

PATENTE DE INVENCION

ICI CASE Dd.26397-SPAIN.



CO9B//D.O.G.P

429448

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.8, Inglaterra.

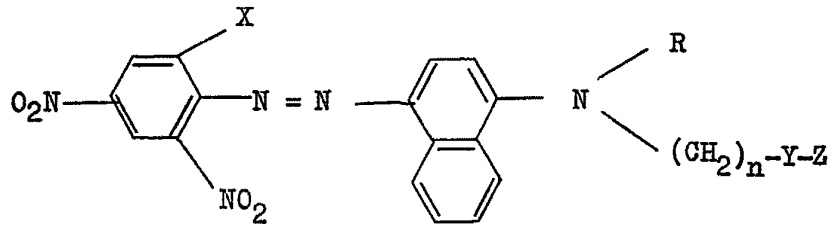
Esta invención se relaciona con un procedimien-
to para preparar colorantes monoazóicos dispersos que son
valiosos para teñir materiales textiles sintéticos, en
particular materiales textiles de poliésteres aromáticos.

5

Según la invención, se proporcionan colorantes

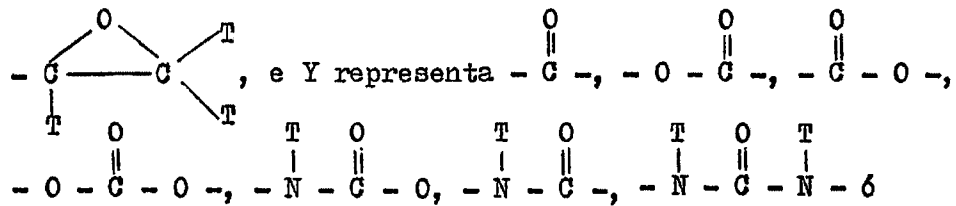


monoazóicos dispersos de fórmula:



5 en la que X es cloro, bromo, nitro, ciano o acilo; R es un radical alquenilo, alquilo, cloroalquilo, bromoalquilo, cianoalquilo, alcoxialquilo, ariloxialquilo o arilalquilo o un grupo $-(\text{CH}_2)_n-\text{Y}-\text{Z}$ en donde n es un entero de 2 a 8, Z es un radical alquilo, cloroalquilo, bromoalquilo, cianoalquilo, alcoxialquilo, ariloxialquilo, arilalquilo o arilo opcionalmente sustituido o un radical heterocíclico, o Y y Z forman

10 conjuntamente un anillo heterocíclico oxigenado de fórmula:



15 $-\text{N}-\text{SO}_2-$, en donde T es un átomo de hidrógeno o un radical alquilo.

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

20 Los radicales alquenilo representados por R son preferiblemente radicales alquenilo inferior que contienen de 3 a 8 átomos de carbono, tales como los radicales crotenilo y alilo. Los radicales alquilo representados por R, Z y T son



preferiblemente radicales alquilo inferior tales como metilo, etilo, propilo y butilo. Los radicales cloroalquilo y bromoalquilo representados por R y Z son preferiblemente radicales cloroalquilo inferior y bromoalquilo inferior, tales como

5 β -(cloro- ó bromo-)etilo y β - y γ -cloropropilo. Los radicales cianoalquilo representados por R y Z son preferiblemente radicales cianoalquilo inferior, tal como β -cianoetilo.

Los radicales alcoخالquilo representados por R y Z son preferiblemente radicales alcoxi(inferior)alquilo(inferior), tal

10 como β -etoxietilo y γ -metoxipropilo. Los radicales ariloxialquilo representados por R y Z son preferiblemente radicales fenoxialquilo inferior, tal como β -fenoxietilo. Los radicales arilalquilo representados por R y Z son preferiblemente radicales fenilalquilo inferior, tales como bencilo y β -feniletilo.

15 Los radicales arilo opcionalmente sustituidos representados por Z son preferiblemente radicales fenilo y fenilo sustituido, tales como tolilo, xililo, anisilo, clorofenilo y bromofenilo. Como ejemplo de un radical heterocíclico opcionalmente sustituido, representado por Z, se puede mencionar el

20 tetrahidrofurfurilo.

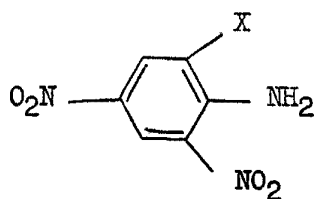
Con preferencia R es un radical alquilo inferior. Igualmente, se prefiere que n sea un entero de 2 a 6 y sobre todo que tenga un valor de 2.

