

3. 1911

PATENTE DE INVENCION

ICI CASE Dd. 27299-SPAIN

Int. Cl. <sup>2</sup> <u>C 0 9 B</u>

## *Memoria Descriptiva*

*sobre:*

PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR COLORANTES MONOAZOICOS  
SOLUBLES EN AGUA.

-----

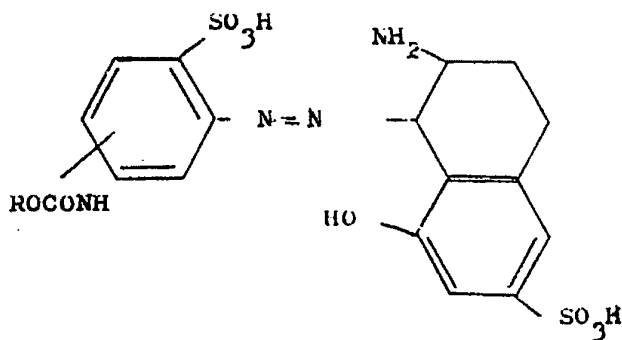
*Solicitante:* IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad británica, residente en Imperial Chemical House, Millbank, London, S.W.1., Inglaterra.

-----

Esta invención se relaciona con un procedimiento para preparar colorantes monoazoicos útiles para su aplicación a materiales textiles.

Según la invención, se propor-

cionan colorantes monoazoicos solubles en agua que, en forma de los ácidos libres, tienen la fórmula general:



en la que el grupo ROCONH- se encuentra en la posición 4 o 5 con respecto al grupo azoico y R representa un radical alquilo, cicloalquilo o aralquilo que contiene de 2 a 12 átomos de carbono.

15 Como ejemplos de radicales alquilos representados por R, se mencionan los radicales etilo, isopropilo, butilo, amilo, isoamilo, hexilo, octilo, decilo y dodecilo. Como ejemplos de radicales cicloalquilos representados por R, pueden mencionarse los radicales ciclohexilo, 2-metilciclohexilo, 3-metilciclohexilo y 4-metilciclohexilo. Como  
20 ejemplos de radicales aralquilo representados por R, se pueden mencionar bencilo y  $\beta$ -feniletilo.

Es preferible que R sea un radical que contenga de 4 a 8 átomos de carbono.

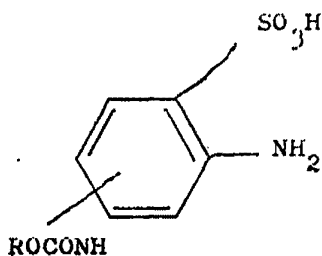
25 El procedimiento de la invención para preparar los citados colorantes monoazoicos, comprende diazotar ácido 4- o 5- nitroanilina-2-sulfónico, copular el compuesto diazoico resultante con ácido 2-amino-8-hidroxinaftaleno-6-sulfónico bajo condiciones ácidas, reducir el grupo nitro a  
30 un grupo amino y hacer reaccionar el producto con un éster

clorofórmico de fórmula:



en donde R se define como anteriormente.

Asimismo, los colorantes se pueden obtener diazotando una amina primaria de fórmula:



en la que el grupo  $\text{ROCONH}$ - se encuentra en la posición 4 o 5 con respecto al grupo amino y R se define como anteriormente, tras lo cual se copula el compuesto diazoico resultante con ácido 2-amino-8-hidroxinaftaleno-6-sulfónico bajo condiciones ácidas. La amina primaria se puede obtener haciendo reaccionar ácido 1,4- o 1,5- diaminobenceno-2-sulfónico bajo condiciones neutras, con un ester clorofórmico de fórmula:



Las reacciones que conducen a la formación de los colorantes de la invención, se pueden llevar a cabo utilizando condiciones que ya han sido totalmente descritas en la técnica anterior para tales reacciones. Similarmemente, los colorantes se pueden aislar por métodos conocidos y, como en el caso de otros colorantes que contienen grupos ácido sulfónico, con frecuencia es conveniente aislar y utilizar los colorantes en forma de sus sales solubles en agua, particularmente sus sales de metal alcalino o amonio y en especial las sales sódicas. Debe entenderse que la invención se relaciona con los colorantes tanto en su forma de

ácido libre como en su forma de sal.

Los colorantes de la invención, opcionalmente en forma de mezclas, son particularmente adecuados para su aplicación a materiales textiles de poliamida sintética, por ejemplo nylon 66, nylon 6 y nylon 11, utilizando cualquiera de los métodos generales conocidos para la aplicación de colorantes ácidos a tales materiales. Los colorantes proporcionan tonalidades rojas que poseen un elevado grado de solidez a los tratamientos en húmedo y a la luz. En especial, son adecuados para el teñido de nylon de teñido diferencial sobre los cuales exhiben un elevado contraste. Se encuentran disponibles varios tipos de nylon de teñido diferencial. Estos incluyen los nylons fabricados variando las proporciones de grupos amino terminales, nylons que contienen varios aditivos poliméricos que incrementan o reducen la afinidad de la fibra para los colorantes ácidos y nylons teñibles básicamente.

