

405939

15



P - 51.625

HOE 71/F227

Memoria descriptiva

F.C. 21-5-75

Int. Cl.: C09B

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de FARBWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT  
VORMALS MEISTER LUCIUS & BRUNING

entidad alemana

con domicilio en Frankfurt/Main, República Federal  
Alemana.

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES  
MONOAZOICOS SOLUBLES EN AGUA"  
(Clase Internacional C09b)

- 1 -

1.8.72

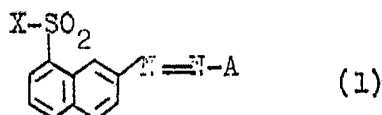
405939

18



El presente invento concierne a nuevos colorantes monoazoicos solubles en agua, que corresponden a la fórmula general (1)

5



en que X significa la agrupación  $-\text{CH}=\text{CH}_2$  o  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{Z}$ , en donde Z representa un grupo hidroxilo o un radical orgánico o inorgánico susceptible de ser separado en medio alcalino, y en que A significa el radical de un componente de copulación de la serie de benceno, naftaleno, arilamidas de ácido acetoacético o pirazol, que contiene al menos un grupo acuosolubilizante, tal como por ejemplo un grupo sulf- o carboxilo, y también se refiere a procedimientos para su preparación.

En calidad de radicales Z orgánicos o inorgánicos susceptibles de ser separados en medio alcalino se pueden citar a modo de ejemplo los siguientes:

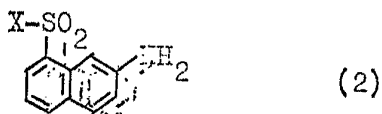
20 Un átomo de halógeno, preferiblemente un átomo de cloro o de bromo, un grupo alcohilsulfoniloxi inferior o un grupo alcohilsulfonilamino inferior, un grupo arilsulfoniloxi, tal como por ejemplo el grupo para-toluensulfoniloxi, un grupo arilsulfonilamino, un grupo aciloxi inferior, tal como por ejemplo el grupo acetoxi, además un gru

25



po fenoxi, un grupo dimetilamino o dietilamino, un grupo trialcóhilamonio, además el grupo tiosulfato  $-\text{SSO}_3\text{H}$ , el grupo fosfato  $-\text{OPO}_3\text{H}_2$  y especialmente el grupo sulfato  $-\text{OSO}_3\text{H}$ .

Los nuevos colorantes monoazoicos de la fórmula general (1) precedentemente citada pueden prepararse diazotando beta-naftilaminas de la fórmula general (2)



10

en que X posee los significados más arriba citados, de acuerdo con métodos usuales, por ejemplo con nitrito de sodio y ácido mineral, copulando con componentes de copulación de la fórmula general (3)



en que A tiene los significados más arriba citados, en medio acuoso, y transformando eventualmente los colorantes obtenidos de la fórmula (1), en los cuales X representa la agrupación  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OH}$ , a continuación, de acuerdo con métodos de por sí conocidos, en los colorantes de la fórmula (1), en los que X representa la agrupación  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{Z}$  ó  $-\text{CH}=\text{CH}_2$ , en donde Z posee los significados arriba citados.

405939



En calidad de componentes de copulación de la fórmula (3) entran en consideración compuestos de la serie de hidroxibenceno, hidroxinaftaleno, aminobenceno, aminonaftaleno, 5-pirazolona, 5-aminopirazol o arilamidas de ácido acetoacético, que contienen al menos un grupo acuosolubilizante, tal como por ejemplo un grupo sulfó o un grupo carboxilo. Del gran número de tales componentes de copulación se pueden citar a modo de ejemplo los siguientes:

5  
10  
15  
20  
25

- ácido 1-hidroxinaftalén-3,4-ó -5-sulfónico,
- ácido 1-hidroxinaftalén-3,6-, -3,7- o -3,8-disulfónico,
- ácido 1-hidroxinaftalén-4,6-, -4,7- o -4,8-disulfónico,
- ácido 2-hidroxinaftalén-5-, -6-, -7- o -8-sulfónico,
- ácido 2-hidroxinaftalén-3,6-, -5,7- o -6,8-disulfónico,
- ácido 1,8-dihidroxinaftalén-3,6-disulfónico,
- ácido 1-acetilamino-8-hidroxinaftalén-3,6-disulfónico,
- ácido 1-benzoilamino-8-hidroxinaftalén-3,6-disulfónico,
- ácido 1-acriloilamino-8-hidroxinaftalén-4,6-disulfónico,
- ácido 1-acetilamino-8-hidroxinaftalén-4,6-disulfónico,
- ácido 1-benzoilamino-8-hidroxinaftalén-4,6-disulfónico,
- ácido 2-acetilamino-5-hidroxinaftalén-7-sulfónico,
- ácido 2-acetilamino-5-hidroxinaftalén-1,7-disulfónico,
- ácido 2-acetilamino-8-hidroxinaftalén-6-sulfónico,
- ácido 2-acetilamino-8-hidroxinaftalén-3,6-disulfónico,
- ácido 1-benzoilamino-8-hidroxinaftalén-4-sulfónico,
- ácido 1-acetilamino-5-hidroxinaftalén-7-sulfónico,

