



ESPAÑA

(19) ES (11) NUMERO (10) A1
4524
FECHA DE PUBLICACION
8 OCT. 1976

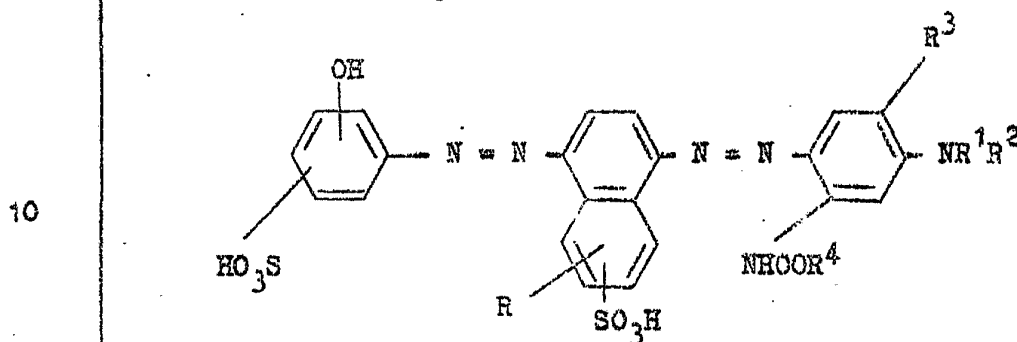
PATENTE DE INVENCIÓN

(30) PRIORIDADES.		
(31) NUMERO	(32) FECHA	(33) PAIS
41251/75	8 de octubre de 1975	INGLATERRA
Int. Cl. C09B 33/08		
(47) FECHA DE PUBLICACION	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C09B	
(59) TITULO DE LA INVENCIÓN		
PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR COLORANTES DISAZOICOS SOLUBLES EN AGUA.		
(71) SOLICITANTE (ES)		
IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
Imperial Chemical House, Millbank, Londres, S.W.1., Inglaterra.		
(72) INVENTOR (ES)		
BRIAN LAMBLE, DENIS ROBERT ANNESLEY RIDYARD.		
(73) TITULAR (ES)		
(74) REPRESENTANTE		
D. JAIME GOMEZ ACEBO		

1.4

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

Según esta invención, se proporcionan colorantes disazoicos solubles en agua que, en forma de los ácidos libres, tienen la fórmula general:



15 en la que el grupo ácido sulfónico del anillo A está en posición meta o para con respecto al grupo azo, R representa hidrógeno o hidroxilo, R¹ representa hidrógeno, alquilo, aralquilo o arilo opcionalmente sustituidos, R² representa hidrógeno o alquilo opcionalmente sustituido, R³ representa hidrógeno, halógeno, alquilo inferior o alcoxi inferior y R⁴ representa alquilo inferior o arilo.

20 Los términos "alquilo inferior" y "alcoxi inferior" usados en esta memoria significan grupos alquilo y alcoxi que tienen de 1 a 4 átomos de carbono.

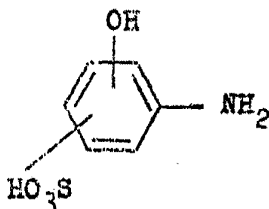
25 El grupo hidroxilo del anillo A está preferiblemente en la posición 2 y el grupo ácido sulfónico está en la posición 4 ó 5 con respecto al grupo azo.

30 Los radicales alquilo opcionalmente sustituidos que pueden estar representados por R¹ y R² incluyen, en particular, radicales alquilo inferior opcionalmente sustituidos, siendo sustituyentes adecuados halógeno, ciano, hidroxilo, alcoxi y al-

coxicarbonilo. Sustituyentes aralquilo que pueden estar representados por R^1 , incluyen bencilo.

El procedimiento de la invención para preparar los anteriores colorantes comprende diazotar una amina primaria de fórmula:

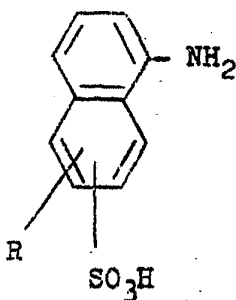
5



10

en la que el grupo ácido sulfónico está en posición meta o para con respecto al grupo amino, copular el compuesto diazo con un ácido aminonaftalenosulfónico de fórmula:

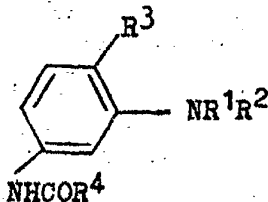
15



20

en la que R se define como anteriormente y diazotar luego el compuesto aminomonoazo y copular con un componente de copulación que contiene grupos amino, de fórmula:

25



30

en la que los radicales R^1 a R^4 se definen como anteriormente.