Los radicales acilo representados por X son preferiblemente radicales alquilcarbonilo inferior, tal como acetilo

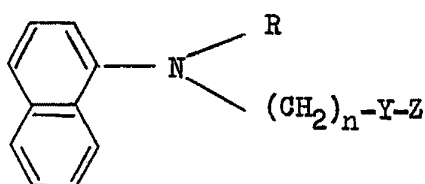
25 o propionilo, o radicales arilcarbonilo monocíclicos, tal como benzoilo.

El procedimiento de la invención para preparar los citados colorantes monoazóicos, comprende diazotar una amina

30 de fórmula:



y copular el compuesto diazónico resultante con un componente de copulación de fórmula:



5 en la que X, R, Y, Z y n se definen como anteriormente.

El procedimiento se puede efectuar convenientemente añadiendo dicha amina a una solución de ácido nitrosil-sulfúrico, destruyendo si se desea el ácido nitroso residual presente por adición de ácido sulfámico, y añadiéndose entonces la solución o dispersión resultante del compuesto diazónico a una solución de componente de copulación en agua conteniendo un ácido y/o un líquido orgánico soluble en agua. Si es necesario, el pH de la mezcla se ajusta entonces para facilitar la copulación y, una vez terminada la misma, el colorante precipitado se filtra, se lava con agua y se seca.

15 Como ejemplos de dichas aminas se pueden mencionar: 2:4-dinitro-6-(cloro-, bromo-, ciano, acetil- ó benzoil)anilina y 2:4:6-trinitroanilina.

20 Como ejemplos de dichos componentes de copulación, se pueden mencionar:



N-metil-N-(α -metoxicarboniletíl)-1-naftilamina,
N-etil-N-(β -etoxicarboniletíl)-1-naftilamina,
N-(β -cianoetil)-N- β -(β' -metoxietoxicarbonil)etil-1-naftil-
amina,
N-(β -metoxietíl)-N-(β -metoxicarbonilaminoetil)-1-naftilamina,
5 N-etil-N-(β -metilsulfonilaminoetil)-1-naftilamina,
N-metil-N-(β -benciloxicarboniletíl)-1-naftilamina, y
N-metil-N-(ω -butilcarboniloxibutíl)-1-naftilamina.

Los colorantes monoazóicos de la invención se pueden
aplicar a materiales textiles sintéticos mediante procesos de
10 teñido, impregnación o estampado, empleando las condiciones
que tradicionalmente se emplean en la aplicación de colorantes
dispersos a materiales textiles sintéticos. Dichos materiales
textiles pueden estar en forma de fibras o filamentos o en
forma de artículos tejidos o de punto. Como ejemplos de di-
chos materiales textiles, se pueden mencionar acetato de celu-
15 losa, tal como triacetato de celulosa, materiales textiles,
poliamida, tal como polihexametilenadipamida, y preferiblemen-
te materiales textiles de poliésteres aromáticos, en particu-
lar materiales textiles de tereftalato de polietileno.

Los colorantes monoazóicos de la invención poseen
20 excelentes propiedades de afinidad y formación sobre materia-
les textiles sintéticos, en particular de poliésteres aromá-
ticos, de modo que pueden obtenerse profundas tonalidades,
teniendo la coloración azul resultante buena solidez a la luz
y a los tratamientos con calor seco y en húmedo.
25

La invención se ilustra, pero no se limita, por
los siguientes ejemplos, en los cuales las partes y porcenta-
jes se expresan en peso.

EJEMPLO 1

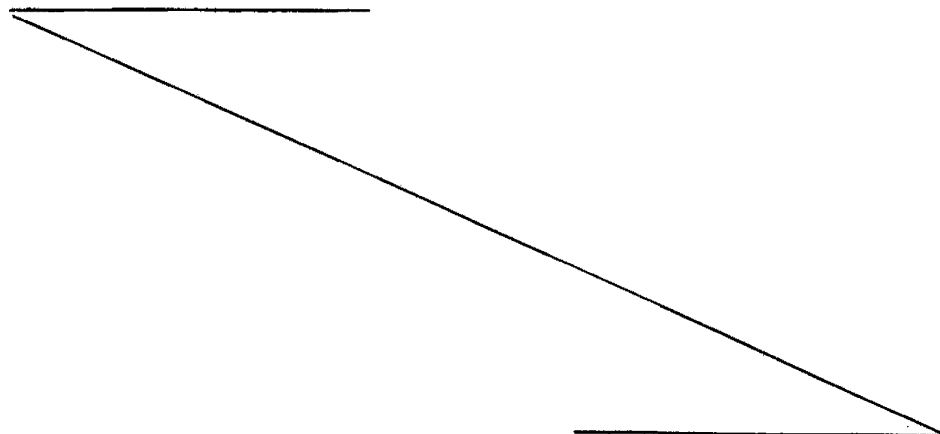
30 Se añaden, durante 30 minutos, 10,48 partes de 2:4-



