



Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COLORANTES MONOAZOICOS
DISPERSOS.

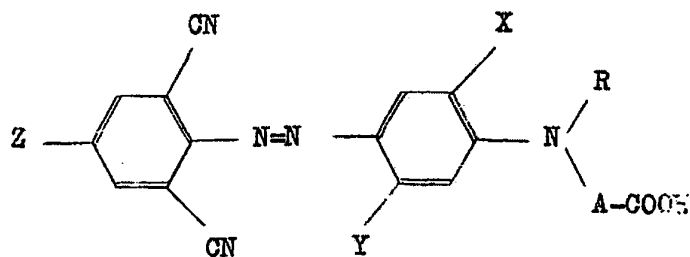
=====
Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa,
residente en Imperial Chemical House, Millbank, Londres,
S.W.1., Inglaterra.

=====
Esta invención se relaciona con un procedimiento
para la obtención de colorantes monoazóicos dispersos, los
cuales son valiosos para teñir materiales textiles de poli-
ésteres aromáticos.

5. Según la invención, se proporcionan los coloran-



tes monoazóicos dispersos, libres de grupos ácido sulfónico y grupos ácido carboxílico adicionales, que corresponden a la fórmula:



5. en la que A es un radical alquileno de 2 a 6 átomos de carbono; R es un átomo de hidrógeno o un radical alquilo inferior opcionalmente sustituido o un grupo -ACOOH; X e Y representan, independientemente, hidrógeno, cloro, bromo, alquilo inferior o alcoxi inferior; y Z es hidrógeno, cloro, bromo, alquilo inferior, alcoxi inferior, trifluormetilo, nitro, ciano, alquilsulfonilo inferior opcionalmente sustituido o sulfonamido opcionalmente sustituido.
- 10.

- En toda esta Memoria, los términos "alquilo inferior" y "alcoxi inferior" se utilizan para representar radicales alquilo y alcoxi que contienen, respectivamente, de 1 a 4 átomos de carbono.
- 15.

- Como ejemplos de radicales alquileno representados por A, se mencionan: trimetileno, tetrametileno, hexametileno, isopropileno y, sobre todo, etileno.
- 20.

- Como ejemplos de radicales alquilo inferior representados por Z, X, Y y R, se mencionan: metilo, etilo, n-propilo y n-butilo.

- Como ejemplos de radicales alcoxi inferior representados por Z, X e Y, se mencionan etoxi y metoxi.

25. Como ejemplos de radicales alquilsulfonilo inferior, opcionalmente sustituidos, representados por Z, se mencionan



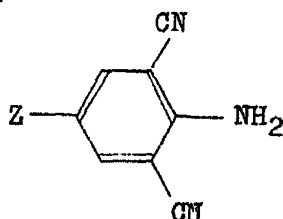
metilsulfonilo, etilsulfonilo y β -hidroxietilsulfonilo.

5. Como ejemplos de grupos sulfonamido sustituidos representados por Z, se mencionan los grupos N-alquilo inferior y N:N-di(alquilo inferior)sulfonamido, tales como N-(metil o etil)sulfonamido, N-metil-N-etilsulfonamido y N:N-di(metil o etil)sulfonamido.

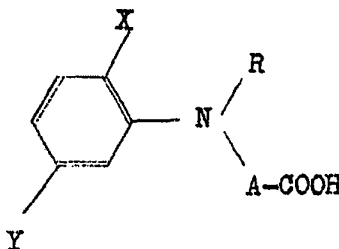
10. Como ejemplos de radicales alquilo inferior opcionalmente sustituidos, representados por R, se mencionan hidroxialquilo inferior tal como β -hidroxietilo, cianoalquilo inferior tal como β -cianoetilo, alcoxi(inferior)alquilo(inferior) tal como β -(metoxi o etoxi)etilo y γ -metoxipropilo, arilalquilo inferior tal como bencilo y β -feniletilo, alcoxi(inferior)carbonilalquilo inferior tal como β -metoxicarboniletilo, y aciloxialquilo inferior tal como β -acetoxietilo.

15. Con preferencia Z es el grupo nitro.

El procedimiento de la invención para preparar dichos colorantes, comprende diazotar una amina de fórmula:



20. y copular el compuesto diazótico resultante con un componente de copulación:



en donde A, R, X, Y y Z se definen como anteriormente, estando libres la amina y el componente de copulación de grupo ácido sulfónico y grupos ácido carboxílico adicionales.