405939



- ácido 2-(3'-sulfofenilamino)-8-hidroxinaftalén-6-sulfónico,  
ácido 2-amino-8-hidroxinaftalén-6-sulfónico,  
ácido 2-amino-8-hidroxinaftalén-3,6-disulfónico,  
ácido 1-amino-8-hidroxinaftalén-2,4-disulfónico,  
5 ácido 2-aminonaftalén-3,6- o -5,7-disulfónico,  
1-(4'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona,  
1-(3'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona,  
1-(2',5'-disulfofenil)-3-metil-5-pirazolona,  
1-(2'-metil-4'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona,  
10 1-(2'-cloro-4'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona,  
1-(2'-cloro-5'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona,  
1-(2',5'-dicloro-4'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona,  
1-(6'-sulfoaftil-2')-3-metil-5-pirazolona,  
1-(4',8'-disulfoaftil-2')-3-metil-5-pirazolona,  
15 1-(2'-metil-6'-cloro-4'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona,  
1-(3'-sulfofenil)-3-metil-5-amino-pirazol,  
1-(4'-sulfofenil)-3-metil-5-amino-pirazol,  
1-(2'-cloro-4'-sulfofenil)-3-metil-5-amino-pirazol,  
1-(2',5'-dicloro-4'-sulfofenil)-3-metil-5-amino-pirazol,  
20 1-(4'-sulfofenil)-3-carboxi-5-pirazolona,  
1-(4'-sulfofenil)-3-carboetoxi-5-pirazolona,  
ácido 1-acetoacetilamino-3-metil-6-metoxibenceno-4-sulfónico.

La transformación de colorantes de la fórmula ge  
neral (1), en los cuales X representa la agrupación  
25  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OH}$ , en los colorantes de la fórmula (1) en los cua

405939

18 AGO 1972



les X representa la agrupación  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OSO}_3\text{H}$ , se efectúa de manera de por sí conocida con agentes de sulfatación, tales como por ejemplo ácido sulfúrico concentrado, ácido clorosulfónico, ácido amidosulfónico o agentes que ceden

5  $\text{SO}_3$ .

Para la transformación de colorantes de la fórmula general (1), en los cuales X representa el grupo  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OH}$ , en los colorantes de la fórmula (1) en los cuales X representa el grupo  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OPO}_3\text{H}_2$ , sirven de manera de por sí conocida agentes de fosforilación, tales como

10 por ejemplo ácido fosfórico concentrado, ácido pirofosfórico, ácido metafosfórico, ácido polifosfórico, ésteres alcohólicos de ácido polifosfórico, mezclas de ácido fosfórico y óxido de fósforo pentavalente, u oxiclорuro de fósforo.

Los colorantes de la fórmula general (1), en los cuales Z representa un grupo alcohilsulfoniloxi o arilsulfoniloxi o un grupo aciloxi, pueden ser preparados por ejemplo a partir de los colorantes de la fórmula (1), en los cuales Z representa un grupo hidroxilo, haciendo reaccionar

15 éstos de manera conocida con cloruros de ácido alcohilsulfónico o arilsulfónico, tales como por ejemplo cloruro de ácido metansulfónico o cloruro de ácido para-toluensulfónico, o con cloruros de ácido carboxílico, tales como por

20 ejemplo cloruro de acetilo o cloruro de 3-sulfobenzoilo.

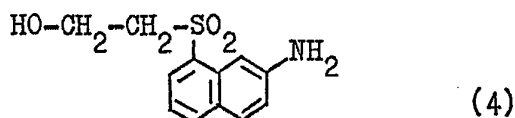
25 Los colorantes de la fórmula general (1), en los



5 cuales X representa el grupo  $-\text{CH}=\text{CH}_2$ , pueden ser preparados a partir de colorantes de la fórmula (1), en los cuales X representa el grupo  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{Z}$ , de manera de por sí conocida, por tratamiento con álcalis, tales como por ejemplo carbonato de sodio o hidróxido de sodio.

