

21 MAR.



PATENTE DE INVENCION

I.C.I. Case D.11662.

228623

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento de obtención de nuevos tintes diazoicos".

=====

Solicitantes : IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED,
entidad inglesa, residente en Imperial
Chemical House, Millbank, Londres,
Inglaterra.

====

Este invento se refiere a tintes monoazoicos y, más especialmente, a nuevos tintes monoazoicos interesantes para la producción de coloraciones o tonos rojos permanentes en materiales celulósicos.

5. En la memoria de la Patente del Reino Unido nº 209.723, se describe la fabricación de tintes azóicos sintetizando tintes que contengan uno o más núcleos cianúricos, (1) uniendo entre sí o con otros componentes adecuados, por reacciones que den lugar a la formación
10. de tintes azoicos, productos intermedios que contengan

21 MAY.



228623

uno o más núcleos cianúricos, o (2) uniendo tintes azoicos que contengan grupos adecuados, bien entre sí o bien a otros complejos, radicales o residuos apropiados por reacción con el halógeno de haluros cianúricos.

15. En la memoria mencionada, se describen tintes monoazoicos en los que al anillo de la tiazina están unidos dos átomos de cloro y que se obtienen por reacción de una proporción molecular de un ácido aminonaftol-sulfónico con una proporción molecular de cloruro cianúrico y por tratamiento ulterior del producto con un compuesto diazoico obtenido diazotizando, por ejemplo, anilina, p-toluidina o p-aminoacetanilida. Se describen también tintes monoazoicos en los que al anillo de la triazina está unido un átomo de cloro y un grupo
20. anilino, y que se obtienen por reacción de una proporción molecular de un ácido aminonaftol-sulfónico, y una proporción molecular de anilina, con una proporción molecular de cloruro cianúrico, y tratando luego el producto con un compuesto diazoico, obtenido diazotizando un producto de sustitución de anilina que tenga un sustituyente negativo, por ejemplo Cl, CO₂H o SO₃H.
25. Sin embargo, en la memoria citada, no se describen compuestos que contengan, unido al anillo de la triazina, además de dos átomos de cloro, el residuo de un ácido aminonaftol-sulfónico, componente de acoplamiento, al que está unido el residuo de un compuesto diazoico de la serie bencénica, que contenga grupos ácido sulfónico.
30. Se ha comprobado que determinados tintes

40.

Se ha comprobado que determinados tintes

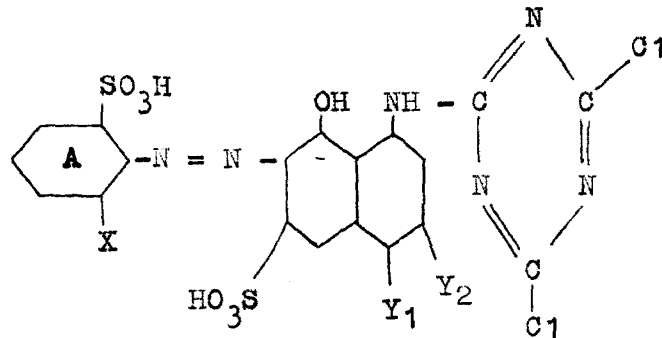


228623

- monoazoicos del tipo que contiene dos átomos de cloro unidos al anillo de la triazina y además un radical de ácido aminonaftol-sulfónico, que contenga un orto-sulfofenilazo-sustituyente, tintes que en su forma ácida
45. libre se representan por la fórmula que figura a continuación, tienen un valor tintorial superior y una mayor resistencia a los tratamientos en húmedo, si se comparan con tintes monoazoicos de tono análogo, superficialmente descritos en la memoria de la Patente del Reino Unido
50. nº 209.723 que contienen solamente un átomo de cloro unido al anillo de la triazina, y mayor resistencia a la luz con respecto a los tintes monoazoicos de tono comparable, específicamente descritos en la memoria de la patente citada, que contienen dos átomos de cloro
55. unidos al anillo de la triazina, pero que carecen del sustituyente orto-sulfofenilazo, cuando los tintes se aplican a materiales textiles celulósicos por un procedimiento que comprende el impregnar dichos materiales textiles con el tinte en solución acuosa y someter luego
60. el material textil a la acción de un agente de trabazón de ácido en medio acuoso, durante un corto periodo de tiempo del orden de unos minutos solamente, ventajosamente en presencia de un electrólito, tal como cloruro o sulfato sódico.
65. De acuerdo con este invento se proporcionan nuevos tintes monoazoicos que en forma de sus ácidos libres tienen la fórmula

