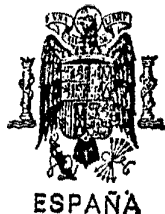


MINISTERIO DE INDUSTRIA  
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



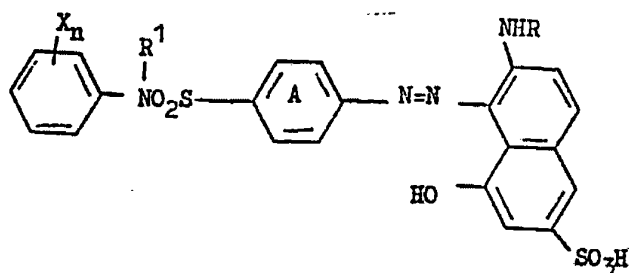
|       |    |                       |        |
|-------|----|-----------------------|--------|
| 10 ES | 11 | 457018                | 10 A 1 |
|       | 21 |                       |        |
|       | 22 | FECHA DE PRESENTACION |        |
|       |    | 27 MAR. 1977          |        |

PATENTE DE INVENCION

|  |                                |                                      |
|--|--------------------------------|--------------------------------------|
| 30 PRIORIDADES:  |                                |                                      |
| 31 NUMERO  | 32 FECHA                       | 33 PAIS                              |
| 12735/76   | 30 de marzo de 1.976           | Inglaterra                           |
| 47 FECHA DE PUBLICIDAD   | 51 CLASIFICACION INTERNACIONAL | 62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA |
|  | C09D                           |                                      |
| 64 TITULO DE LA INVENCION  |                                |                                      |
| Procedimiento para preparar colorantes monoazoicos solubles en agua. |                                |                                      |
| 71 SOLICITANTE (S)   |                                |                                      |
| IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.                                |                                |                                      |
| DOMICILIO DEL SOLICITANTE  |                                |                                      |
| Imperial Chemical House, Millbank, Londres S.W.1., Inglaterra.       |                                |                                      |
| 72 INVENTOR (ES)   |                                |                                      |
| DAVID BRIERLEY, DENIS ROBERT ANNESLEY RIDYARD, MICHAEL YELLAND.      |                                |                                      |
| 73 TITULAR (ES)  |                                |                                      |
|  |                                |                                      |
| 74 REPRESENTANTE   |                                |                                      |
| GOMEZ-ACEBO.   |                                |                                      |

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

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



en la que el anillo A puede estar opcionalmente sustituido por  
10 halógeno, trifluormetilo, alcoxi, acilamino o alquilo con 1 a 4 átomos de carbono, R es hidrógeno o alquilo sin ramificar que tiene de 1 a 4 átomos de carbono,  $R^1$  es hidrógeno, alquilo o hidroxialquilo, X es alquilo sin ramificar con 1 a 6 átomos de carbono, cicloalquilo, halógeno, nitro, trifluormetilo, sulfo,  
15 vinilsulfonilo, hidroxietilsulfonilo, sulfatoetilsulfonilo,  $-SO_2NHR^2$  en donde  $R^2$  es hidrógeno o alquilo con 1 a 4 átomos de carbono, ó  $-COOR^3$  en donde  $R^3$  es hidrógeno, alquilo con 1 a 7 átomos de carbono, cicloalquilo o arilo y n es un entero de 0 a 3.

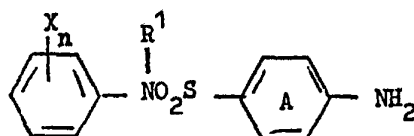
20 Una clase preferida de colorantes de la invención consiste en aquellos colorantes en donde cada uno de R y  $R^1$  es hidrógeno, el anillo A está insustituido, n es 0 a 3 y X es alquilo sin ramificar con 1 a 6 átomos de carbono.

Otra clase preferida consiste en aquellos colorantes  
25 en donde R es hidrógeno,  $R^1$  es hidroxialquilo, n es 0 a 3 y X

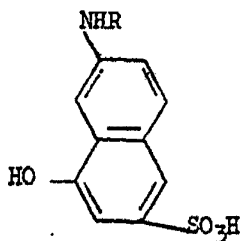
es alquilo sin ramificar con 1 a 6 átomos de carbono, estando el anillo A insustituido.