10 Los colorantes de la fórmula general (1), en los cuales Z representa un grupo tiosulfato  $-\text{SSO}_3\text{H}$  o un grupo dialcoholamino, pueden ser preparados a partir de colorantes de la fórmula (1), en los cuales X representa el grupo  $-\text{CH}=\text{CH}_2$ , de manera de por sí conocida por reacción con sales de ácido tiosulfúrico, tales como por ejemplo tiosulfato de sodio, o por reacción con dialcoholaminas, tales como por ejemplo dietilamina.

15 El 2-amino-8-(beta-hidroxietilsulfonil)-naftaleno de la fórmula (4)



20 que puede servir como componente diazoico para la preparación de nuevos colorantes monoazoicos de la fórmula general (1), es preparado por ejemplo transformando ácido 2-acetaminonaftalen-8-sulfínico, con óxido de etileno o 2-cloroetanol, en 2-acetamino-8-(beta-hidroxietilsulfonil)-naftaleno y luego desacilando a éste.

25

405939

18



Las naftilaminas de la fórmula (2), en las cuales X representa o bien el grupo  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{Z}$ , en donde Z significa un radical orgánico o inorgánico susceptible de ser separado en medio alcalino, o bien el grupo  $-\text{CH}=\text{CH}_2$ , y que pueden servir de igual modo como sustancias de partida para la preparación de los nuevos colorantes monoazoicos, se pueden obtener de acuerdo con procedimientos de por sí conocidos a partir de 2-amino-8-(beta-hidroxietilsulfonil)-naftaleno de la fórmula (4). Estos procedimientos son análogos a los procedimientos arriba descritos para la transformación de colorantes de la fórmula (1), en los cuales X significa el grupo  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OH}$ , en los colorantes de la fórmula (1), en los cuales X representa el grupo  $-\text{CH}=\text{CH}_2$  o el grupo  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{Z}$ , en donde Z significa un radical orgánico o inorgánico susceptible de ser separado en medio alcalino.

El aislamiento de los colorantes monoazoicos que se pueden obtener de acuerdo con el procedimiento descrito se efectúa mediante precipitación salina, por ejemplo con cloruro de sodio o de potasio, o mediante secado por pulverización de la mezcla de preparación.

Los colorantes monoazoicos que se pueden obtener de acuerdo con el procedimiento descrito son muy apropiados para la tinción y estampación de diferentes materiales, tales como por ejemplo lana, seda, cuero y materiales fibrosos de poliamida, pero especialmente materiales fibro-



5        sos de celulosa natural o regenerada, tales como por ejemplo algodón, viscosa y lino. Pueden ser empleados preferiblemente de acuerdo con los procedimientos de tinción y estampación generalmente habituales en la técnica para colorantes reactivos y proporcionan por ejemplo sobre materiales fibrosos celulósicos, en presencia de agentes con efecto alcalino, tinciones y estampaciones intensas con propiedades de solidez frente a la luz y en húmedo desde buenas hasta muy buenas y con buena estabilidad frente a los álcalis.

10

      Con relación a los colorantes más comparables conocidos de la bibliografía, especialmente los colorantes monoazoicos más comparables conocidos de las memorias de patente alemanas 965.902 y 960.534, de las memorias de patente belgas 697.952 y 738.101, y de las memorias de publicación alemanas 1.793.275, 1.794.064, 1.808.587, 1.943.904 y 1.795.086, los colorantes monoazoicos que se pueden obtener de acuerdo con el procedimiento son superiores sobre todo en cuanto a la intensidad de color, en cuanto al límite de saturación del colorante sobre las fibras de acuerdo con procedimientos de tinción y estampación, en cuanto a la solidez frente a la luz o en cuanto a las solideces en húmedo.

15

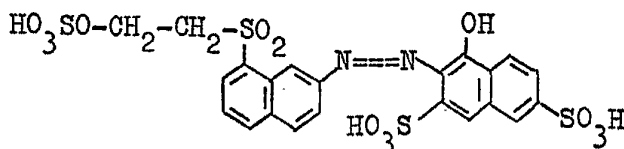
20

Ejemplo 1.