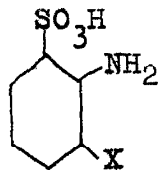


228623

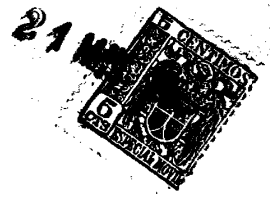


70. en la que el núcleo bencénico A lleva, opcionalmente, sustituyentes distintos del hidroxilo y de los grupos amino, X representa un átomo de hidrógeno o un sustituyente distinto del halógeno, e Y_1 e Y_2 son tales que uno de ellos representa un átomo de hidrógeno, y el otro, un átomo de hidrógeno o el grupo $-SO_3H$.

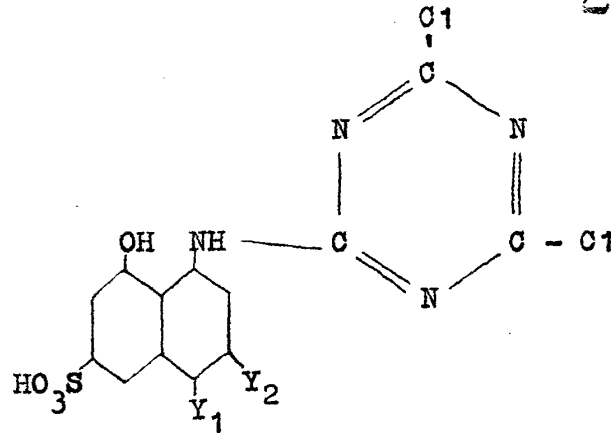
75. De acuerdo con este invento se proporciona también un procedimiento para la fabricación de los nuevos tintes monoazoicos mencionados, que comprende el diazotizar una amina aromática primaria de la fórmula



80. en la que X tiene el significado anterior, y el núcleo bencénico puede opcionalmente, contener otros sustituyentes distintos de los grupos hidroxilo y amino, y el acoplar el compuesto diazoico así formado, con un componente de acoplamiento de la fórmula

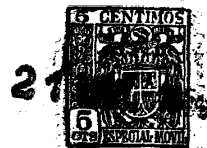


228623



- en la que Y_1 e Y_2 tienen los significados antes indicados.
85. Como ejemplos de aminas aromáticas primarias susceptibles de usarse en el procedimiento de este invento, pueden citarse los ácidos: anilino-2-sulfónico, anilino-2:5-disulfónico; 3-aminobenzotrifluoruro-4-sulfónico; 2:4-dimetilanilino-6-sulfónico; 4-cloro-5-metilanilino-2-sulfónico; 5-cloro-4-metilanilino-2-sulfónico; 3-acetilaminoanilino-6-sulfónico; 4-acetilaminoanilino-2-sulfónico; 4-cloroanilino-2-sulfónico; 2:4-dicloroanilino-6-sulfónico; 4-metilanilino-2-sulfónico; 3-metilanilino-6-sulfónico; 2:4-dimetioxianilino-6-sulfónico; 4-metoxianilino-2-sulfónico, y 5-metoxianilino-2-sulfónico.
- 90.
- 95.