Acidos aminofenolsulfónicos adecuados para usarse en la preparación de los citados colorantes, incluyen ácido 2-aminofenol-4-sulfónico, ácido 2-aminofenol-5-sulfónico y ácido 4-aminofenol-2-sulfónico.

5 Acidos aminonaftalenosulfónicos adecuados para emplearse en la obtención de los citados colorantes, incluyen ácidos 1-naftilamina-5-, 6- y 7-sulfónicos y ácido 1-amino-5-hidroxinaftaleno-7-sulfónico.

Compuestos de copulación que contienen grupos amino, adecuados, incluyen:

- 10 3-acetilamino-N,N-dietilanilina,
3-acetilamino-N-etilanilina,
3-acetilamino-N- β -cianoetil-anilina,
3-acetilamino-N,N-bis- β -hidroxietilanilina,
15 3-benzoilamino-N,N-dietilanilina,
3-benzoilamino-N,N-bis- β -cianoetil-anilina,
3-benzoilamino-N- β -hidroxietilanilina,
3-benzoilamino-N-benzil-N-etilanilina,
5-acetilamino-2-metoxi-N-etilanilina,
20 5-acetilamino-2-metil-N,N-bis- β -cianoetil-anilina,
5-acetilamino-2-metil-N- β -hidroxietil-N-etilanilina,
5-acetilamino-2-metil-N- β -cianoetil-N-etilanilina,
5-acetilamino-2-metil-N-bencil-N-etilanilina,
5-acetilamino-2-metoxi-N- β -hidroxietil-N-etilanilina,
25 5-acetilamino-2-metoxi-N,N-dietilanilina,
5-acetilamino-2-metoxi-N,N-bis- β -hidroxietilanilina,
5-benzoilamino-2-metil-N-etilanilina,
5-benzoilamino-2-metil-N- β -cianoetil-anilina,
5-benzoilamino-2-metil-N,N-dietilanilina,
30 5-benzoilamino-2-metoxi-N,N-bis- β -cianoetil-anilina,

5-benzoilamino-2-metoxi-N- β -hidroxietil-N-etilanilina,
5-benzoilamino-2-metoxi-N- β -cianoetil-N-etilanilina,
5-benzoilamino-2-metoxi-N-bencil-N-etilanilina,
3-acetilamino-N-etil-N- β -acetoxietilanilina,
5 3-acetilamino-N,N-bis- β -acetoxietilanilina,
5-acetilamino-2-metil-N,N-bis- β -acetoxietilanilina,
5-benzoilamino-2-metoxi-N,N-bis- β -acetoxietilanilina,
3-acetilamino-N,N-bis- β -etoxicarboniletilanilina,
3-acetilamino-N-etil-N- β -etoxicarboniletilanilina,
10 3-acetilamino-N-etil-N- β -carboxietilanilina,
5-acetilamino-2-metoxi-N,N-bis- β -etoxicarboniletilanilina,
5-acetilamino-2-metoxi-N- β -carboxietilanilina,
5-acetilamino-2-metoxi-N- β -metoxietoxicarboniletilanilina,
5-benzoilamino-2-metoxi-N-etil-N- β -carboxietilanilina,
15 3-acetilamino-N- β -cloroetilanolina,
3-acetilamino-N,N-bis- β -cloroetilanolina,
5-acetilamino-2-cloro-N-etilanilina,
5-acetilamino-2-cloro-N-etil-N- β -hidroxietilanilina, y
5-acetilamino-2-metoxi-N- β -cianoetilanolina.

20 Las reacciones que conducen a la formación de los colorantes de la invención pueden realizarse usando las condiciones que ya han sido totalmente descritas en la técnica anterior. Similarmente, los colorantes pueden aislarse por métodos conocidos y, como en el caso de otros colorantes que contienen
25 grupos ácido sulfónico, con frecuencia es conveniente aislar y usar los colorantes en forma de sus sales solubles en agua, particularmente sus sales de metal alcalino o de amonio y en especial las sales sódicas. Debe entenderse que la invención se relaciona tanto con los ácidos libres como con sus sales.

