

PATENTE DE INVENCION

=====
ICI CASE No. Dd.25994-SPAIN (2)

Int. Cl. C09B

30

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COLORANTES MONOAZOICOS
CONTENIENDO COBRE DE LA SERIE CLORO-s-TRIAZINA.

=====

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

=====

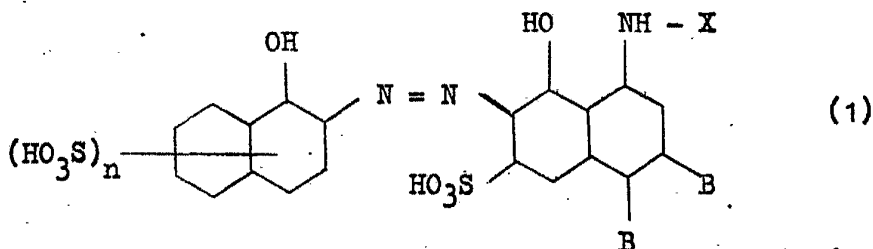
Esta invención se relaciona con un procedimiento
para la obtención de nuevos colorantes reactivos y, en par-
ticular, para la obtención de nuevos colorantes monoazóicos
conteniendo cobre de la serie cloro-s-triazina.

5

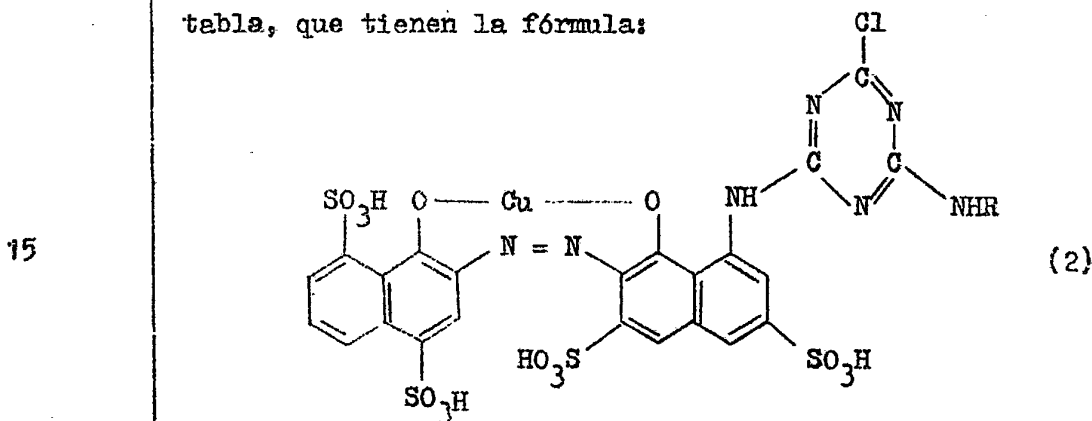
La Patente británica No. 950.871 describe y rei-



vindica, inter alia, compuestos de cobre de colorantes mono-
azóicos de fórmula:



5 en la que uno de los símbolos B representa hidrógeno y el otro
un grupo ácido sulfónico, X representa un radical 1:3:5-tri-
azina por lo menos monohalogenado y n representa 1 ó 2. En di-
cha patente se describen un número de tales colorantes y a pe-
sar de que los mismos poseen excelente solidez a la luz bajo
las condiciones usuales, es decir en atmósfera seca o ligera-
mente húmeda, los colorantes tienen una solidez a la luz sor-
prendentemente pobre cuando se humedecen en especial bajo con-
10 diciones ligeramente alcalinas. Por ejemplo, los colorantes
monocloro-s-triazina descritos en los ejemplos 5 y 6 y en la
tabla, que tienen la fórmula:



15 en la que R representa hidrógeno, m-sulfofenilo ó 2,5-disulfo-
fenilo, tienen una solidez a la luz, como normalmente se mide
en estado seco, de 6 ó superior y una solidez a la luz de so-
lamente 1 a 3 cuando se humedecen con una solución a pH 9.