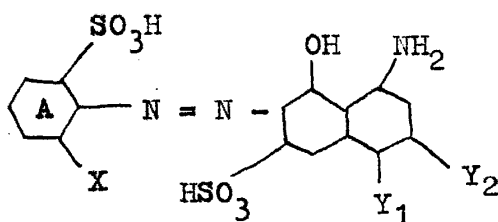
- Como componentes de acoplamiento para usarse en el procedimiento de este invento, pueden utilizarse, por ejemplo, los productos primarios de condensación
100. obtenidos por la reacción de los ácidos 1-amino-8-naftol-6-sulfónico, o 1-amino-8-naftol-3:6-disulfónico, o 1-amino-8-naftol-4:6-disulfónico, con una proporción



27
228623

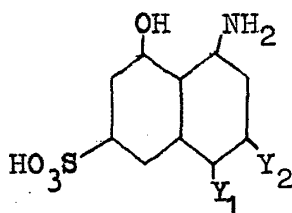
molecular de cloruro cianúrico, en medio acuoso.

De acuerdo con otra característica de este
105. invento, se proporciona un procedimiento variante para la fabricación de dichos nuevos tintes monoazoicos, que comprende el hacer reaccionar un compuesto monoazoico que en la forma de su ácido libre es de la fórmula



110. en la que X, Y₁ e Y₂ tienen los significados antes indicados, y el núcleo bencénico A puede llevar opcionalmente sustituyentes distintos de los grupos hidroxilo y amino, con una proporción molecular de cloruro cianúrico. El compuesto monoazoico puede convenientemente estar en forma
115. de su sal de metal alcalino, por ejemplo su sal sódica.

Los compuestos monoazoicos empleados como materiales de partida para reaccionar con cloruro cianúrico, por el procedimiento variante de este invento, pueden obtenerse acoplando, en medio alcalino, el compuesto diazoico obtenido diazotizando una amina aromática
120. primaria, como antes se indica, con un ácido aminonaftol-sulfónico de la fórmula



21 MAY.



228623

125. en la que Y_1 e Y_2 tienen los significados anteriores, o, como variante, cuando el compuesto diazoico mencionado no contiene un grupo acilamino, acoplando dicho compuesto diazoico con el N-acetil-derivado del ácido mononaftol-sulfónico, y eliminando luego el grupo acetilo por hidrólisis con sosa cáustica, por ejemplo.

130. En el procedimiento a que este invento se refiere, la diazotización de la amina aromática primaria y el acoplamiento del compuesto diazoico así obtenido, con el componente de acoplamiento, se realizan con preferencia a una temperatura inferior a 5°C , convenientemente a una temperatura comprendida entre 0° y 5°C .

135. En el procedimiento de este invento en el que se emplea un componente de acoplamiento que contenga el núcleo cianúrico es ventajoso emplear para la reacción de acoplamiento, el componente mencionado preparado in situ a temperaturas comprendidas entre 0° y 5°C , por métodos

140. conocidos por las publicaciones, y llevar a cabo los acoplamiento a temperaturas análogas y a un pH lo más bajo posible, para el acoplamiento eficiente, con objeto de reducir al mínimo las reacciones secundarias, por ejemplo la hidrólisis de los átomos de cloro que permanezcan unidos al anillo de la triazina.

145.

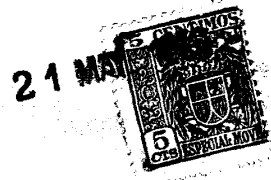
En la fabricación de los nuevos tintes de este invento, por el procedimiento variante, o sea por la reacción de proporciones equimoleculares de un compuesto monoazoico de la fórmula citada, con cloruro cianúrico, la reacción se lleva a cabo con preferencia en un medio acuoso, a temperaturas comprendidas entre 0° y 5°C .

150.