30 Los colorantes de la invención son particularmente

adecuados para aplicarse a materiales textiles de poliamida, por ejemplo lana, nylon 66, nylon 6 y nylon 11, usando cualquiera de los métodos generales conocidos para la aplicación de colorantes ácidos a tales materiales. Pueden obtenerse tonalidades azul marino que tienen un alto grado de solidez a los tratamientos en húmedo y a la luz.

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 18,9 partes de ácido 2-aminofenol-4-sulfónico en 200 partes de agua y 13 partes de solución de hidróxido sódico al 40 %, se acidifica con 35 partes de ácido clorhídrico acuoso al 32 %, se enfría a 0-5°C y se diazota por adición de una solución de 6,9 partes de nitrito sódico en 50 partes de agua.

A la solución diazo agitada se añade una solución de 22,3 partes de ácidos 1-naftilemina-6- y 7-sulfónico mezclados en 300 partes de agua y 20 partes de solución de hidróxido sódico al 40 %. Después de completarse la copulación, el colorante aminomonoazo se aísla por adición de cloruro sódico, se filtra y se seca.

Se enfría a 0-5°C, una solución de 5,5 partes del anterior colorante aminomonoazo en 200 partes de agua y 1 parte de solución de hidróxido sódico al 40 % y se añade una solución de 0,7 partes de nitrito sódico en 5 partes de agua, seguido por 7 partes de ácido clorhídrico acuoso al 32 %. Después de agitar el diazo durante 30 minutos a 0-5°C, se añade una solución de 3 partes de 3-benzoilamino-N,N-dietilanilina en 200 partes de agua y 2 partes de ácido clorhídrico acuoso al 32 %. El

pH se ajusta luego a 7 con solución de carbonato sódico al 10,6% y después de terminarse la copulación, el colorante diazoico se precipita por adición de cloruro sódico, se filtra y se seca.

5 El producto tiñe las fibras de poliamida, a partir de un baño de teñido debilmente ácido, proporcionando tonalidades azul marino sobre nylon y lana de solidez muy buena a los tratamientos en húmedo y a la luz.

10 Se preparan otros ejemplos de colorantes de la invención por diazotación de los ácidos aminofenilsulfónicos indicados en la segunda columna de la siguiente tabla y copulación con los ácidos aminonaftalenosulfónicos indicados en la tercera columna, rediazotación del compuesto aminomonoazo resultante y copulación con el componente de copulación indicados en la cuarta columna. Cuando se aplican a nylon bajo condiciones neutras o
15 ligeramente ácidas, se obtienen las tonalidades indicadas en la quinta columna y que tienen una buena solidez al lavado y a la luz.

Ejemplo	Acido aminofenilsulfónico	Acido aminonaftalenosulfónico	Componente de copulación	Tonalidad
2	ácido 2-aminofenol-4-sulfónico	Mezcla de ácidos 1-amino-naftaleno-6-y 7-sulfónico	3-acetilamino-N-etilanilina	azulmarino rojizo
3	"	"	3-acetilamino-N,N-bis-β-hidroxi-etilanilina	"
4	"	"	3-benzoilamino-N-β-cianacetil-N-etilanilina	azulmarino
5	"	ácido 1-amino-naftaleno-7-sulfónico	5-acetilamino-2-metoxi-N-etilanilina	azulmarino verdoso

TABLA (Continuación)