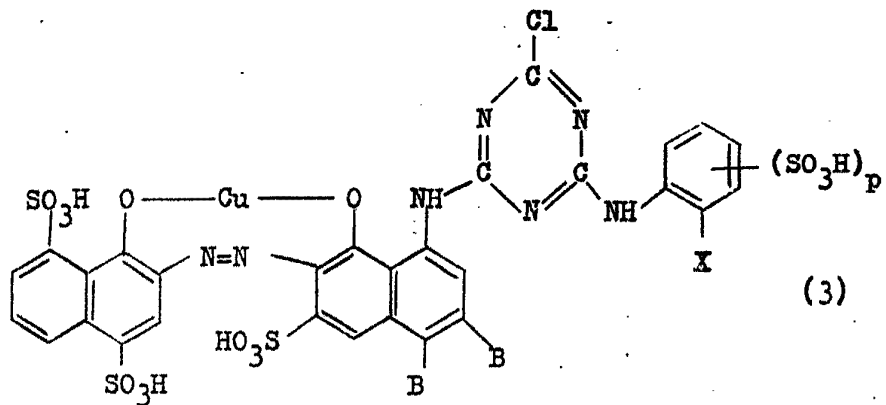
Este rápido debilitamiento bajo condiciones húmedas es altamente desventajoso cuando los colorantes se aplican a artículos de vestir o materiales que con frecuencia han de ser lavados y colgados a la luz del sol para su secado.

5

Se ha encontrado ahora que puede llevarse a cabo una mejora en esta propiedad, afectando de forma considerable a otras propiedades ventajosas, tales como solidez al lavado, a la luz en estado seco o a la facilidad de lavado después del proceso de secado o estampado, mediante una elección adecuada del radical representado por R en los compuestos de la fórmula (II) anterior y en colorantes de estructura similar.

10

De acuerdo con la presente invención, se proporcionan colorantes de fórmula:

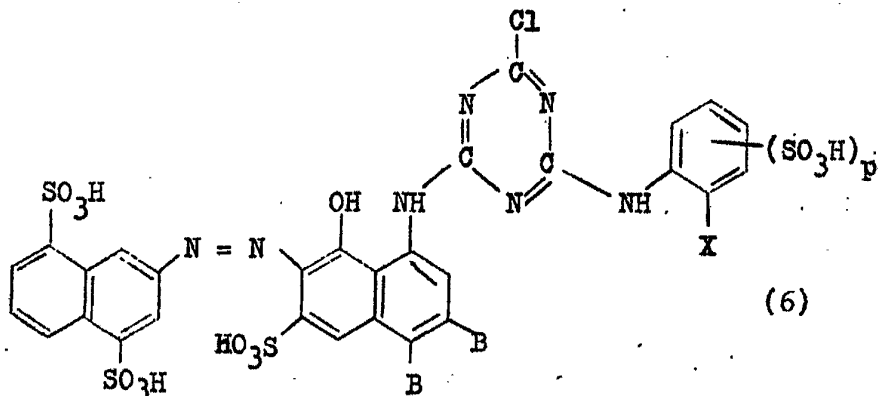


15

en la que p es 0 ó 1; uno de los símbolos B es H y el otro es SO₃H; y X es CH₃, OCH₃ ó Cl.

El procedimiento de la invención para preparar dichos colorantes, comprende someter un compuesto monoazóico de fórmula:

20



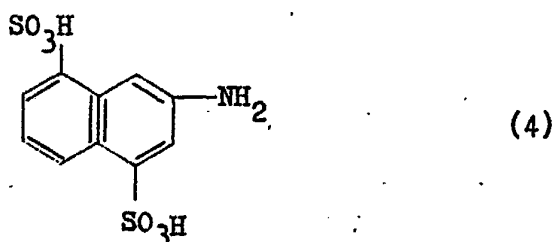


a un tratamiento oxidante con cobre.

Este proceso puede efectuarse calentando el compuesto monoazóico en una solución acuosa con una sal de cobre, por ejemplo, sulfato o acetato de cobre, y un agente oxidante, por ejemplo, peróxido de hidrógeno.