228623

- Análogamente, con objeto de evitar estas reacciones secundarias durante la fabricación y la conservación, es generalmente preferido aislar los
155. nuevos tintes del medio en que se han formado a un pH de 6,4 a 7,8 y secar las pastas del tinte resultante a temperaturas relativamente bajas, por ejemplo entre 20^o y 40^oC, con preferencia en presencia de agentes de
160. compensación adecuados para mantener un valor de pH de 6,5 aproximadamente. Como ejemplos de estos agentes pueden citarse las mezclas de fosfato ácido disódico, y de fosfato ácido monosódico o de fosfato ácido disódico y fosfato ácido monopotásico.
165. Los nuevos tintes de este invento, en forma de sus sales de metales alcalinos, son fácilmente solubles en agua y resultan especialmente adecuados para la producción de tonos rojos uniformes y resistentes en los materiales celulósicos, por las técnicas de teñido
170. continuo, por ejemplo por un procedimiento que comprende el impregnar los materiales textiles citados, en un medio acuoso, con el tinte, y luego someter los materiales textiles, opcionalmente después del secado, a la acción de un agente de trabazón del ácido, por ejemplo la sosa
175. cáustica, en un medio acuoso, ventajosamente que contenga un electrólito tal como cloruro o sulfato sódico, durante un corto periodo de tiempo, comunmente solo del orden de unos minutos, a temperaturas comprendidas entre la atmosférica y la de la solución hirviente, y
180. también por métodos de estampado, por ejemplo por un procedimiento que comprende el aplicar a dichos materiales



228623

185. textiles una pasta de estampación que contenga el tinte y una sustancia, que, por calentamiento o tratamiento con vapor desprenda un agente de trabazón del ácido, por ejemplo bicarbonato sódico, y a continuación someter los materiales textiles a la acción del calor o del vapor. Las coloraciones o tonos así obtenidos poseen un grado elevado de resistencia a la luz y a los tratamientos en húmedo, especialmente a los lavados repetidos.

190. Este invento se aclara, sin limitarse, por los ejemplos siguientes en los que las partes son ponderales.

EJEMPLO 1.

195. Una solución de 18,5 partes de cloruro cianúrico en 100 partes de acetona, se vierten en una mezcla agitada de 300 partes de agua y 300 de hielo machacado, y se añaden 2 partes de ácido clorhídrico 2N. A la suspensión de cloruro cianúrico así obtenida se le añade, durante 1 hora, una solución de 36,3 partes de la sal disódica del ácido 1-amino-8-naftol-3:6-disulfónico, en 160
200. partes de agua, que se ha hecho ligeramente alcalina al Amarillo Brillante, por adición de una solución acuosa de carbonato sódico; la temperatura de la mezcla durante la adición y después de ella se mantiene inferior a 5°C. La mezcla de reacción se agita hasta que en la solución
205. resultante no existe ácido 1-amino-8-naftol-3:6-disulfónico sin alterar.

Durante 5 minutos, y mientras la temperatura de la mezcla se conserva entre 0° y 5°C, se añade a dicha mezcla una suspensión del compuesto diazoico, de 16,45
210. partes de ácido anilino-2-sulfónico, obtenido diazotizando



228623

- una mezcla del ácido anilino-2-sulfónico en 200 partes de agua y 22 partes de ácido clorhídrico (densidad 1,18) a una temperatura comprendida entre 0° y 2°C, con 6,55 partes de nitrito sódico. Luego se añaden a la mezcla
215. 50 partes de cristales de acetato sódico, durante 10 minutos, y todo ello se agita alrededor de 20 horas a una temperatura comprendida entre 0° y 4°C, después de lo cual se añade carbonato sódico anhidro suficiente para hacer ligeramente alcalino para el tornasol el medio
220. acuoso. Se añade cloruro sódico suficiente para obtener una concentración de 200 g. por litro, y la mezcla se agita durante 30 minutos y luego se filtra. El sólido del filtro se lava con solución acuosa de cloruro sódico al 20% y se seca de 20 a 45°C. El producto está constituí-
225. do por un polvo rojo-azulado que se disuelve en agua para dar una solución rojo-amarillenta, y en ácido sulfúrico concentrado para dar una solución violeta-rojizo.