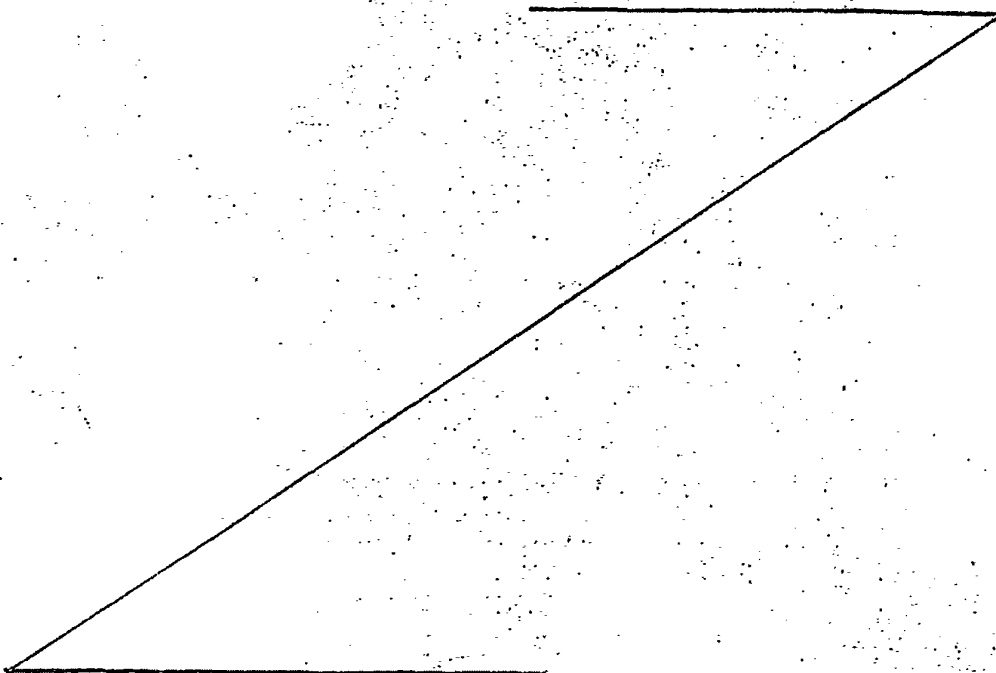
Ejemplo	Acido aminofenolsulfónico	Acido aminonaftalenosulfónico	Componente de copulación	Tonalidad
5	ácido 2-aminofenol-5-sulfónico	ácido 1-aminonaftaleno-7-sulfónico	5-acetilamino-2-metil-N-β-hidroxi-etil-anilina	azulmarino
	"	ácido 1-aminonaftaleno-6-sulfónico	5-benzoilamino-2-metil-N-etil-anilina	"
10	ácido 2-aminofenol-4-sulfónico	"	5-benzoilamino-2-metoxi-N,N-bis-β-ciano-etil-anilina	azulmarino verdoso
	"	"	5-benzoilamino-2-metil-N,N-dietil-anilina	azulmarino
15	"	Mezcla de ácidos 1-aminonaftaleno-6 y 7-sulfónico	5-acetilamino-2-metoxi-N-β-carboxietil-anilina	azulmarino verdoso
	"	"	5-acetilamino-2-metoxi-N-β-metoxietoxicarbonil-etil-anilina	"
20	ácido 2-aminofenol-5-sulfónico	"	3-acetilamino-N,N-dietil-anilina	azulmarino rojizo
	"	ácido 1-aminonaftaleno-5-sulfónico	5-acetilamino-2-metoxi-N-β-ciano-etil-anilina	azulmarino verdoso
25	"	ácido 1-aminonaftaleno-5-hidroxi-naftaleno-7-sulfónico	"	"
	ácido 2-aminofenol-4-sulfónico	Mezcla de ácidos 1-aminonaftaleno-6 y 7-sulfónico	3-acetilamino-N-etil-N-β-acetoxietil-anilina	azulmarino rojizo
30	ácido 2-aminofenol-4-sulfónico	Mezcla de ácidos 1-aminonaftaleno-6 y 7-sulfónico	3-acetilamino-N,N-bis-β-etoxicarbonil-etil-anilina	"

TABLA (Continuación)

Ejemplo	Acido aminofenolsulfónico	Acido aminonaftaleno sulfónico	Componente de copulación	Tonalidad	
5	17	ácido 2-amino- fenol-4-sulfónico	Mezcla de ácidos 1-aminonaftaleno-6 y 7-sulfónico	3-acetilamino-N-β-cloroetilani- lina	azulmarino rojizo
	18	"	"	5-acetilamino-2-cloro-N-etilani- lina	"
10	19	ácido 2-amino- fenol-5-sulfónico	1-aminonaftaleno-6-sulfónico	5-acetilamino-2-metil-N, N-bis-β-acetoxietilani- lina	azulmarino
	20	"	"	3-benzoilamino-N,N-bis-β- -cianoetilani- lina	azulmarino rojizo
15	21	"	"	3-benzoilamino-N-β-hi- droxietilani- lina	"
	22	ácido 2-amino- 4-sulfónico	ácido 1-amino- naftaleno-7-sulfónico	3-benzoilamino-N-bencil- N-etilani- lina	"
20	23	"	"	5-benzoilamino-2-metoxi- N-β-hidroxi- etil-N-etil- anilina	azulmarino verde so
	24	"	"	5-benzoilamino-2-metil-N- -β-cianoetil- anilina	azulmarino
25	25	"	"	3-acetilamino-N,N-bis-β- -acetoxietil- anilina	azulmarino rojizo
	26	"	Mezcla de ácidos 1-aminonaftaleno-6 y 7-sulfónico	5-acetilamino-2-cloro-N- etil-N-β-hi- droxietilani- lina	"
30					

