

PATENTE DE INVENCION

=====
ICI CASE Dd.25143(1)-SPAIN.

415899



F.C. 9-6-75

CO9B

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COLORANTES DIAZOICOS

=====

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

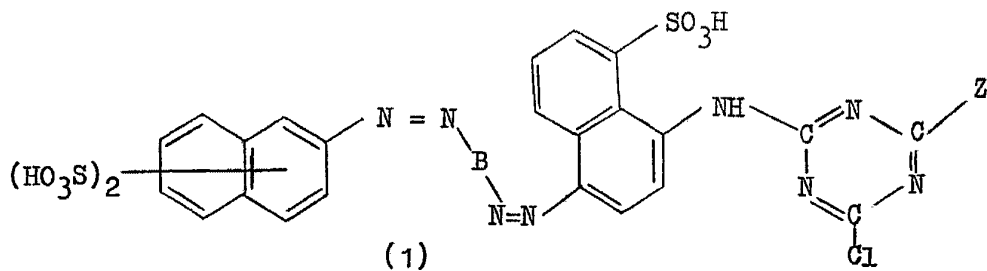
=====

Esta invención se relaciona con un procedimiento para preparar nuevos colorantes diazónicos útiles para teñir materiales textiles celulósicos en tonalidades marrón rojizas.

5. De acuerdo con la invención, se proporcionan coloro



rantes diazóticos de fórmula: 415809

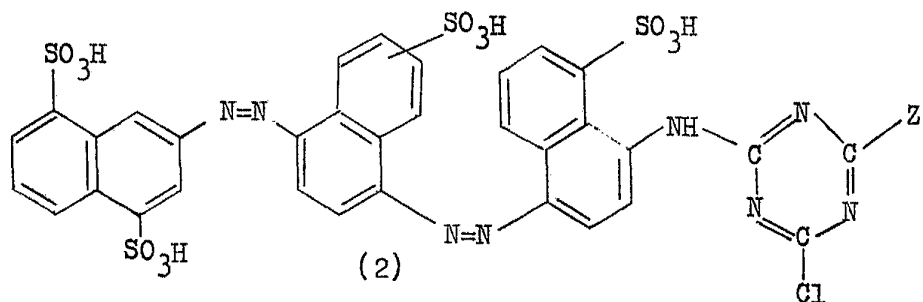


5. en la que B representa un radical 1,4-fenileno que puede estar sustituido por CH₃, OCH₃, NHCOCH₃ ó NHCONH₂, o un radical 1,4-naftileno que puede estar sustituido por OCH₃ ó SO₃H, y Z representa NH₂ ó OCH₃.

10. Los nuevos colorantes poseen una combinación de propiedades desusuales en los colorantes de estas tonalidades, especialmente, un alto agotamiento sobre la fibra a partir de baños de tñido salinos con una elevada fijación del colorante absorbido, de modo que pueden obtenerse tonalidades profundas de elevada resistencia tintórea; las tonalidades resultantes tienen excelente solidez a la luz y a los ensayos de lavado, en cuyos últimos existe un nivel de manchado notablemente bajo y sobre todo una excelente solidez a los tratamientos de blanqueo.

15.

Los colorantes preferidos son los que tienen la fórmula:

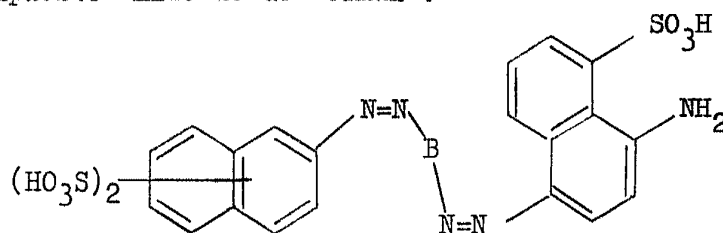


20. en la que Z se define como anteriormente, estando el grupo SO₃H en el núcleo central naftalénico en la posición 6 ó 7



con respecto a cualquier grupo azóico, teniendo estos colorantes o mezclas de los mismos una resistencia tintórea y unas propiedades de formación de colores particularmente sobresalientes.