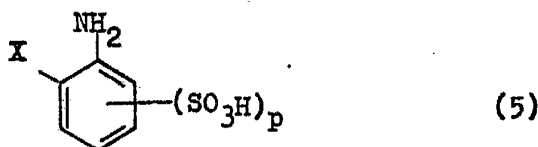
5

Los compuestos aminoazóicos de fórmula (6) pueden obtenerse por copulación de una amina diazotada de fórmula:



con ácido 1-amino-8-naftol-3,6- ó 4,6-disulfónico y condensación del producto monoazóico resultante con el producto de condensación de cloruro cianúrico y una amina de fórmula:

10



Alternativamente, se puede condensar primero el cloruro cianúrico con dicho producto monoazóico y luego con la amina de fórmula (5); o se puede condensar en cualquier orden con la amina de fórmula (5) y con el ácido aminonaftoldisulfónico, copulándose el producto resultante con una amina diazotada de fórmula (4). Según otra posibilidad, se copula la amina diazotada de fórmula (4) con el producto de condensación de cloruro cianúrico y ácido aminonaftoldisulfónico y se condensa el producto con la amina de fórmula (5).

15

20

Los nuevos colorantes pueden aislarse de las mezclas de reacción en las cuales se han formado, por los métodos nor-



malmente utilizados en la técnica, por ejemplo : salificación seguido por filtración y secado o mediante secado por aspersión del licor total de reacción. Si se desea, pueden añadirse, para los fines de formulación, estabilizadores, por ejemplo mezclas de hidrogenofosfato de metales alcalinos, y diluyentes, por ejemplo, sal o urea.

Los nuevos colorantes son unos colorantes reactivos valiosos para lana, seda, nylon pero más particularmente para materiales textiles celulósicos los cuales son teñidos, cuando el colorante se aplica en combinación con un álcali, en tonalidades azul rojizas brillantes de excelente solidez al lavado y a la luz, teniendo una solidez a la luz más notable bajo condiciones húmedas que es mucho más elevada que la que poseen los colorantes de estructura similar descritos en la Patente británica No. 950.871.

La invención se ilustra por los siguientes ejemplos en los cuales las partes y porcentajes son en peso.

EJEMPLO 1

Una solución de 1,9 partes de cloruro cianúrico en 10 partes de acetona se añade a una solución de 3,65 partes de la sal disódica del ácido 1-amino-8-naftol-3,6-disulfónico en 50 partes de hielo-agua. La suspensión se agita a 0-5°C hasta completarse la reacción y se filtra el cloruro cianúrico sin reaccionar. Se añade entonces una suspensión de la sal de diazonio preparada a partir de 3 partes de ácido 2-naftilamina-4,8-disulfónico en 50 partes de agua y el pH de la mezcla se eleva a 4,5-5 con una solución de carbonato sódico. Una vez completa la copulación, se añade una solución de 1,9 partes de ácido 2-aminotolueno-4-sulfónico en 20 partes de agua y la mezcla se calienta a 40°C durante 6 horas manteniendo



el pH entre 5 y 7 por la adición de carbonato sódico acuoso. Una vez completa la condensación, se añaden 10 partes de una solución 2N de sulfato de cobre, se añaden entonces 17 partes de una solución de peróxido de hidrógeno en 20 volúmenes durante una hora manteniendo el pH de la mezcla en 4,5-5 por la adición de acetato sódico. La solución se agita a 20-25°C durante 2 horas y el producto se precipita por la adición de cloruro potásico.

EJEMPLO 2

Se obtiene un producto idéntico al obtenido por el método del ejemplo 1, si la condensación del ácido 2-aminotolueno-4-sulfónico con ácido 1-(4',6'-dicloro-s-triazinil)-amino-8-naftol-3,6-disulfónico se realiza antes de la copulación con la sal de diazonio del ácido 2-naftilamina-4,8-disulfónico y cupración oxidante.

La siguiente tabla muestra la solidez a la luz de un número de colorantes obtenido de forma similar a la indicada en los ejemplos 1 y 2. La columna 2 muestra la amina de fórmula (4) empleada como componente diazótico. La columna 3 indica el ácido aminonaftoldisulfónico empleado como componente de copulación. La columna 4 indica la amina de fórmula (5). La columna 5 proporciona la solidez a la luz, medida en un género de algodón tejido a una profundidad normalizada y sumergido en una solución tampón a pH 9. El standard comparativo empleado fué el juego usual ISO de géneros teñidos, expuestos en una atmósfera de aire mantenida a $30 \pm 10^{\circ}\text{C}$ y una humedad efectiva del $45 \pm 5\%$.