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

5



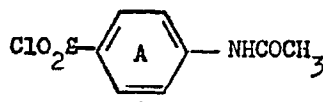
en la que A, R<sup>1</sup>, X y n se definen como anteriormente y copular el compuesto diazo resultante, bajo condiciones ácidas, con un ácido aminonaftolsulfónico de fórmula:



10

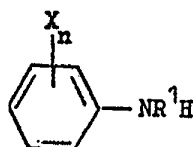
en la que R se define como anteriormente.

Las aminas útiles en la producción de dichos colorantes, pueden obtenerse por métodos conocidos, por ejemplo haciendo reaccionar un cloruro de sulfonilo de fórmula:



15

en la que A puede estar sustituido como anteriormente se ha indicado, con un compuesto de fórmula:



en la que R<sup>1</sup>, X y n se definen como anteriormente, e hidrolizando entonces el grupo acetilamino a un grupo amino primario.

Las reacciones que conducen a la formación de los colorantes de la invención pueden efectuarse usando 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 grupos ácido sulfónico, con frecuencia es conveniente aislar y usar los colorantes en forma de sales amónicas o de metales alcalinos, especialmente en forma de las sales sódicas. Debe entenderse que la invención se relaciona tanto con los ácidos libres como con sus sales.

Los colorantes de la invención, sólo o en forma de mezclas, son particularmente adecuados para su aplicación a materiales textiles de poliamida, por ejemplo nylon 66, nylon 6 y nylon 11, usando cualquiera de los métodos conocidos para la aplicación de colorantes ácidos a tales materiales. Los colorantes proporcionan tonalidades rojas que tienen un elevado grado de estabilidad térmica y solidez a los tratamientos en húmedo y a la luz.

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

#### EJEMPLO 1

Se disuelven 2,48 partes de 4-aminobencenosulfonamida en una mezcla de 40 partes de ácido acético glacial y 4 partes de ácido clorhídrico al 35,5%. La solución se enfría a 0-5°C y se añade gota a gota una solución de 0,70 partes de nitrito sódico en 5 partes de agua. La mezcla se agita a 0-5°C durante 2 horas, tras lo cual el ácido nitroso residual se destruye por la adición de una solución al 10% de ácido sulfámico. La solución diazo se añade gota a gota a una solución de

2,5 partes de ácido 2-amino-8-naftol-6-sulfónico en 100 partes de hielo/agua, manteniendo el pH en 2-3 durante la adición añadiendo una solución de acetato sódico. Una vez terminada la copu-  
lación, el producto se filtra. La torta del filtro se redisuelve  
5 en 300 partes de agua a 50°C y el producto se precipita por la adición de cloruro sódico a una concentración de 5%. El produc-  
to se filtra y se seca.

Cuando se aplica a materiales de poliamida, se obtie-  
nen tonalidades rojo azuladas brillantes con excelente solidez  
10 al lavado y a la luz.

#### EJEMPLO 2

En la forma descrita en el ejemplo 1, se diazotan  
2,92 partes de 4-aminobencenosulfon-N-( $\beta$ -hidroxietil)anilida.  
La solución diazo se añade gota a gota a una solución de 2,5  
15 partes de ácido 2-amino-8-naftol-6-sulfónico en 120 partes de  
hielo/agua, manteniendo el pH en 2-3 durante la adición aña-  
diendo una solución de acetato sódico. Una vez terminada la  
copulación, el producto se filtra, se lava con una solución  
acuosa que contiene 2% de cloruro sódico y se seca.

Cuando se aplica a materiales de poliamida, se ob-  
tienen tonalidades rojo azuladas que poseen excelente solidez  
20 al lavado y a la luz.

En la siguiente tabla se describen otros ejemplos de  
la invención. Las aminobencenosulfonamidas de la columna I se  
25 copulan, bajo condiciones ácidas, con los ácidos aminonaftol-  
sulfónicos de la columna II. Las tonalidades de los productos,  
cuando se aplican a materiales de poliamida, se ofrecen en la  
columna III.