5. El procedimiento de la invención para preparar los nuevos colorantes, comprende hacer reaccionar conjuntamente un compuesto aminoazo de fórmula:



10. en la que B se define como anteriormente, con un mol de 2,4-dicloro-6-metoxi-s-triazina ó 2,4-dicloro-6-amino-s-triazina.

15. El proceso anterior puede efectuarse convenientemente agitando los reactantes en un medio acuoso, a una temperatura de 30 a 50°C, con preferencia manteniendo el pH del medio en 6,5 - 7,5 mediante la adición de un agente aceptor de ácido, por ejemplo bicarbonato sódico, carbonato sódico o hidróxido sódico, para neutralizar el ácido clorhídrico formado durante la reacción.

20. La invención proporciona también un proceso modificado para preparar los nuevos colorantes en donde Z representa el grupo NH₂, que comprende hacer reaccionar cloruro cianúrico con un mol de un compuesto aminoazo de fórmula (3) y hacer reaccionar el producto resultante con un mol de amoníaco.

25. Este proceso modificado se efectúa convenientemente también en un medio acuoso a un pH de 6,5 a 7,5, realizándose preferiblemente la etapa a 0-10°C y la segunda a 30-40°C.

En la segunda etapa, puede emplearse, si se desea, un exceso



de amoniaco para actuar como agente aceptor de ácido.

5. Los compuestos aminoazo de fórmula (3) pueden obtenerse copulando la sal de diazonio de un ácido 2-aminonaftaleno disulfónico con una amina de fórmula BNH_2 y diazotando el compuesto amino monoazo resultante y copulando con ácido 1-aminonaftaleno-8-sulfónico.

Como ejemplos de ácidos 2-aminonaftalenodisulfónicos que pueden ser empleados, se mencionan los ácidos 1,5- 3,6- 3,7- 4,8- 5,7- y 6,8- disulfónicos.

10. Como ejemplos de aminas de fórmula BNH_2 que pueden ser empleadas, se mencionan:

anilina

m - toluidina

m - aminoacetanilida

15. m - aminofenilurea

oresidina

2,5- dimetoxianilina

2,5- dimetilanilina

o- y m - anisidinas

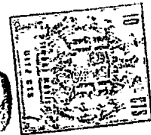
20. ácidos 1-aminonaftaleno-6- y 7- sulfónicos y mezclas de los mismos.

25. Los nuevos colorantes pueden aislarse de las mezclas de reacción en las cuales se forman, mediante las técnicas usuales adoptadas para aislar colorantes reactivos solubles en agua, por ejemplo, por salificación y filtración o por secado por aspersion de la mezcla de reacción en la cual se ha formado el colorante. Si se desea, pueden añadirse estabilizadores, por ejemplo mezclas de hidrógenofosfatos de metales alcalinos.

30. Los nuevos colorantes reactivos son valiosos para



- teñir materiales textiles celulósicos, por ejemplo, materiales textiles que comprenden celulosa natural o regenerada, tal como algodón, lino y rayón de viscosa. Para teñir estos materiales, los nuevos colorantes se aplican preferiblemente, mediante un proceso de estampación o bien, preferiblemente, mediante un proceso de teñido, al material textil celulósico en combinación con un tratamiento con un agente aceptor de ácido, por ejemplo, sosa cáustica, carbonato sódico, silicato sódico, o bicarbonato sódico, el cual puede aplicarse al material antes, durante o después de la aplicación del colorante.
5. Cuando se aplican de este modo, los nuevos colorantes reaccionan con la celulosa y proporcionan tonalidades marrones que poseen excelente solidez al lavado y a los tratamientos de blanqueo. Los colorantes son notables por la elevada proporción en que se fijan sobre el material, en especial cuando se aplican a partir de baños de teñido salinos y por el bajo grado de manchado de material sin teñir adyacente mientras se lava el colorante sin fijar o durante los ensayos de lavado.
10. La invención se ilustra, pero no se limita, por los siguientes ejemplos, en los cuales las partes son en peso.
15. EJEMPLO 1
- Se añaden 50 partes de una solución al 13,8 % de nitrito sódico a una solución de 30,3 partes de ácido 2-amino-naftaleno-4,8-disulfónico en 400 partes de agua y la mezcla se enfría a 10°C y se añade, durante 15 minutos, a una mezcla agitada de 100 partes de hielo y 40 partes de ácido clorhídrico acuoso (densidad específica, 1,18). La mezcla se agita durante 1 hora, se separa entonces el exceso de ácido nitroso por la adición de ácido sulfámico y se añaden 21 partes de una mezcla 1:1 aproximadamente de ácidos 1-aminonaftaleno-6-
- 20.
- 25.
- 30.