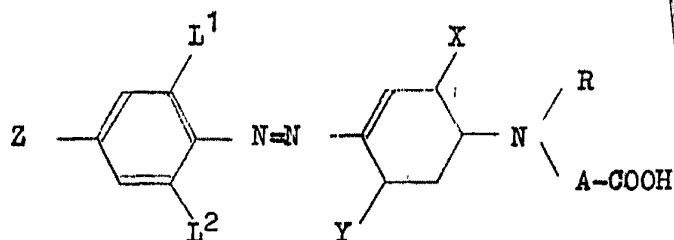


El procedimiento de la invención puede efectuarse convenientemente añadiendo nitrito sódico a una solución o suspensión de la amina en una solución acuosa de ácido clorhídrico o sulfúrico, o añadiendo la amina a una solución de ácido nitrosilsulfúrico, destruyendo si es necesario cualquier ácido nitroso residual mediante la adición de ácido sulfámico, y añadiendo entonces la solución o suspensión resultante de compuesto diazónico a una solución de componente de copulación en agua conteniendo opcionalmente un álcali, ajustando si es necesario el pH de la mezcla resultante para facilitar la copulación, y aislando el colorante resultante de forma tradicional.

Como ejemplos de aminas de la fórmula anterior, puede mencionarse: 2:6-dicianoanilina, 2:6-diciano-4-(metil-, metoxi-, cloro-, bromo-, nitro-, metilsulfonil- ó trifluorometil-) anilina, 2:4:6-tricianoanilina y 3:5-diciano-4-aminobencenosulfonamida.

Como ejemplos específicos de componentes de copulación de la fórmula anterior, puede mencionarse: N:N-di(β -carboxietil)anilina, N-etil-N-(β -carboxietil)-m-toluidina, N-(β -cianoetil)-N-(β -carboxietil)-m-cloroanilina, N-(β -carboxietil)-2:5-dimetoxianilina, N-(β -acetoxietil)-N-(γ -carboxi-n-propil)-m-toluidina, y N-(β -carboxietil)-N-(β -etoxicarboniletal)anilina.

Se proporciona aquí igualmente un proceso alternativo para la preparación de dichos colorantes, que comprende hacer reaccionar un compuesto azónico que está libre de grupos ácido sulfónico y grupos ácido carboxílico adicionales, de fórmula:

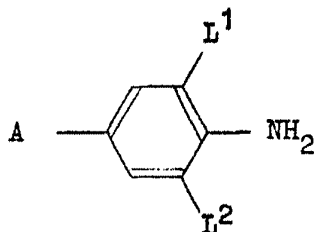


5. en la que L¹ es cloro, bromo o ciano, L² es cloro o bromo y A, R, X, Y y Z se definen como anteriormente, con cianuro cuproso en presencia de un líquido orgánico aprótico polar y opcionalmente en presencia de una base.

10. Este proceso puede llevarse a cabo convenientemente agitando el compuesto azóico y el cianuro cuproso, conjuntamente, en presencia de una base tal como piridina, y preferiblemente en presencia de un disolvente polar, tal como dimetilformamida, efectuándose con preferencia la reacción a una temperatura comprendida entre 50°C y el punto de ebullición del medio de reacción. El colorante resultante puede aislarse entonces de forma convencional.

15. Como ejemplos de líquidos orgánicos apróticos polares, pueden mencionarse: dimetilsulfóxido, formamida, dimetilformamida, dimetilacetamida, N-metilpirrolidona, piridina, quinolina, acetonitrilo y benzonitrilo.

Los compuestos azóicos de la fórmula anterior pueden obtenerse por diazotación de una amina de fórmula



20. y copulación del compuesto diazótico resultante con un componente de copulación como anteriormente se ha definido, teniendo



do L¹, L² y Z los significados ya establecidos y estando libres la amina y el componente de copulación de grupos ácido sulfónico y grupos ácido carboxílico adicionales.

5. Los colorantes azóicos de la invención son valiosos para teñir materiales textiles de poliésteres aromáticos, mediante un proceso que comprende preparar un baño de teñido acuoso, una pasta de estampación o un licor de foulardeo conteniendo una sal alcalina, soluble en agua, del colorante, aplicar dicho baño de teñido, pasta de estampación o licor de
10. foulardeo, por medios convencionales, al material textil, en combinación con un tratamiento con un ácido, el cual puede efectuarse antes o después de la aplicación del baño de teñido, pasta de estampación o licor de foulardeo al material textil. Una vez que el colorante se ha aplicado y fijado sobre el material textil, el material textil teñido se somete
15. a un aclarado en una solución acuosa alcalina para eliminar cualquier colorante sin fijar de la superficie del material textil.

20. Cuando se aplican de este modo a un material textil de poliéster aromático, los colorantes de la invención proporcionan fuertes profundidades de color, y los tejidos poseen excelente solidez a la luz y a los tratamientos térmicos en seco.