- Al aplicarse a fibras celulósicas, por ejemplo algodón, por el método de impregnación antes citado,
230. y por tratamiento con un agente de fijación ácido, se obtienen coloraciones rojo-amarillentas que poseen muy buena resistencia al lavado repetido y buena resistencia a la luz.

EJEMPLO 2.

235. Una solución de 18,5 partes de cloruro cianúrico en 100 partes de acetona, se vierte en una mezcla agitada de 300 partes de agua y 300 partes de hielo machacado. A la suspensión de cloruro cianúrico así obtenida, se le añade, a una temperatura inferior a 4°C y durante una
240. hora, una solución en 700 partes de agua, de 59,7 partes



228623

- de la sal trisódica del compuesto aminoazoico obtenido combinando ácido 2:4-dimetilanilino-6-sulfónico, diazotizado, con ácido 1-acetilamino-8-naftol-3:6-disulfónico, en medio alcalino, e hidrolizando el producto con sosa cáustica. La mezcla se agita durante una hora a una temperatura inferior a 4°C y luego se añade gradualmente durante otra hora solución acuosa 2N de carbonato sódico, en proporción tal que mantenga la mezcla ligeramente ácida para el tornasol. A continuación la mezcla se transforma en ligeramente alcalina para el tornasol, por la adición de más solución acuosa 2N de carbonato sódico. Se añade cloruro sódico suficiente para obtener una concentración de 200 g. por litro, y la mezcla se agita durante 30 minutos y se filtra a continuación. El sólido recogido en el filtro se lava con solución acuosa de cloruro sódico al 20% y se seca a una temperatura comprendida entre 20 y 45°C. El producto está constituido por un polvo rojo-azulado, que se disuelve en agua para proporcionar una solución roja, y en ácido sulfúrico concentrado para dar una solución rojo-violeta.
- 245.
- 250.
- 255.
- 260.

EJEMPLO 3.

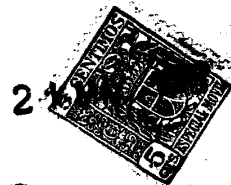
Un método diferente para la preparación del tinte del ejemplo 1, es el siguiente:

- Una solución de 18,5 partes de cloruro cianúrico en 100 partes de acetona, se vierte una mezcla agitada de 300 partes de agua y 300 partes de hielo machacado. Durante cuarenta minutos se añade a la suspensión así formada una solución de 56,9 partes de la sal trisódica del compuesto aminoazoico formado combinando ácido orto-nílico con ácido 1-acetilamino-8-naftol-3:6-disulfónico,
- 265.
- 270.



228623

- en presencia de carbonato sódico, e hidrolizando el producto en solución acuosa, por medio de sosa cáustica, La mezcla se agita durante 30 minutos a una temperatura comprendida entre 0° y 5°C y luego se le añade solución
275. de carbonato sódico, gradualmente, hasta que la solución formada de reacción alcalina con el papel de tornasol. Se añade a continuación sal suficiente para dar una concentración de 200 g. por litro, y después una solución acuosa que contenga 7 partes de fosfato ácido disódico
280. anhidro y 12,5 partes de fosfato monopotásico ácido y anhidro, y la mezcla se agita durante dos horas y luego se filtra. El sólido se mezcla intimamente con 4 partes de fosfato ácido disódico anhidro, y 7,2 partes de fosfato monopotásico ácido y anhidro, y se seca a 40°C.
285. EJEMPLO 4.
- Este ejemplo se refiere a un método diferente para la fabricación del tinte descrito en el ejemplo 1. El procedimiento del ejemplo 1 se realiza hasta e inclusive la adición de la suspensión del compuesto diazoico
290. de ácido anilino-2-sulfónico a la solución que contiene el ácido N-diclorocianuril-1-amino-8-naftol-3:6-disulfónico. Luego se añade gradualmente a la mezcla agitada, mientras se conserva la temperatura entre 0° y 4°C, sosa calcinada o carbonato sódico suficiente para transformar
295. la mezcla en solo ligeramente ácida para el papel Rojo Congo. A continuación se añade cloruro sódico suficiente para dar una concentración de 200 g. por litro y la mezcla se agita durante 30 minutos, después de los cuales se reanuda la adición de carbonato sódico, hasta
300. que el pH de la mezcla esté comprendido entre 6 y 7 de