25        33,1 partes en peso de 2-amino-8-(beta-sulfato-

405939<sup>18</sup>

etilsulfonil)-naftaleno (preparado por esterificación de  
2-amino-8-(beta-hidroxietilsulfonil)-naftaleno de punto de  
fusión 110°C con ácido sulfúrico concentrado) son disuel-  
tas a neutralidad en 250 partes en peso de agua con adición  
5 de alrededor de 9 partes en peso de bicarbonato de sodio.  
Luego se agregan 20 partes en volumen de solución 5 N de ni-  
trito de sodio y esta solución se incorpora con agitación  
en una mezcla de 100 partes en peso de hielo y 35 partes en  
peso de ácido clorhídrico al 37%, de modo que la temperatu-  
10 ra no exceda de 5°C. En la solución diazoica obtenida se  
incorporan luego, después de destrucción de un poco de áci-  
do nitroso en exceso mediante amidosulfónico, 55,7 partes  
en peso de ácido 1-hidroxinaftalen-3,6-disulfónico al 54,6%.  
Mediante lenta adición de solución 2 N de carbonato de so-  
15 dio se ajusta luego a pH 4 y se mantiene en este valor. Des-  
pués de terminar la copulación se somete el colorante for-  
mado a precipitación salina con cloruro de sodio, se sepa-  
ra por filtración y se seca. Se obtienen 125 partes en pe-  
so de colorante que contiene sal, que en la forma del áci-  
do libre corresponde a la siguiente fórmula:



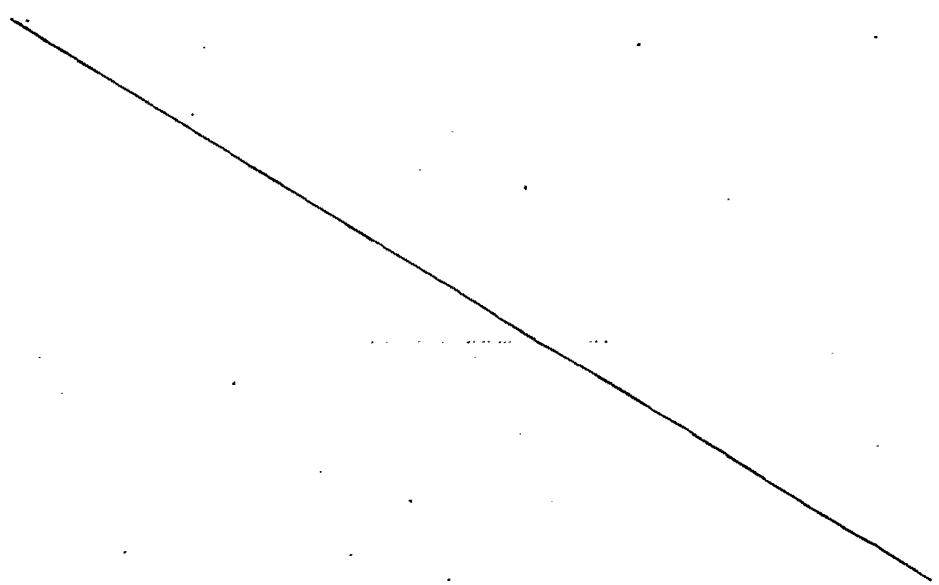
25.

405939<sup>8</sup>



El colorante tñe algodón, en presencia de agentes con efecto alcalino, en tonos rojos amarillentos intensos con buena solidez frente a la luz y buenas solideces en húmedo. Es apropiado en grado sobresaliente también como colorante de estampación, dado que no tiende a formar manchas.

Si en el ejemplo precedente, en lugar de emplearse ácido 1-hidroxinaftalén-3,6-disulfónico, se utilizan cantidades equivalentes de los componentes de copulación indicados en la siguiente tabla, se obtienen colorantes con similares propiedades para la tinción y con los tonos de color indicados.



405939 18



<u>Componente de copulación</u>	<u>Tono de color</u>
Acido 1-hidroxinaftalén-3-sulfónico	Naranja
Acido 1-hidroxinaftalén-4-sulfónico	Rojo amarillento
Acido 1-hidroxinaftalén-5-sulfónico	Rojo
Acido 1-hidroxinaftalén-3,8-disulfónico	Rojo amarillento
Acido 1-hidroxinaftalén-4,7-disulfónico	Rojo
Acido 1-hidroxinaftalén-4,8-disulfónico	Rojo azulado
Acido 1-hidroxinaftalén-3,6,8-trisulfónico	Rojo amarillento
Acido 2-hidroxinaftalén-5-sulfónico	Rojo
Acido 2-hidroxinaftalén-6-sulfónico	Rojo amarillento
Acido 2-hidroxinaftalén-7-sulfónico	Rojo amarillento
Acido 2-hidroxinaftalén-8-sulfónico	Naranja rojizo
Acido 2-hidroxinaftalén-3,6-disulfónico	Rojo azulado
Acido 2-hidroxinaftalén-5,7-disulfónico	Rojo amarillento
Acido 2-hidroxinaftalén-6,8-disulfónico	Naranja
Acido 1,8-dihidroxinaftalén-3,6-disulfónico	Rojo
Acido 1-acetilamino-8-hidroxinaftalén-3,6-disulfónico	Rojo azulado

