

809^c
SUBLETA _____ b _____



PATENTE DE INVENCION

Ref: ICI Case D.21652/I - SPAIN.

Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para la preparación de colorantes reactivos.

378464

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

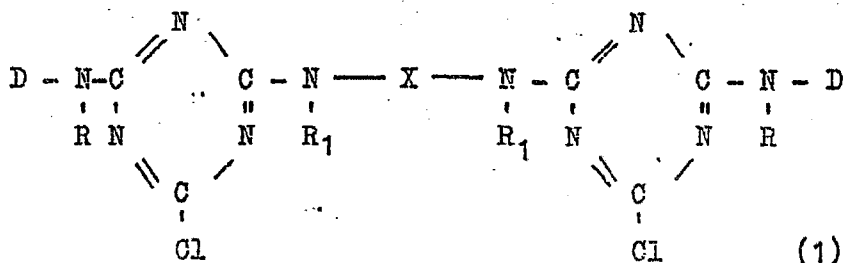
=====

El presente invento se refiere a un procedimiento para preparar nuevos colorantes reactivos esencialmente valiosos para colorear materiales textiles celulósicos:

5. De acuerdo con el invento se proveen coloran-



tes representados por la fórmula general:



5. en la cual D representa un radical de la serie naftila-
zo (aminonaftol) que contiene por lo menos tres grupos
SO₃H, representando R y R₁ tanto H como radicales alifá-
ticos saturados o conteniendo hasta 4 átomos de carbono,
X representa un nucleo benceno, difenileno o naftaleno
que puede contener sustituyentes, o al menos un radical
alifático que contiene por lo menos dos átomos de carbo-
no, y $\begin{array}{c} \text{N} - \text{X} - \text{N} \\ | \quad | \\ \text{R}_1 \quad \text{R}_1 \end{array}$ representa 1,4-piperazinileno
- 10.

15. Como ejemplos de radicales alifáticos representa-
dos por R y R₁, pueden mencionarse a los grupos alquilo
de 1 a 4 átomos de carbono, tales como los grupos metilo,
etilo, y butilo así como grupos hidroxialquilo tales co-
mo β-hidroxietilo.

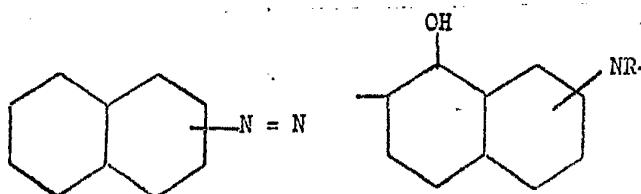
20. Como ejemplos de los sustituyentes que pueden en-
contrarse presentes en los núcleos benceno y naftaleno y
representados por X, puede mencionarse al metilo, cloro,
metoxi, ácido carboxílico y ácido sulfónico. Como ejem-
plos de los radicales alifáticos representados por X pue-
den mencionarse al etileno, 1:2-propileno, 1:3-propileno,
1:4-butileno, etilaminoetileno y hexametileno.

Una clase preferida de colorantes es aquella en la

378464



cual el grupo X es fenileno y D-NR es el radical de un compuesto azonaftaleno que tiene cuatro grupos de ácido sulfónico, mas especialmente un radical de la fórmula:



5. en la cual cada grupo naftaleno contiene dos grupos de ácido sulfónico, principalmente cuando el grupo NR se encuentra en la posición 8 del nucleo tenaftaleno y el otro nucleo naftaleno es un radical 1-sulfo-naft-2-ilo que tiene un segundo grupo de ácido sulfónico en una de las posiciones 5 a 8.
10. Estos colorantes se distinguen por su valor cuando se emplean en estampados textiles y en métodos de tñido por agotamiento, en los cuales presentan un grado de fijación sobre una amplia gama de relaciones entre licor y mercadería que no poseen los colorantes reactivos comercialmente asequibles. Al mismo tiempo, los nuevos colorantes proporcionan tonalidades que tienen muy buena resistencia a la luz, en tanto que aquellos colorantes de estructura similar ya conocidos son comúnmente deficientes a este respecto.
- 15.
20. El invento proporciona un procedimiento para la fabricación de colorantes de la fórmula (1) en la cual D, R, R₁ y X tienen los significados mencionados, que comprende condensar cloruro cianúrico con una proporción equimolecular de un aminonaftol, y con media proporción molecular de una diamina de la fórmula R₁NH-X-NHR₁ (4),
- 25.