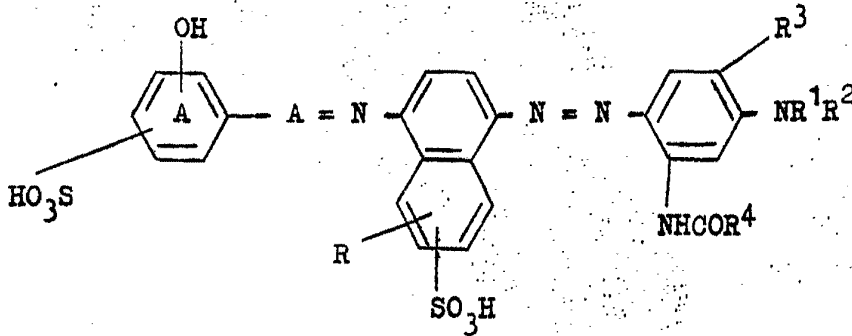
TABLA (Continuación)

Ejemplo	Acido aminofenol-sulfónico	Acido aminonaftaleno-sulfónico	Componente de copulación	Tonalidad
27	ácido 2-aminofenol-4-sulfónico	Mezcla de ácidos 1-aminonaftaleno-6 y 7-sulfónico	3-acetilamino-N-etil-N-β-etoxicarboniletilanilina	azulmarino rojizo
28	"	"	5-acetilamino-2-metil-N-benzil-N-etil-anilina	azulmarino
29	"	"	5-acetilamino-2-metoxi-N,N-di-etilanilina	azulmarino verdoso
30	"	ácido 1-amino-5-hidroxinaftaleno-7-sulfónico	5-acetilamino-2-metoxi-N,N-bis-β-etoxicarboniletilanilina	"



REIVINDICACIONES

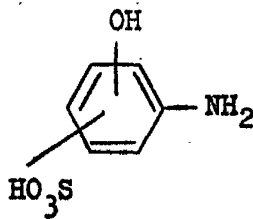
1º.- Procedimiento para preparar colorantes disazoicos solubles en agua que, en forma del ácido libre, tienen la fórmula general:



en la que el grupo ácido sulfónico del anillo A está en posición meta o para con respecto al grupo azo, R representa hidrógeno o hidroxilo, R¹ representa hidrógeno, alquilo, aralquilo o arilo opcionalmente sustituidos, R² representa hidrógeno o alquilo opcionalmente sustituido, R³ representa hidrógeno, halógeno, alquilo inferior o alcoxi inferior y R⁴ representa alquilo inferior o arilo; caracterizado porque comprende diazotar una amina primaria de fórmula:

15

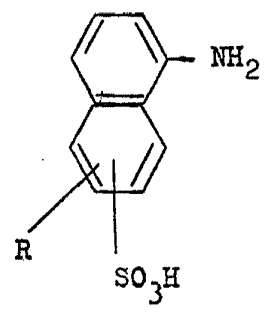
20



en la que el grupo ácido sulfónico está en posición meta o para con respecto al grupo amino; copular el compuesto diazo con un ácido aminonaftalenosulfónico de fórmula:

2007

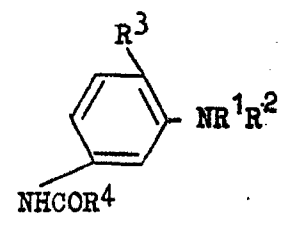
5



10

en la que R se define como anteriormente; diazotar el compuesto aminomonoazo; y copular con un componente de copulación que contiene grupos amino, de fórmula:

15



en la que los radicales R¹ a R⁴ se definen como anteriormente.

2ª.- Procedimiento para preparar colorantes disazoicos solubles en agua, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

20

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

Madrid 8 OCT. 1976

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

RODRIGUEZ AGUIRRE Y ROUREL
D.º, Firmados L.º, Coeta Firmados