405939



Componente de copulación	Tono de color
Acido 1-benzoilamino-8-hidroxi-naftalén-3,6-disulfónico	Rojo azulado
Acido 1-acetilamino-8-hidroxi-naftalén-4,6-disulfónico	Rojo azulado
Acido 1-benzoilamino-8-hidroxi-naftalén-4,6-disulfónico	Rojo azulado
Acido 1-acriloilamino-8-hidroxi-naftalén-4,6-disulfónico	Rojo azulado
Acido 2-acetilamino-5-hidroxi-naftalén-7-sulfónico	Naranja
Acido 2-acetilamino-5-hidroxi-naftalén-1,7-disulfónico	Naranja
Acido 2-(N-metil-N-acetilamino)-5-hidroxi-naftalén-7-sulfónico	Naranja
Acido 2-acetilamino-8-hidroxi-naftalén-6-sulfónico	Rojo amarillento
Acido 2-(N-metil-N-acetilamino)-8-hidroxi-naftalén-6-sulfónico	Rojo amarillento
Acido 2-acetilamino-8-hidroxi-naftalén-3,6-disulfónico	Rojo amarillento
Acido 1-benzoilamino-8-hidroxi-naftalén-4-sulfónico	Rojo azulado
Acido 1-acetilamino-5-hidroxi-naftalén-7-sulfónico	Rojo amarillento
Acido 2-(3'-sulfofenilamino)-8-hidroxi-naftalén-6-sulfónico	Rojo amarillento
Acido 2-amino-8-hidroxi-naftalén-6-sulfónico	Rojo azulado



405939

<u>Componente de copulación</u>	<u>Tono de color</u>
Acido 2-amino-8-hidroxinaftalén-3,6-disulfónico	Rojo azulado
Acido 1-amino-8-hidroxinaftalén-2,4-disulfónico	Violeta rojo
Acido 1-aminonaftalén-4-sulfónico	Rojo
Acido 2-aminonaftalén-6-sulfónico	Naranja
Acido 2-aminonaftalén-3,6-disulfónico	Naranja
Acido 2-aminonaftalén-5,7-disulfónico	Naranja
1-(4'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona	Amarillo
1-(3'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona	Amarillo
1-(2',5'-disulfofenil)-3-metil-5-pirazolona	Amarillo
1-(2'-metil-4'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona	Amarillo
1-(2'-cloro-4'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona	Amarillo
1-(2'-cloro-5'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona	Amarillo
1-(2',5'-dicloro-4'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona	Amarillo
1-(6'-sulfonaftil-2')-3-metil-5-pirazolona	Amarillo
1-(4',8'-disulfonaftil-2')-3-metil-5-pirazolona	Amarillo
1-(2'-metil-6'-cloro-4'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona	Amarillo
1-(3'-sulfofenil)-3-metil-5-amino-pirazol	Amarillo
1-(4'-sulfofenil)-3-metil-5-amino-pirazol	Amarillo

405939

18



72

<u>Componente de copulación</u>	<u>Tono de color</u>
1-(2'-cloro-4'-sulfofenil)-3-metil-5- -amino-pirazol	Amarillo
1-(2',5'-dicloro-4'-sulfofenil)-3-metil- -5-amino-pirazol	Amarillo
1-(4'-sulfofenil)-3-carboxi-5-pirazolona	Amarillo rojizo
1-fenil-3-carboxi-5-pirazolona	Amarillo rojizo
1-(4'-sulfofenil)-3-carboetoxi-5-pirazolona	Amarillo rojizo
Acido 1-acetoacetilaminobenceno-4-sulfónico	Amarillo verdoso
Acido 1-acetoacetilamino-3-metil-6-metoxi- benceno-4-sulfónico	Amarillo verdoso
1-[4'-(beta-sulfatoetilsulfonil)-fenil]-3- -metil-5-pirazolona	Amarillo
1-[4'-(beta-sulfatoetilsulfonil)-fenil]-3- -carboxi-5-pirazolona	Amarillo rojizo

405939

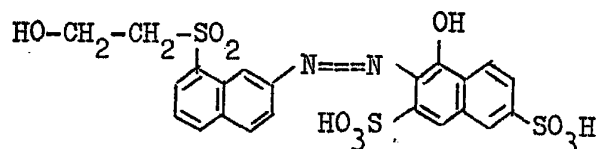
18



72

Ejemplo 2.