T A B L A

| Ejemplo | I   | II                                      | III          |
|---------|---|---|--------------|
| 3       | 4-aminobencenosulfon-(2'-metil)-anilida                   | ácido 2-amino-8-naftol-6-sulfónico      | rojo-azulado |
| 4       | 4-aminobencenosulfon-(4'-metil)-anilida                   | "                                       | "            |
| 5       | 4-aminobencenosulfon-(2'-cloro)-anilida                   | "                                       | "            |
| 6       | 4-aminobencenosulfon-(2'-trifluorometil)-anilida          | "                                       | "            |
| 7       | 4-aminobencenosulfon-(4'-cloro-2'-trifluorometil) anilida | "                                       | "            |
| 8       | 4-aminobencenosulfon-(2',4'-dimetil)-anilida              | "                                       | "            |
| 9       | 4-aminobencenosulfon-(2',5'-dimetil)-anilida              | "                                       | "            |
| 10      | 4-aminobencenosulfon-N-( $\beta$ -hidroxietil)-anilida    | ácido 2-metilamino-8-naftol-6-sulfónico | rojo-sangre  |
| 11      | 4-aminobencenosulfonanilida                               | "                                       | "            |
| 12      | 4-aminobencenosulfon-(2',4'-dimetil)-anilida              | "                                       | "            |
| 13      | ácido 4-aminobencenosulfon-anilida-3'-sulfónico           | "                                       | "            |
| 14      | "   | ácido 2-amino-8-naftol-6-sulfónico      | rojo-azulado |
| 15      | 4-aminobencenosulfon-(4'-metoxicarbonil)-anilida          | "                                       | "            |
| 16      | 4-aminobencenosulfon-(2',5'-dicloro)-anilida              | "                                       | "            |
| 17      | 4-aminobencenosulfon-(3'-sulfatoetilsulfonil) anilida     | "                                       | "            |
| 18      | 4-aminobencenosulfon-N-( $\beta$ -hidroxipropil)-anilida  | "                                       | "            |

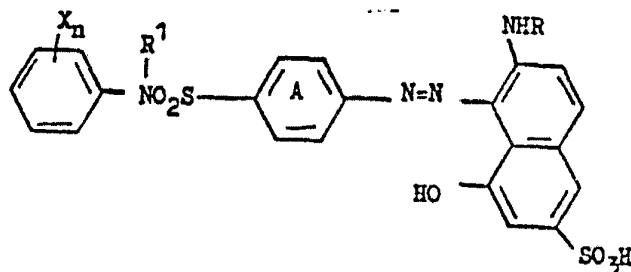
Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

5

REIVINDICACIONES:

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

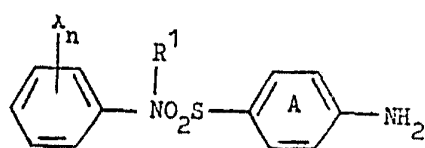
5



10

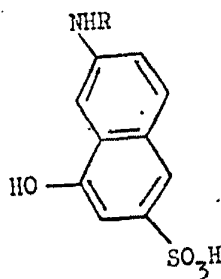
15

en la que el anillo A puede estar opcionalmente sustituido por halógeno, trifluormetilo, alcoxi, acilamino o alquilo con 1 a 4 átomos de carbono, R es hidrógeno o alquilo sin ramificar que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, R<sup>1</sup> es hidrógeno, alquilo o hidroxialquilo, X es alquilo sin ramificar con 1 a 6 átomos de carbono, cicloalquilo, halógeno, nitro, trifluormetilo, sulfo, vinilsulfonilo, hidroxietilsulfonilo, sulfatoetilsulfonilo, -SO<sub>2</sub>NHR<sup>2</sup> en donde R<sup>2</sup> es hidrógeno o alquilo con 1 a 4 átomos de carbono, ó -COOR<sup>3</sup> en donde R<sup>3</sup> es hidrógeno, alquilo con 1 a 7 átomos de carbono, cicloalquilo o arilo y n es un entero de 0 a 3; caracterizado porque comprende diazotar una amina de fórmula:



20

en la que A, R<sup>1</sup>, X y n se definen como anteriormente y copular el compuesto diazo resultante, bajo condiciones ácidas, con un ácido aminonaftolsulfónico de fórmula:



en la que R se define como anteriormente.

2.- Procedimiento para preparar colorantes monoazoicos solubles en agua, 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,

1937.  
IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

GÓMEZ ACEBU Y MUÑOZ  
s. p. Firmados: E. Costa Fernández