dinitro-6-bromoanilina a una solución de ácido nitrosulfúrico (obtenida disolviendo 2,8 partes de nitrito sódico en 40 partes de ácido sulfúrico), manteniéndose la temperatura por debajo de 25°C mediante enfriamiento externo, y la mezcla se agita entonces durante 1 hora a 20-25°C. La solución resultante del compuesto diazónico se añade entonces a una solución de 9,7 partes de N-metil-N-(β -metoxicarboniletíl)-1-naftilamina en una mezcla de 100 partes de hielo y 100 partes de ácido acético y la mezcla se agita entonces durante 1 hora a 10°C. El colorante precipitado se filtra, se lava con agua y se seca.

Quando se dispersa en un medio acuoso, el colorante tiñe los materiales textiles de poliésteres aromáticos en profundas tonalidades azules que muestran buena solidez a la luz.

La siguiente tabla proporciona otros ejemplos de los colorantes de la invención, que se obtienen diazotando las aminas indicadas en la segunda columna de la tabla y copulando con los componentes de copulación mostrados en la tercera columna de la tabla, empleando un método similar al descrito en el ejemplo 1. En todos los casos, se obtienen tonalidades azules cuando los colorantes se aplican a un material textil de poliéster aromático.





EJEMPLO	AMINA	COMPONENTE DE COPULACION
2	2:4-dinitro-6-cloroanilina	N-metil-N-(β -metoxicarboniletil)-1-naftilamina
3	2:4-dinitro-6-bromoanilina	N-etil-N-(β -metoxicarboniloxietil)-1-naftilamina
4	"	N-metil-N-(β -metoxicarboniloxietil)-1-naftilamina
5	"	N-metil-N-(β -etoxicarbonilaminoetil)-1-naftilamina
6	"	N-metil-N-(β -metilcarbonilaminoetil)-1-naftilamina
7	"	N-metil-N-(β -fenilureidoetil)-1-naftilamina
8	"	N-metil-N-(β -p-tolilsulfonilaminoetil)-1-naftilamina
9	"	N-etil-N-(β : γ -epoxipropil)-1-naftilamina
10	"	N-metil-N-(ω -metilcarbonilaminohexil)-1-naftilamina
11	"	N-metil-N-(ω -metoxicarbonilhexil)-1-naftilamina
12	"	N-bencil-N-(β -metoxicarboniletil)-1-naftilamina
13	2:4-dinitro-6-cloroanilina	N-metil-N- β -(β' -metoxietoxicarbonil)etil-1-naftilamina
14	"	N-metil-N- β -(fenoximetilcarboniloxi)etil-1-naftilamina
15	"	N-(β -cianoetil)-N-(β -metilcarboniloxi)etil-1-naftilamina
16	"	N-metil-N-(β -fenoxicarboniloxietil)-1-naftilamina
17	2:4-dinitro-6-bromoanilina	N-metil-N- β -(clorometilcarboniloxi)etil-1-naftilamina
18	"	N-metil-N-(β -benzoilaminoetil)-1-naftilamina
19	"	N-metil-N- β -(β' -metoxietoxicarboniloxi)etil-1-naftilamina



EJEMPLO	AMINA	COMPONENTE DE COPULACION
20	2:4-dinitro-6-bromoanilina	N-etil-N-(β -benzoiloxietil)-1-naftilamina
21	2:4:6-trinitroanilina	N-metil-N-(β -metilcarboniloxietil)-1-naftilamina
22	2:4-dinitro-6-cloroanilina	N-metil-N-(β -butiloxicarboniletal)-1-naftilamina
23	"	N-metil-N-(β -hexiloxicarboniletal)-1-naftilamina
24	"	N-metil-N-(β -fenoxicarboniloxietal)-1-naftilamina
25	"	N-metil-N- β -(tetrahidrofur-2-ilmetoxicarboniloxi)etal-1-naftilamina
26	"	N-metil-N-(ω -fenilsulfonilaminohexil)-1-naftilamina
27	"	N-metil-N-(β -cianometoxicarboniletal)-1-naftilamina
28	"	N-metil-N- β -(β' -cloroetoxicarbonil)etal-1-naftilamina
29	2:4-dinitro-6-bromoanilina	N-alil-N-(β -metoxicarboniletal)-1-naftilamina
30	"	N-alil-N- β -(β' -metoxietoxicarbonil)etal-1-naftilamina
31	"	N-(γ -metoxipropil)-N-(β -etoxicarboniletal)-1-naftilamina
32	"	N-(β -fenoxietal)-N-(β -metoxicarboniletal)-1-naftilamina
33	"	N:N-bis(β -metoxicarboniletal)-1-naftilamina
34	"	N:N-bis(β -butoxicarboniletal)-1-naftilamina
35	"	N:N-bis(β -acetiloxietal)-1-naftilamina
36	"	N:N-bis(β -metoxicarboniloxietal)-1-naftilamina
37	"	N:N-bis- β -(β' -metoxietoxicarbonil)etal-1-naftilamina