25,1 partes en peso de 2-amino-8-(beta-hidroxi-  
 etilsulfonil)-naftaleno son disueltas en 250 partes en pe-  
 so de agua con 30 partes en peso de ácido clorhídrico al  
 5 37%. La solución es enfriada y es diazotada por debajo de  
 + 5°C por adición de 20 partes en volumen de solución 5 N  
 de nitrito de sodio. En la solución diazoica obtenida se in  
 corporan 55,7 partes en peso de ácido 1-hidroxinaftalén-  
 3,6-disulfónico al 54,6% y luego se ajusta un valor de pH  
 10 2 por adición de carbonato de sodio y se mantiene en este  
 valor. Después de terminación de la copulación, el coloran  
 te formado es sometido a precipitación salina con cloruro  
 de sodio, separado por filtración y secado. Se obtienen 110  
 partes en peso de colorante que contiene sal, que en forma  
 15 del ácido libre corresponde a la fórmula siguiente:



20

Estampado sobre algodón en presencia de agentes  
 con efecto alcalino y a continuación sometido a termofija-  
 ción, el colorante proporciona un diseño de estampación ro  
 jo amarillento sólido frente al lavado y frente a la luz.

25

Se obtienen colorantes con propiedades similares,



si en el ejemplo precedente, en lugar de emplearse ácido 1-hidroxinaftalén-3,6-disulfónico, se utilizan cantidades equivalentes de los componentes de copulación especificados en la tabla situada al final del Ejemplo 1.

5            Ejemplo 3.

56 partes en peso del colorante que contiene sal preparado en el Ejemplo 2 son incorporadas y agitadas en 200 partes en peso de ácido sulfúrico concentrado hasta tanto que se ha disuelto la totalidad. La solución obtenida es incorporada con agitación en una mezcla de 450 partes en peso de hielo y 50 partes en peso de agua, y el colorante de éster resultante es sometido a precipitación salina con cloruro de sodio. Se separa por filtración el colorante, se le disuelve en 200 partes en peso de agua con adición de bicarbonato de sodio hasta pH 5,5 y luego la solución obtenida se concentra hasta sequedad por evaporación.

10

15

El colorante es bien soluble en agua y es apropiado como colorante de estampación y de tinción. Así, por ejemplo, a partir de baños de tratamiento de tinción que contienen sal, en frío o en caliente, con ayuda de álcalis, se obtienen sobre fibras celulósicas naturales o regeneradas tinciones intensas de color rojo amarillento, con solides en húmedo desde buenas hasta muy buenas y buena solidez frente a la luz.

20

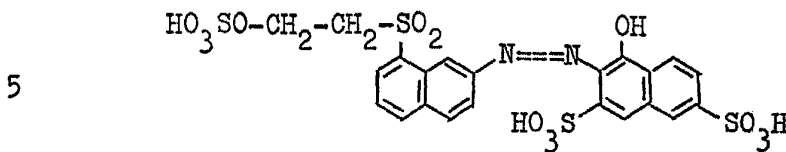
25

18 AGO 1972

405939



El colorante, en forma del ácido libre, corresponde a la fórmula



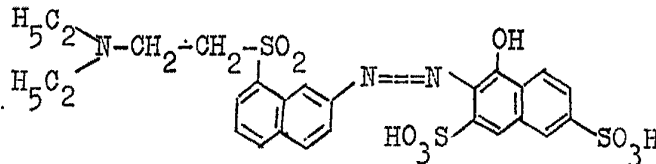
Ejemplo 4.