228623

- acuerdo con la indicación del papel Indicador Universal, y luego se añade una cantidad suficiente, necesaria para mantener un pH de 6-7 durante una hora. Al final de este periodo, se añade más carbonato sódico para convertir la
305. mezcla en alcalina para el papel tornasol satinado y conservarla en estas condiciones hasta que haya reaccionado todo el compuesto diazoico. A continuación se añade una solución de 7 partes de fosfato ácido disódico anhidro en 100 partes de agua, y la mezcla se agita
310. durante 30 minutos, conservando la temperatura entre 0° y 4°C, filtrando a continuación. El sólido se lava con una solución acuosa al 20% de cloruro sódico, se mezcla con 4 partes de fosfato ácido disódico anhidro y 7,2 partes de fosfato ácido monopotásico anhidro y luego se
315. seca a 20-45°C. En la Tabla siguiente figuran derivados del ácido anilino-2-sulfónico, que, en cantidad equivalente, pueden sustituirse por el mismo en forma de componentes diazoicos, en el ejemplo anterior. También figuran en la Tabla los tonos de los tintes obtenidos en algodón
320. al aplicar los productos correspondientes, de soluciones acuosas, por imprimación y tratamiento ulterior, opcionalmente después del secado; el material imprimado con solución de lejía que, contiene sosa cáustica a distintas temperaturas. En todos los casos, los tintes muestran
325. una buena resistencia a los lavados energicos y a la sosa en ebullición.

21 MAY.



228623

Compuesto diazoico combinado con ácido N-diclorocianuril-1-amino-8-naftol-3:6-disulfónico	Tono de los tintes en algodón
Acido 4-cloro-5-metil-2-aminobenceno sulfónico	Rojo
Acido 4-toluidino-3-sulfónico	Rojo-azulado
Acido 5-cloro-4-metil-2-aminobenceno-sulfónico	Rojo-azulado
Acido 4-cloroanilino-2-sulfónico	Rojo
Acido anilino-2:5-disulfónico	Rojo muy amarillento
Acido 3-aminobenzotrifluoruro-4-sulfónico	Rojo muy amarillento
Acido 3:4-dicloroanilino-6-sulfónico	Rojo azulado
Acido 3-aminoanisol-4-sulfónico	Rojo

330. EJEMPLO 5.

En una mezcla agitada de 300 partes de agua, y 300 partes de hielo machacado se vierte una solución de 18,5 partes de cloruro cianúrico en 100 partes de acetona, y se añaden dos partes de ácido clorhídrico 2N.

335. A la suspensión de cloruro cianúrico se añade, durante 50 minutos, una solución de 36,3 partes de la sal disódica de ácidos 1-amino-8-naftol-4:6-disulfónico, en 250 partes de agua, que se haya hecho ligeramente alcalina para el Amarillo Brillante, por la adición de solución de carbonato sódico; la temperatura de la mezcla durante la

340. adición y después de ella, se mantiene inferior a 5°C. La mezcla de reacción se agita hasta que en la solución



