizaciones prácticas y actualmente preferidas del presente invento son mostradas ilustrativamente en los siguientes ejemplos.

En estos ejemplos, las partes se dan en peso y las abreviaturas tienen un significado convencional.

10 EJEMPLO 1

Se disuelven 24,5 partes de 2-metoxi-4-(β -hidroxietilsulfonil)-5-metilanilina en 114 partes de ácido sulfúrico al 98 % a 15-20°C. Al cabo de 1 hora, la solución resultante se vierte sobre 342 partes de agua de hielo. El éster sulfúrico precipitado se recoge por filtración y se agrega sobre 120 partes de agua de hielo. Después de añadir 15 10 partes de ácido clorhídrico, se añade gota a gota una solución acuosa de 6,4 partes de nitrito sódico, mientras se enfría de forma que se produzca la diazotación.

20 A la solución de diazo-derivado resultante se añade otra solución de 37,3 partes de ácido 1-acetilamino-8-naftol-3,6-disulfónico y 5,3 partes de carbonato sódico en 300 partes de agua y a la mezcla se añade acetato sódico cristalino para su neutralización. La mezcla de reacción se hace precipitar con cloruro sódico y después se filtra. El 25 material recogido se seca a presión reducida para dar 55 partes de un polvo de color rojo oscuro.

30 El tejido de algodón se tife de color rojo-azulado con el polvo obtenido anteriormente empleando carbonato sódico para combinar el ácido, en un procedimiento conven-



1 cionalmente adoptado para el teñido con un colorante reac-
tivo. El teñido presenta gran solidez a la luz, al lavado
y al cloro como se indica a continuación:

	<u>Solidez a</u>	<u>Grado</u>
5	la luz	5
	el lavado	5
	cloro	5

10 Nota: La solidez a la luz se calcula por el mé-
todo JIS L 1044, Fado-0-Meter, 40 horas (el grado máximo
es 8). La solidez al lavado se calcula por el método JIS L
1045, MC-3 (el grado máximo es 5). La solidez frente al
cloro se calcula de acuerdo con la Recomendación ISO, clo-
ro libre 20 mg/litro (el grado máximo es 5).

EJEMPLO 2

15 A una solución de 24,5 partes de 2-metoxi-4-(β -
hidroxietilsulfonil)-5-metilnilina en una mezcla de 200
partes de agua de hielo y 10 partes de ácido clorhídrico,
se añade una solución acuosa de 6,9 partes de nitrito só-
dico de forma que se produce la diazotación.

20 A la solución de diazo-derivado resultante se
agrega una solución acuosa neutra de 31,9 partes de ácido
1-acetilamino-8-naftol-3,6-disulfónico y la mezcla resul-
tante se neutraliza con carbonato sódico. La mezcla de reac-
ción se hace precipitar con cloruro sódico y después se
25 filtra. El material recogido (20 partes) se disuelve en
60 partes de ácido sulfúrico al 98 % a una temperatura in-
ferior a 20°C y, al cabo de 2 horas, se vierte sobre 200
partes de agua de hielo. La mezcla resultante se neutrali-
za con carbonato sódico a una temperatura inferior a 20°C

30



1969

1 hasta un pH de 5-6. El sulfato sódico precipitado se sepa-
ra por filtración. El filtrado se hace precipitar con clo-
ruro potásico y después se vuelve a filtrar. El material
recogido se seca a presión reducida para dar 200 partes de
5 un polvo de color rojo oscuro.

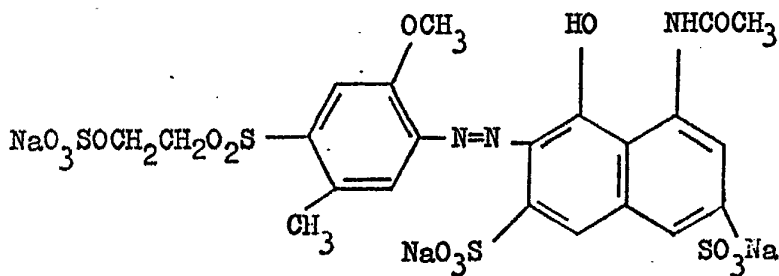
El polvo es un colorante igual al obtenido en
el Ejemplo 1.

EJEMPLO 3

10 Se sigue el procedimiento de preparación de los
Ejemplos 1 ó 2 utilizando ácido 1-cloroacetilamino-8-naftol-
3,6-disulfónico como componente de acoplamiento para dar
un colorante rojo-azulado con un excelente rendimiento.