64,6 partes en peso del colorante preparado de acuerdo con el Ejemplo 3 son disueltas en 500 partes en peso de agua. A 20° hasta 25°C se agregan 8 partes en peso de dietilamina, y después de esto lentamente alrededor de 30 partes en peso de lejía de sosa al 33%, hasta que se ha alcanzado el valor de pH de 12,0 a 12,5; y a continuación se agita posteriormente durante 16 horas a 20 hasta 25°C. Seguidamente se ajusta el valor de pH de la mezcla de reacción a 7,8 hasta 8,3 mediante adición de aproximadamente 35 partes en peso de ácido clorhídrico al 20%, se precipita totalmente el colorante mediante precipitación salina con cloruro de sodio, se le separa por filtración, se le lava con solución de cloruro de sodio y se le seca.

El colorante así preparado corresponde a la fórmula

405939

18



5

Es soluble en agua con color rojo y es sobresalientemente apropiado para la estampación de tejido de algodón, proporcionando en presencia de agentes con efecto alcalino estampaciones intensas de color rojo amarillento con excelentes propiedades de solidez. La estabilidad de pastas de estampación de este colorante ajustadas en el margen alcalino es muy buena.

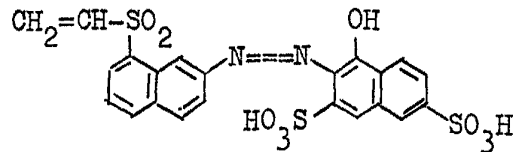
Ejemplo 5.

32,3 partes en peso del colorante preparado en el Ejemplo 3 son disueltas en 350 partes en peso de agua. A esta solución se agregan a 25 hasta 30°C, con lentitud, alrededor de 30 partes en peso de lejía de sosa al 33%, hasta que se ha alcanzado el valor de pH de 12,0 a 12,5 y se mantiene en este valor. Se agita posteriormente durante corto tiempo, se ajusta la solución a neutralidad por adición de ácido clorhídrico y se aísla el colorante por precipitación salina con cloruro de sodio.

El colorante así obtenido corresponde, en forma del ácido libre, a la fórmula

405939

18



5

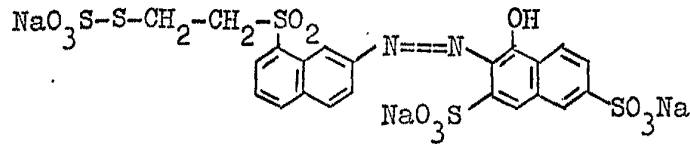
Es apropiado en grado sobresaliente para la tinción y estampación de tejidos de algodón, sobre el cual en presencia de agentes con efecto alcalino proporciona tinciones y estampaciones de color rojo de solidez frente al lavado muy buena y buena solidez frente a la luz.

Ejemplo 6.

27,8 partes en peso del colorante de vinilsulfonilo preparado en el Ejemplo 5 son incorporadas en 300 partes en peso de agua. La solución es calentada a 70° hasta 75°C y a esta temperatura es mezclada con 23,5 partes en peso de tiosulfato de sodio que contiene agua de cristalización. El valor del pH es ajustado a 5,7 hasta 6,2 por adición de ácido acético al 50% y es mantenido durante 3 horas por adición de más cantidad de ácido.

20

Después de terminación de la reacción el colorante es precipitado mediante adición de cloruro de sodio, es separado por filtración y secado. Se obtienen 48 partes en peso del colorante que contiene sal de la fórmula



5

que se disuelve con facilidad en agua con color rojo y puede servir para la tinción y estampación de géneros textiles celulósicos en presencia de agentes con efecto alcalino.

10 Las tinciones y estampaciones de color rojo amarillento obtenidas son sólidas frente al lavado y a la luz.

Ejemplo 7.

33,1 partes en peso de 2-amino-8-(beta-fosfato-etilsulfonyl)-naftaleno [preparado por tratamiento de 2-amino-8-(beta-hidroxietilsulfonyl)-naftaleno de punto de fusión 110°C con ácido polifosfórico] son disueltas a neutralidad en 250 partes en peso de agua con adición de bicarbonato de sodio. Luego se agregan 20 partes en volumen de solución 5 N de nitrito de sodio y se incorpora esta solución, con agitación, en una mezcla de 100 partes en peso de hielo y 35 partes en peso de ácido clorhídrico al 37%, de modo que la temperatura no exceda de 5°C.