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

EJEMPLO 1

30. Se disuelven 13,8 partes de compuesto azóico obtenido por copulación de 2-ciano-4-nitro-6-bromoanilina diazotada sobre N-etil-N-(β -carboxietil)-m-toluidina, en una mezcla



- de 100 partes de dimetilformamida y 25 partes de piridina a 25°C, y se añaden gradualmente 3,8 partes de cianuro cuproso dihidratado. La mezcla se agita entonces durante 4 horas a 100°C. La mezcla se enfría y se filtra el colorante precipitado.
5. El colorante se disuelve en una solución acuosa de carbonato sódico, se filtra la solución, se acidifica el filtrado y el colorante precipitado se filtra, se lava con agua y se seca.
- Se prepara un baño de teñido acuoso disolviendo
10. una parte del colorante en 2.000 partes de agua conteniendo una parte de carbonato sódico, se añaden 100 partes de un material textil de poliéster aromático, seguido por ácido fórmico para ajustar el pH del baño de teñido a 4, y se lleva a cabo el teñido durante 45 minutos, a 130°C, bajo presión superatmosférica. El material textil teñido se aclara entonces en
15. agua y luego en una solución acuosa de carbonato sódico, finalmente en agua, y se seca a continuación.
- El teñido azul profundo resultante está totalmente penetrado y posee una excelente solidez a la luz y a los tratamientos térmicos en seco.
20. En lugar de las 100 partes de dimetilformamida empleadas en el ejemplo anterior, se utilizan 100 partes de dimetilsulfóxido o de formamida, o de N-metilpirrolidona o de benzonitrilo, obteniéndose un resultado similar.
25. En lugar de las 100 partes de dimetilformamida y 25 partes de piridina, empleadas en el ejemplo anterior, se utilizan 125 partes de dimetilformamida o 100 partes de piridina o 100 partes de quinolina, obteniéndose resultados similares.



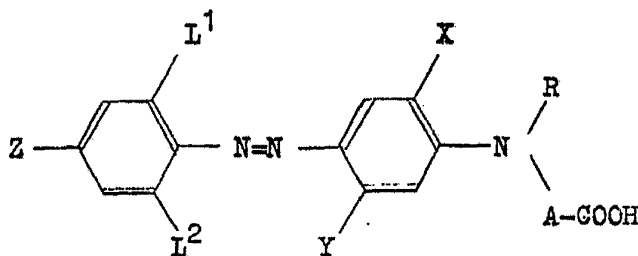
EJEMPLO 2

Se disuelven 6,3 partes de 2,6-diciano-4-nitroani-
lina en 90 partes de ácido sulfúrico a 0 - 5°C, y, a la misma
temperatura, se añaden 30 partes de ácido fosfórico al 85 %.

5. Se añade entonces lentamente una solución de 2,5 partes de
nitrito sódico en 100 partes de ácido sulfúrico, manteniéndose
la temperatura de la mezcla a 0°C por enfriamiento externo, y
la mezcla se agita entonces durante 3 horas más a 0°C. Se añade
ácido sulfámico para destruir cualquier ácido nitroso resi-
dual y la solución resultante del compuesto diazótico se añade
10. a una solución de 6,9 partes de N-etil-N-(β-carboxietil)-m-
toluidina en 100 partes de agua, conteniendo suficiente ácido
clorhídrico para disolver el compuesto amino, manteniéndose
en 0 - 5°C la temperatura de la mezcla resultante, por enfria-
miento externo. La mezcla se agita durante 30 minutos y el co-
lorante precipitado se filtra, se lava con agua y se seca.
15.

El colorante tinte los materiales textiles de poli-
ésteres aromáticos en tonalidades azules que poseen excelente
solidez a la luz, a los tratamientos térmicos en seco y al
frotado.
20.

La siguiente Tabla proporciona otros ejemplos de co-
lorantes azóicos de la invención, que se obtienen reemplazando
las 13,8 partes del compuesto azóico empleado en el ejemplo 1
por cantidades equivalentes de los compuestos azóicos de fór-
mula:
25.





en la que los distintos símbolos tienen los valores dados en las columnas respectivas de la Tabla. Los colorantes resultantes que corresponden a la fórmula anterior en la que L¹ y L² son ambos ciano, cuando se aplican a materiales textiles de

5. poliésteres aromáticos, proporcionan las tonalidades indicadas en la última columna de la Tabla.