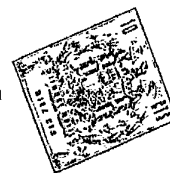
y -7-sulfónicos, seguido por una cantidad suficiente de acetato sódico para llevar el pH de la mezcla a 4. La mezcla se agita entonces durante 2 horas a 15-20°C y el precipitado se filtra y se seca.

5. Se disuelven 26,9 partes del producto en 400 partes de agua a pH 7-8 y se añaden 25 partes de una solución al 13,8 % de nitrito sódico. La mezcla se añade durante 15 minutos a una mezcla agitada de 100 partes de hielo y 25 partes de ácido clorhídrico acuoso (densidad específica, 1,18) y la
10. mezcla se agita durante 1 hora. El exceso de ácido nitroso se separa entonces por la adición de ácido sulfámico y se añaden 11,2 partes de ácido 1-aminonaftaleno-8-sulfónico, seguido por una cantidad suficiente de acetato sódico para dar un pH de 4-5. La mezcla se agita a 15-20°C durante 4 horas, tras lo
15. cual se añade sal para dar una concentración de 100 g/litro y el precipitado se filtra y se seca a 40°C.

- A una solución de 15,4 partes del producto en 300 partes de agua, a 10°C, se añade una solución de 6,5 partes de cloruro cianúrico en 50 partes de acetona, durante 30 minutos, manteniendo el pH en 6,5 - 7,5 mediante la adición de
20. una solución acuosa al 8 % de hidróxido sódico. La mezcla se agita a 0-10°C durante 1 hora, se añaden entonces 10 partes de solución amoniacal (densidad específica, 0,88) y la mezcla se agita a 35-40°C durante 4 horas. Se añade sal para dar
25. una concentración de 150 g/litro y el precipitado se filtra y se seca.

- Cuando se aplica a materiales textiles de celulosa en combinación con un agente aceptor de ácido, el colorante proporciona una tonalidad profunda marrón rojiza que posee
30. excelente solidez a la luz, al lavado y a los agentes de blan-

415909



queo.

5. Se obtienen colorantes de tonalidad y propiedades similares al del ejemplo 1 si se utiliza ácido 1-naftilamina-6-sulfónico o ácido 1-naftilamina-7-sulfónico en lugar de la mezcla de aquellos ácidos.

EJEMPLO 2

10. Se disuelven 7,7 partes del compuesto aminodiazóico descrito en el párrafo 2 del ejemplo 1 en 200 partes de agua a pH 7-8 y la solución se agita a una temperatura de 40-45°C.

15. A la solución se añade una solución de 2,8 partes de 2,4-dicloro-6-metoxi-s-triazina en 25 partes de acetona y la mezcla se agita durante 4 horas, manteniéndose el pH en 6,5-7,5 mediante la adición de una solución acuosa al 8 % de hidróxido sódico. La solución se filtra y se añade sal para dar una concentración de 100 g/litro. El producto se filtra, se lava con salmuera al 10 % y se seca a 40°C.

20. Cuando se aplica a materiales textiles celulósicos en combinación con un agente aceptor de ácido, el colorante proporciona una tonalidad marrón media (más amarilla que el colorante del ejemplo 1) que posee excelente solidez a la luz, al lavado y a los agentes de blanqueo.

25. En la siguiente tabla, se proporcionan otros colorantes preparados de forma similar a la descrita en los ejemplos 1 y 2, mostrándose en la columna final las tonalidades obtenidas sobre celulosa.

30. La columna II enumera el ácido aminonaftalenodisulfónico empleado, la columna III indica el componente medio y la columna IV indica el reactante final. Por razones de brevedad, se utiliza el término "ácido mixto de Cleves" para representar una mezcla 1:1 aproximadamente de ácido 1-aminonafta-



415899

leno-6- y 7-sulfónicos.