EJEMPLO 4

15 A una solución de 0,3 partes de un colorante de
fórmula:



20

en 200 partes de agua, se añaden 10 partes de sulfato só-
dico anhidro. Se sumergen 10 partes de paño de algodón en
la solución anterior y la temperatura se eleva a 60°C. Des-
25 pués de haber añadido 2 partes de fosfato trisódico, se
realiza el teñido a la citada temperatura durante 1 hora.

A continuación se somete el paño a un lavado con agua y ja-
bón con lo que se obtiene un material teñido de color rojo-
azulado claro, con buena solidez frente a la luz y al lava-
30 do.

30

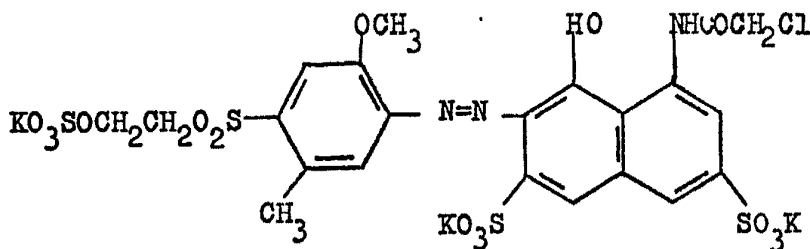


1

EJEMPLO 5

En 100 partes de agua, a una temperatura inferior a 20°C, se disuelven 2 partes de un colorante de fórmula:

5



10

10 partes de urea y 2 partes de bicarbonato sódico. Se somete un paño de algodón a foulardeado con la solución anterior, se seca previamente y se vaporiza. A continuación el paño se lava con agua y se deja en jabón con lo que se obtiene un material teñido de un color rojo-azulado, con buena solidez frente a la luz y al lavado.

15

EJEMPLO 6

A una solución de 0,5 partes del colorante utilizado en el Ejemplo 5 y 5 partes de urea en 30 partes de agua caliente, se añaden 45 partes de alginato sódico y se lleva el total a 100 partes con agua o alginato sódico. Se estampa un paño de algodón con la solución anterior, se seca previamente y se sumerge en 100 partes de una solución acuosa constituida por 10 partes de cloruro sódico, 15 partes de carbonato sódico, 5 partes de carbonato potásico, 5 partes de solución de hidróxido sódico de 40° Beaumé y una parte de silicato sódico, a 95°C, durante 10 segundos. El paño es después sometido al lavado con agua y jabonado con lo que se obtiene un material teñido en color rojo-azulado, con buena solidez frente a la luz y al lavado.

20

25

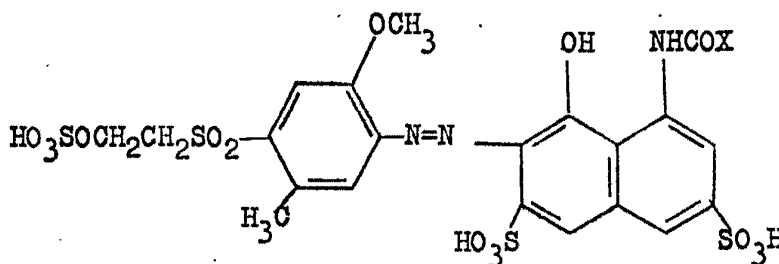
30



1969

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la preparación de un colorante de fórmula:



donde X es metilo o clorometilo, en forma de ácido libre, que consiste en diazotar 2-metoxi-4-(β-hidroxi-etilsulfonil o β-sulfato-etilsulfonil)-5-metil-anilina, acoplar el diazoderivado resultante con ácido 1-acetil-amino o cloroacetil-amino-8-naftol-3,6-disulfónico y, en el caso de que se utilice como componente diazotado la 2-metoxi-4-(β-hidroxi-etilsulfonil)-5-metil-anilina, tratar el producto resultante con ácido sulfúrico o ácido clorosulfónico para convertir el grupo β-hidroxi-etilsulfonilo en un grupo β-sulfato-etilsulfonilo.

2. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN COLORANTE".

-
-
-
-
-



1969

1.

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva, que consta de once páginas mecanografiadas.

5

Madrid, 21 de febrero de 1969

BERNARDO UNGRIA

P.P.

10

15

20

25

30