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

EJEMPLO 1

Una solución de 5,6 partes de la sal sódica del ácido 1-(4'-aminofenilazo)-2-amino-8-hidroxinaftaleno-2',6-disulfónico (preparado por copulación de ácido 4-nitroanilina-2-sulfónico diazotado con ácido 2-amino-8-hidroxinaftaleno-6-sulfónico bajo condiciones acídicas, seguido por reducción del grupo nitro con sulfuro sódico bajo condiciones alcalinas) en 70 partes de agua, se ajusta un pH de 7-8 con una solución de hidróxido sódico al 8%, a 20°C. Se añaden, con agitación, en 30 minutos 6,2 partes de cloroformato de 4-

5 metilciclohexilo, con la adición simultánea de solución de hidroxido sódico al 8% a una velocidad que mantenga el pH de la mezcla de reacción en 7-8. La mezcla de reacción se agita durante 4 horas, a 20°C y pH 7-8 y se añade luego cloruro sódico a una concentración del 10%. El producto precipitado se filtra y se seca.

10 Cuando se aplica a nylon de teñido diferencial, a partir de un baño neutro a debilmente ácido, se obtiene un teñido rojo brillante de elevado contraste con una solidez a la luz muy elevada.

15 El colorante de este ejemplo se puede preparar copulando ácido 4-(4'-metilciclohexiloxycarbonilamino) anilina-2-sulfónico diazotado (preparado por reacción de ácido 1,4-diamino-benceno-2-sulfónico con cloroformato de 4-metilciclohexilo bajo condiciones neutras) con ácido 2-amino-8-hidroxi-naftaleno-6-sulfónico bajo condiciones ácidas.

#### EJEMPLO 2

20 Si las 5,6 partes de la sal sódica del ácido 1-(4'-amino-fenilazo)-2-amino-8-hidroxi-naftaleno-2',6-disulfónico empleado en el ejemplo 1, se sustituyen por 5,6 partes de la sal sódica del ácido 1-(5'-aminofenilazo)-2-amino-8-hidroxi-naftaleno-2',6-disulfónico, se obtiene un colorante con propiedades similares el tiñe el nylon en tonalidades rojo amarillentas.

25 Se obtienen otros ejemplos de colorantes de la invención sustituyendo el cloroformato de 4-metilciclohexilo de los ejemplos 1 y 2 por cantidades equivalentes de cloroformato de etilo, cloroformato de propilo, cloroformato de butilo, cloroformato de amilo, cloroformato de isoamilo, 30 cloroformato de hexilo, cloroformato de octilo, cloroformato

de bencilo, cloroformato de ciclohexilo, cloroformato de  
2-metilciclohexilo, cloroformato de 3-metilciclohexilo,  
cloroformato de nonilo, cloroformato de decilo, cloroformato  
de undecilo o cloroformato de dodecilo.

5

NOTA .-

10

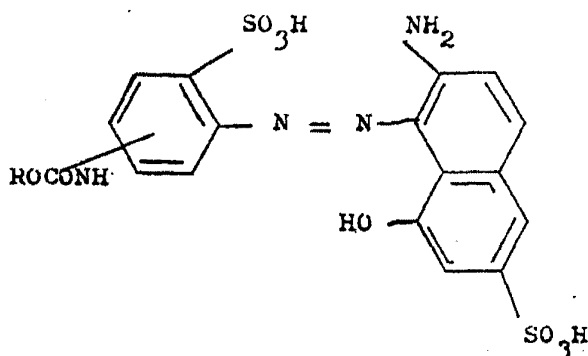
15

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo 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, bajo el número 41872/74, de fecha de 26 de septiembre de 1.974, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR COLORANTES MONOAZOICOS SOLUBLES EN AGUA; caracterizándose por lo siguiente:

20

1º.- Procedimiento para preparar colorantes monoazoicos solubles en agua que, en forma de ácido libre, tienen la fórmula general:

25



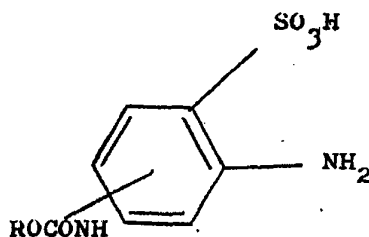
30

en la que el grupo ROCONH- se encuentra en la posición 4 o 5 con respecto al grupo azoico y R representa un radical alquilo, cicloalquilo o aralquilo que contiene de 2 a 12 átomos de carbono; caracterizado porque comprende diazotar ácido 4- o 5- nitroanilina-2-sulfónico; copular el compuesto diazoico resultante con ácido 2-amino-8-hidroxinaftaleno-6-sulfónico bajo condiciones ácidas; reducir el grupo nitro a un grupo amino; y hacer reaccionar el producto con un éster clorofórmico de fórmula:



en la que R se define como anteriormente.

2\*.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque comprende diazotar una amina de fórmula:



en la que el grupo ROCONH se encuentra en la posición 4 o 5 con respecto al grupo amino y R se define como anteriormente; y copular el compuesto diazoico resultante con ácido 2-amino-8-hidroxinaftaleno-6-sulfónico bajo condiciones ácidas.

3\*.- Procedimiento para preparar colorantes monoazoicos solubles en agua; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 7 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 26 SET. 1975

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

SOMEZ ACEBO Y MUDET

Firmado: L. Gasia Fernández