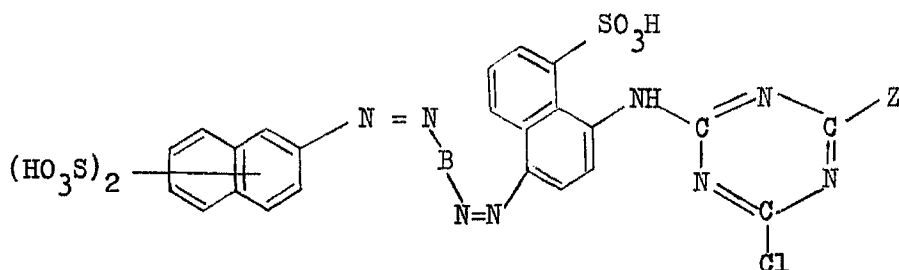
I	II	III	IV	
Ejem plo 3	Acido 2-aminonaf taleno-3,6-disul- fónico	Acido mezclado de Cleves	Cloruro cianúrico y luego amoniaco	marrón-rojo
4	Acido 4,8-disul- fónico	cresidina	"	marrón medio
5	"	2,5-dimetoxi- anilina	"	marrón azu- lado
6	Acido 1,5-disul- fónico	Acido mezclado de Cleves	"	marrón-rojo
7	Acido 6,8-disul- fónico	"	"	"
8	Acido 5,7-disul- fónico	"	"	"
9	Acido 4,8-disul- fónico	2,5-dimetilani- lina	"	marrón-naran- ja
10	"	m-anisidina	"	"
11	"	cresidina	2,4-dicloro-6-me- toxi-s-triazina	marrón medio
12	Acido 3,7-disul- fónico	Acido 1,7-Cleves	Cloruro cianúrico y luego amoniaco	marrón-rojo
13	Acido 5,7-disul- fónico	anilina	"	marrón-naran- ja
14	Acido 4,8-disul- fónico	m-toluidina	"	marrón-naran- ja
15	Acido 6,8-disul- fónico	m-aminoaceta- nilida	"	marrón-rojo
16	Acido 4,8-disul- fónico	m-aminofenil- urea	"	marrón-rojo
17	Acido 1,5-disul- fónico	m-anisidina	"	marrón-rojo
18	Acido 6,8-disul- fónico	Acido 1,6-Cleves	"	marrón-rojo



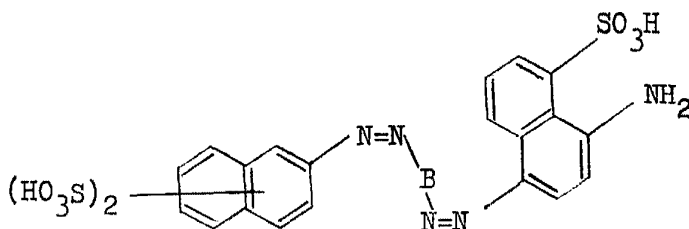
N O T A
=====

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse 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 el nº 27.744/72 de 14 de junio de 1.972, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE COLORANTES DIAZOICOS; caracterizándose por lo siguiente:

1.- Procedimiento para la obtención de colorantes diazóticos, de fórmula:



en la que B representa un radical 1,4-fenileno que puede estar sustituido por CH_3 , OCH_3 , NHCOCH_3 ó NHCONH_2 , o un radical 1,4-naftileno que puede estar sustituido por OCH_3 ó SO_3H , y Z representa NH_2 ó OCH_3 ; caracterizado porque comprende hacer reaccionar conjuntamente un compuesto aminoazótico de fórmula:



en la que B se define como anteriormente, con un mol de un compuesto elegido entre 2,4-dicloro-6-metoxi-s-triazina y 2,4-dicloro-6-amino-s-triazina.

5. 2.- Procedimiento para la obtención de colorantes diazoicos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 10 hojas escritas a máquina por una sola cara.

16 FEB 1973

Madrid,

10. IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

L. GOREZ ACEDO Y CAÑEY
C. de Finanzas de Costa Rica