378464²



y copular el producto resultante con dos moles de una amina diazotada de la serie naftalénica.

Este procedimiento puede ser convenientemente realizado en medio acuoso; llevándose preferentemente

5. a cabo la condensación del aminonaftol y el cloruro cianúrico a una temperatura comprendida entre 0 y 5°C y a un pH entre 3 y 6, dependiendo del aminonaftol particular empleado, a fin de impedir la interacción entre el cloruro cianúrico y el grupo hidroxilo del aminonaftol.

10. La reacción de la diamina con el compuesto de dicloro-s-triazina se lleva preferentemente a cabo a una temperatura comprendida entre 30°C y 50°C y a un pH entre 4 y 7, agregando un agente de condensación ácido para neutralizar el ácido clorhídrico a medida que se libera durante la reacción.

15. Si se desea, la reacción del cloruro cianúrico con la diamina puede ser realizada priméramente, de preferencia entre 0°C y 5°C y a un pH entre 5 y 7, y la reacción subsiguiente con el aminonaftol se lleva entonces a cabo preferentemente a 30 hasta 50°C y un pH comprendido entre 3 y 6.

20. La subsiguiente etapa de copulación se lleva a cabo preferentemente a una temperatura comprendida entre 0°C y 5°C y a un pH tan bajo como sea posible para lograr una copulación eficiente a fin de reducir al mínimo la hidrólisis de los átomos de cloro en el anillo de triazina.

25. Como ejemplos de compuestos diamino de la fórmula (4) que pueden ser empleados cabe mencionar: 1:3-diaminobenceno; 1:4-diaminobenceno; ácido 1:4-diaminobenceno-2-sulfónico; ácido 1:3-diaminobenceno-4-sulfónico; ácido

30.

POOR
QUALITY

378464



- 1:4-diaminobenceno-2-carboxílico; ácido 2:6-diaminotolueno-4-sulfónico; ácido 2:4-diaminotolueno-6-sulfónico; 2-metil-1:4-diaminobenceno; 6-metil-1:3-diaminobenceno; ácido 6-metil-1:3-diaminobenceno-4-sulfónico; ácido 1-metilamino-4-aminobenceno-2-sulfónico; ácido 1-n-butylamino-4-aminobenceno-2-sulfónico; ácido 4:4'-diamino-1:1'-difenil-2:2'-disulfónico; ácido 4:4'-diamino-3:3'-dimetil-1:1'-difenil-2:2'-disulfónico; ácido 4:4'-diamino-1:1'-difenil-3-sulfónico; ácido 1:3-diamino-2:4:6-trimetilbenceno-5-sulfónico; 2:6-diamino-tolueno-4-sulfonamida; ácido 4:4'-diamino-1:1'-difenil-3:3'-dicarboxílico; 4:4'-diamino-3:3'-carboximetoxi-1:1'-difenilo; 1:4'-diamino-2:5-dimetoxibenceno; etilendiamina; 1:3-propilendiamina; hexametilendiamina; 1:2-propilendiamina; piperazina; ácido 1:4-diaminobenceno-2:5-disulfónico; 2-cloro-1:5-diaminobenceno y ácido 2,6-diaminonaftaleno-4,8-disulfónico.