20 En la solución diazoica así obtenida se incorporan 64,2 partes en peso de ácido 1-benzoilamino-8-hidroxi-naftalén-4,6-disulfónico (al 66%) y por adición gota a gota

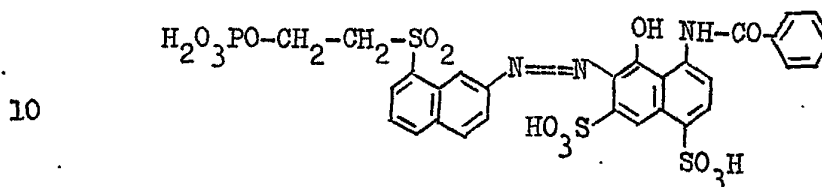
405939

18



de aproximadamente 50 partes en peso de solución saturada de carbonato de sodio se ajusta un pH de 6. Después de terminación de la copulación se concentra hasta sequedad por evaporación la solución de colorante obtenida.

5 El colorante así preparado posee la siguiente fórmula (en forma de su ácido libre):



15 Se disuelve en agua con color rojo azulado y proporciona sobre algodón, en presencia de agentes con efecto alcalino, una tinción de color rojo azulado intensa con buena solidez frente a la luz y buena estabilidad frente a tratamientos de lavado.

20 Si en el precedente Ejemplo, en lugar de emplearse 2-amino-8-(beta-fosfatoetilsulfonil)-naftaleno, se utilizan cantidades equivalentes de las siguientes aminas, se obtienen tinciones de color rojo azulado con propiedades similares para la tinción:

- 2-amino-8-(beta-cloroetilsulfonil)-naftaleno  
 2-amino-8-(beta-acetoxietilsulfonil)-naftaleno  
 25 2-amino-8-(beta-bromoetilsulfonil)-naftaleno

405939

27



2-amino-8-(beta-fenoxietilsulfonil)-naftaleno

Esteres de ácido metilsulfónico de 2-amino-8-(beta-hidroxi-  
xietilsulfonil)-naftaleno o ésteres de ácido para-toluen-  
sulfónico de 2-amino-8-(beta-hidroxietilsulfonil)-naftale-  
no.

5

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en la República Federal Alemana, el 26 de Agosto de 1.971, bajo el Nº P 21 42 728.1, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

- REIVINDICACIONES -

15

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención, en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

20

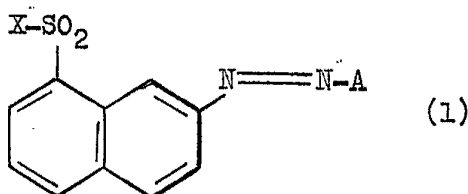
1ª.- Procedimiento para la preparación de colorantes monoazoicos solubles en agua de la fórmula general (1)

25

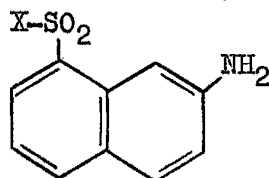
24-2-75

*mte*

405939<sup>27</sup>



5 en que X significa la agrupación  $-\text{CH}=\text{CH}_2$  o  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{Z}$ ,  
 en donde Z representa un grupo hidroxilo o un radical orgánico o inorgánico susceptible de ser separado en medio alcalino, y en que A significa el radical de un componente de copulación de la serie de benceno, naftaleno, aril amidas de ácido acetoacético, o pirazol, que contiene al  
 10 menos un grupo acuosolubilizante, caracterizado porque se diazotan naftilaminas de la fórmula general (2)



15 en que X tiene los significados precedentemente citados, y se copulan con componentes de copulación de la fórmula general (3)



20 en donde A tiene los significados precedentemente citados, y los colorantes así obtenidos de la fórmula (1), eventualmente, a) en el caso en que X represente la agrupación de la fórmula  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OH}$ , se transforman de acuerdo con procedimientos de por sí conocidos en colorantes de la fórmula (1), en los cuales X representa la agrupación de la fór  
 25

*ME*

405939

27



mula  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{Z}$ , en donde Z significa un radical orgánico o inorgánico susceptible de ser separado; o b) en el caso en que X representa la agrupación de la fórmula  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{Z}$ , en donde Z significa un grupo hidroxilo o un radical orgánico o inorgánico susceptible de ser separado, se transforman de acuerdo con procedimientos de por sí conocidos en colorantes de la fórmula (1), en los cuales X representa el radical vinilo; o (c) en el caso en que X representa el radical vinilo, se transforman de acuerdo con procedimientos de por sí conocidos en colorantes de la fórmula (1), en los cuales X representa el grupo beta-tiosulfato-etilo o beta-dialcoholamino-etilo.

2ª.- Procedimiento para la preparación de colorantes monoazoicos solubles en agua.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

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

27 FEB. 1975

Madrid,

P.A.

Alberto de Elizaburu

Por Poder

ME

24-2-75

jui.