I Ejemplo	II	III	IV	V
3	Acido 2-naftilemina-4,8-disulfónico	Acido 1-amino-8-naftol-3,6-disulfónico	o-toluidina	4
4	"	"	o-anisidina	4-5
5	"	"	o-cloroanilina	4
6	"	"	Acido 2-amino-tolueno-4-sulfónico	3-4
7	"	"	Acido 2-metoxi-anilina-5-sulfónico	3-4
8	"	"	Acido 2-amino-tolueno-5-sulfónico	3-4
9	"	Acido 1-amino-8-naftol-4,6-disulfónico	"	3-4
10	"	"	o-anisidina	4
11	"	"	o-cloroanilina	4
12	"	"	Acido 2-cloro-anilina-4-sulfónico	4

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 14.848/73 de 28 de marzo de 1.973, acciéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Con-

5

10

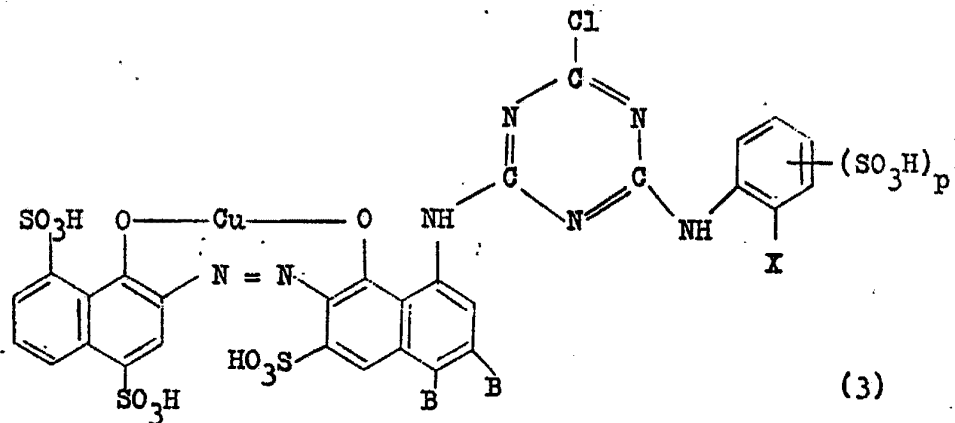


venios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COLORANTES MONOAZOICOS CONTENIENDO COBRE DE LA SERIE CLORO-s-TRIAZINA; caracterizándose por lo siguiente:

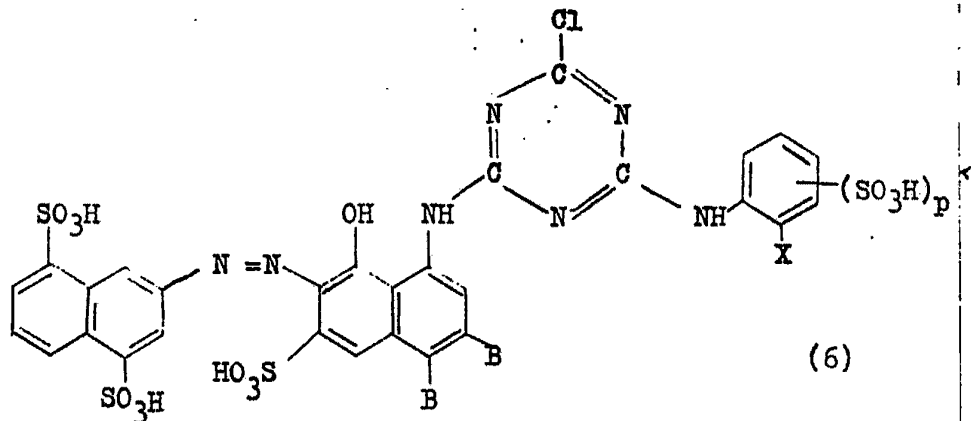
5

1.- Procedimiento para la obtención de colorantes monoazóicos conteniendo cobre de la serie cloro-s-triazina, de fórmula:

10



en la que p es 0 ó 1; uno de los símbolos B es H y el otro es SO₃H; y X es CH₃, OCH₃ ó Cl; caracterizado porque comprende someter un compuesto monoazóico de fórmula:



15

Handwritten signature

a un tratamiento oxidante con cobre.



2.- Procedimiento para la obtención de colorantes monoazóicos conteniendo cobre de la serie cloro-s-triazina, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

5

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

Madrid, 28 MAR. 1974

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

L. GÓMEZ ACEBO Y MODET
p. p. Firmado: L. Gesta Fernández