Los siguientes ejemplos ilustran este procedimiento:

Ejemplo 1

20. Se agrega una solución de 36,3 partes de la sal disódica del ácido 1-amino-8-naftol-3:6-disulfónico en 500 partes de agua helada durante 15 minutos, a una suspensión helada y agitada de 18,4 partes de cloruro cianúrico en 100 partes de acetona y 200 partes de agua. La
25. mezcla se agita a una temperatura inferior a 5°C durante 1 hora, y luego se agrega una solución de 5,4 partes de m-fenilendiamina en 100 partes de agua y se calienta la mezcla a 30°C durante 4 horas, manteniéndose el pH en aproximadamente 4 mediante la adición de una solución
30. acuosa de carbonato de sodio 2N. Se agrega una suspensión



378464

5. en 250 partes de agua helada de la sal de diazonio preparada de manera convencional a partir de 30,3 partes de ácido 2-naftilamino-1:5-disulfónico a la mezcla anterior, y se ajusta el pH a 6 mediante la adición de solución de carbonato de sodio 2N. La mezcla se agita durante 3 horas mas y luego se trata con 40 partes de cloruro de sodio. El compuesto precipitado se filtra y luego se seca.

10. El colorante así obtenido, cuando es aplicado a materiales textiles celulósicos en presencia de un agente ácido de condensación produce tonalidades rojo azuladas que tienen una excelente resistencia a la luz y a los tratamientos húmedos.

15. La siguiente tabla proporciona ejemplos ulteriores de colorantes del invento que se obtienen condensando sucesivamente cloruro cianúrico con una proporción molecular del ácido amino-naftol-sulfónico indicado en la tercer columna, y con media proporción molecular de la diamina mencionada en la cuarta columna, y acoplado el compuesto así obtenido con una proporción molecular de la sal de diazonio indicada en la segunda columna de la tabla.

20.

- 7 -
378464²



Ejemplo	Amina	Acido aminonaftol sulfónico	Diamina	Tonalidad
2	ácido 2-naftil-amino-4:8-disulfónico	ácido 1-amino-8-naftol-3:6-disulfónico	m-fenilendiamina	rojo azulado
3	ácido 2-naftil-amino-1:5-disulfónico	- id -	ácido 3:5-diaminobenzoico	- id -
4	ácido 2-naftil-amino-1:5-disulfónico	ácido 1-amino-8-naftol-3:6-disulfónico	ácido 2,6-diaminotolueno-4-sulfónico	- id -
5	ácido 2-naftil-amino-1:5-disulfónico	ácido 2-amino-5-naftol-7-sulfónico	ácido 4-amino-N-metil-anilina-2,2-sulfónico	anaranjado rojizo
6	ácido 2-naftil-amino-1:5-disulfónico	ácido 2-amino-5-naftol-7-sulfónico	ácido 3:5-diaminobenzoico	- id -
7	- id -	- id -	ácido 4:4'-diamino-1:1'-difenil-2:2'-disulfónico	- id -
8	- id -	ácido 1-amino-8-naftol-4:6-disulfónico	m-fenilendiamina	rojo azulado

Los nuevos colorantes reactivos son valiosos para teñir materiales textiles celulósicos, por ejemplo, materiales textiles que comprenden algodón natural o regenerado. Para colorear dichos materiales, los nuevos colorantes preferentemente se aplican tanto mediante estampado, pero preferentemente por medio de un procedimiento de teñido, al material textil celulósico en conjunción con un tratamiento con un agente ácido de condensación, tal como soda cáustica, carbonato de sodio, fosfato de sodio, silicato o bicarbonato de sodio, que puede ser aplicado al material textil celulósico antes, durante o después de la aplicación del colorante. Cuando se

378464²¹



bono; y X representa un nucleo elegido entre benceno, difenileno y naftaleno que puede contener sustituyentes, así como también representa un radical alifático que tiene por lo menos 2 átomos de carbono, pudiendo el conjunto

5.
$$\begin{array}{c} \text{--- N --- X --- N ---} \\ | \qquad \qquad | \\ R_1 \qquad \qquad R_1 \end{array}$$
 representar también 1,4-piperazinili

no, caracterizado porque comprende condensar cloruro cianúrico con una proporción equimolecular de un amino naftol, y con media proporción molecular de una diamina de fórmula $R_1NH-X-NHR_1$ (4), y copular el producto resultante

10. con dos moles de una amina diazotada de la serie naftalénica.

2ª.- Procedimiento para la preparación de colorantes reactivos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

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

Madrid 21 MAY. 1970

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

J. GOMEZ ACEBO Y MODET
Firmado: F. Hernández Ruiz