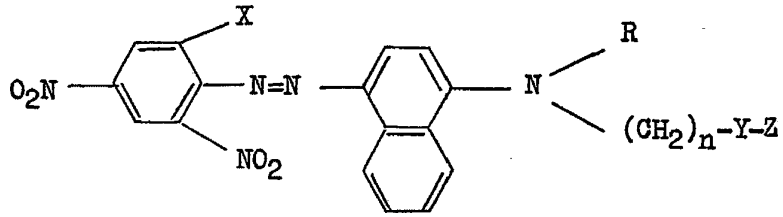
EJEMPLO	AMINA	COMPONENTE DE COPULACION
38	2:4-dinitro-6-bromoanilina	N-metil-N-(β -acetiloxietil)-1-naftilamina
39	"	N-bencil-N-(β -acetiloxietil)-1-naftilamina
40	2:4:6-trinitroanilina	N:N-bis(β -(β' -metoxietoxicarbonil)etil)-1-naftilamina
41	"	N-metil-N-(β -metoxicarboniletal)-1-naftilamina
42	2:4-dinitro-6-acetilani- lina	"
43	2:4-dinitro-6-benzoilani- lina	"
44	2:4-dinitro-6-cianoanilina	"

NOTA

5 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 39.772/73 de 22 de agosto de 1.973, accogiéndose 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
10 PARA LA OBTENCION DE COLORANTES MONOAZOICOS DISPERSOS; caracterizándose por lo siguiente:

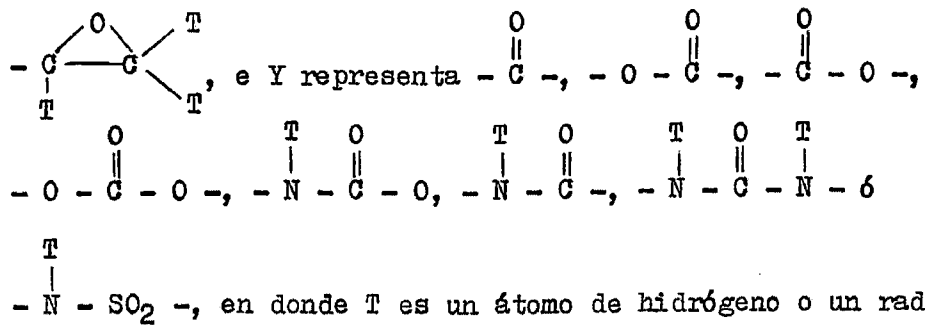


1.- Procedimiento para la obtención de colorantes monoazóicos dispersos, de fórmula:

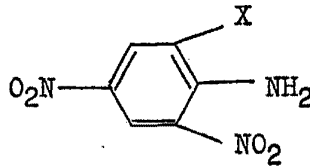


5 en la que X es cloro, bromo, nitro, ciano o acilo; R es un radical alqueno, alquilo, cloroalquilo, bromoalquilo, cianoalquilo, alcoxialquilo, ariloxialquilo o arilalquilo o un grupo $-(CH_2)_n-Y-Z$ en donde n es un entero de 2 a 8, Z es un radical alquilo, cloroalquilo, bromoalquilo, cianoalquilo, alcoxialquilo, ariloxialquilo, arilalquilo o arilo

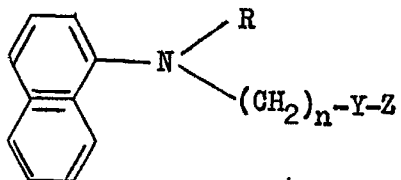
10 opcionalmente sustituido o un radical heterocíclico, o Y y Z forman conjuntamente un anillo heterocíclico oxigenado de fórmula:



fórmula:



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



en donde X, R, Y, Z y n se definen como anteriormente.

5

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

Esta Memoria consta de 11 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 15 OCT. 1974

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

J. GOMEZ ACEDO Y IGSEY
p. p. Firmado: L. Gascón Fernández