EJEM PLO	L ¹	L ²	Z	X	Y	A	R	TONALIDAD
3	cloro	cloro	nitro	hidrógeno	hidrógeno	etileno	β -ciano- etilo	rojo-azu- lado
4	"	"	"	"	metilo	"	β -hidro- xietilo	azul-roji- zo
5	bromo	bromo	"	"	hidrógeno	"	β -meto- xicarbo- nietilo	violeta
6	"	cloro	"	"	"	"	n-butilo	azul-roji- zo
7	ciano	"	"	"	etoxi	"	etilo	"
8	"	bromo	"	metoxi	metoxi	"	hidrógeno	Azul
9	cloro	cloro	"	"	metilo	"	etilo	Azul-ver- doso
10	"	"	"	hidró- geno	hidrógeno	"	β -carbo- xietilo	Violeta
11	"	"	"	"	metilo	"	β -aceto- xietilo	Azul-roji- zo
12	bromo	bromo	"	"	hidrógeno	"	β -etoxi- etilo	"
13	cloro	cloro	N-metil- sulfamoilo	"	"	"	n-butilo	rojo-azu- lado
14	"	"	cloro	"	metilo	"	bencilo	rojo
15	bromo	bromo	bromo	"	hidrógeno	"	β -Fenil- etilo	"
16	"	"	ciano	"	cloro	"	β -ciano- etilo	escarlata



EJEM PLO	L ¹	L ²	Z	X	Y	A	R	TONALIDAD
17	bromo	bromo	metilo	hidrógeno	hidrógeno	etileno	β -ciano- etilo	naranja
18	"	"	sulfamo- ilo	hidrógeno	metilo	"	etilo	rojo-azu- lado
19	"	"	N:N-dietil sulfamoilo	"	hidró- geno	"	β -hidro- xietilo	"
20	"	"	N-etil- sulfamoilo	"	metilo	"	β -ciano- etilo	"
21	"	"	hidrógeno	"	hidróge- no	tetra- metileno	n-butilo	rojo
22	"	"	metoxi	"	"	etileno	β -hidroxi etilo	Naranja
23	"	"	trifluor- metilo	"	metilo	"	etilo	rojo-azu- lado
24	"	"	etilsul- fonilo	metilo	hidróge- no	tetra- metileno	n-propilo	"

N O T A
=====

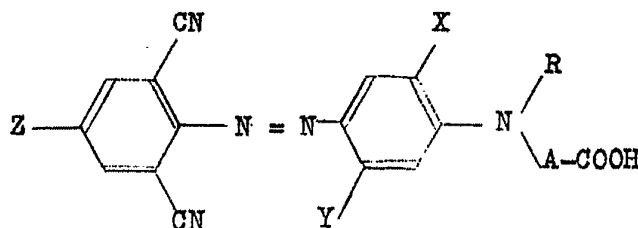
- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Inglaterra con el nº 41.729/72 de 8 de septiembre 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 OBTENCION DE COLORANTES MONO-
- 5.
- 10.



AZOICOS DISPERSOS; caracterizándose por lo siguiente:

1.- Procedimiento para la obtención de colorantes monoazóicos dispersos, libres de grupos ácido sulfónico y grupos ácido carboxílico adicionales, de fórmula:

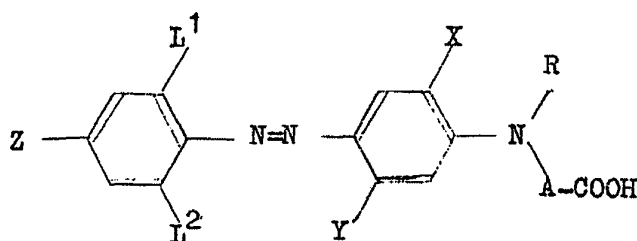
5.



en la que A es un radical alquileno de 2 a 6 átomos de carbono; R es un átomo de hidrógeno o un radical alquilo inferior opcionalmente sustituido o un grupo -ACOOH; X e Y representan, independientemente, hidrógeno, cloro, bromo, alquilo inferior o alcoxi inferior; y Z es hidrógeno, cloro, bromo, alquilo inferior, alcoxi inferior, trifluormetilo, nitro, ciano, alquilsulfonilo inferior opcionalmente sustituido o sulfonamido opcionalmente sustituido; caracterizado porque comprende hacer reaccionar un compuesto azóico que está libre de grupos ácido sulfónico y grupos ácido carboxílico adicionales, de fórmula:

10.

15.



en la que L¹ es cloro, bromo o ciano, L² es cloro o bromo y A, R, X, Y y Z se definen como anteriormente, con cianuro cuproso, en presencia de un líquido orgánico aprótico polar y opcionalmente en presencia de una base.

20.

2.- Procedimiento para la obtención de colorantes



monoazóicos dispersos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 12 hojas escritas a máquina por una sola cara.

5.

Madrid,

- 6 SEP 1973

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

ALFONSO TORRES Y MUÑOZ
p. Firmado: L. Gasia Fernández