228623

- resultante no exista ácido 1-amino-3-naftol-4:6-disulfónico no alterado. A continuación se añade a
345. la solución resultante formada como se indica, una suspensión del compuesto diazoico de 16,45 partes de ácido anilino-2-sulfónico, preparado diazotizando una mezcla de éste en 200 partes de agua, y 18 partes de ácido clorhídrico (densidad 1,18) por medio de 6,55 partes
350. de nitrito sódico, manteniendo la temperatura entre 0° y 2°C. El procedimiento siguiente que implica la adición gradual de carbonato sódico y la de sal a la mezcla de combinación y, finalmente, de una mezcla de fosfato ácido monosódico, y fosfato ácido monopotásico en agua,
355. después determinar la reacción de combinación, es el mismo que se ha descrito en el ejemplo 4. Después de separar el tinte por filtración, la torta del filtro se mezcla con 4 partes de fosfato ácido disódico anhidro y 7,2 partes de fosfato ácido monopotásico, anhidro,
360. y se seca de 20 a 40°C. El producto se disuelve en agua y en ácido sulfúrico para dar soluciones rojo-amarillentas y rojo-azuladas respectivamente, y proporciona coloraciones rojo-amarillentas en los materiales celulósicos, por ejemplo algodón, al aplicarse a éstos por imprimación
365. con una solución acuosa y tratando luego el material imprimado con una solución de lejía que contenga sosa cáustica. Las coloraciones obtenidas pierden poca tonalidad al someterse a lavados energicos, y a la acción de la sosa en ebullición. En lugar de las 16,45
370. partes de ácido anilino-2-sulfónico usado como componente diazoico en este ejemplo, pueden emplearse en su lugar



228623

los compuestos indicados a continuación, en cantidades equivalentes, y los tintes de este modo obtenidos, al aplicarse a materiales celulósicos, proporcionan coloraciones de los tonos que se indican, y muy buena resistencia al lavado intenso y a la sosa en ebullición.

375.

Compuesto diazoico combinado con ácido 1-(diclorocianurilamino)-8-naftol-4:6-disulfónico	Tonos de los tintes en algodón
Acido 4-toluidino-3-sulfónico	Rojo-azulado
Acido 4-cloroanilino-2-sulfónico	Rojo-azulado
Acido 3-aminobenzotrifluoruro-4-sulfónico	Naranja-rojizo

N O T A

380.

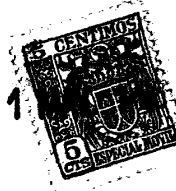
Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental, siendo lo

385.

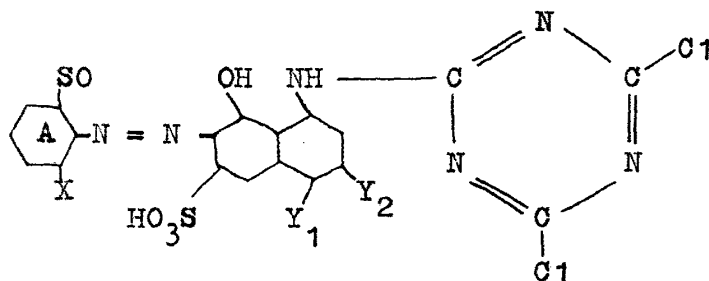
que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "Procedimiento de obtención de nuevos tintes diazoicos"; caracterizándose por lo siguiente:

390.

1º.- Procedimiento de obtención de nuevos tintes diazoicos, caracterizado porque éstos en la forma de sus ácidos libres, tienen la fórmula



228623

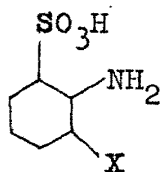


en la que el núcleo bencénico A lleva opcionalmente sustituyentes distintos de los grupos hidroxilo y amino;

395. X representa un átomo de hidrógeno o un sustituyente distinto del halógeno; e Y_1 e Y_2 son tales que uno de ellos representa un átomo de hidrógeno, y el otro, un átomo de hidrógeno o el grupo $-SO_3H$.

2^a.- Procedimiento, según lo especificado en

400. la reivindicación 1^a, caracterizado por comprender el diazotizar una amina aromática primaria de la fórmula

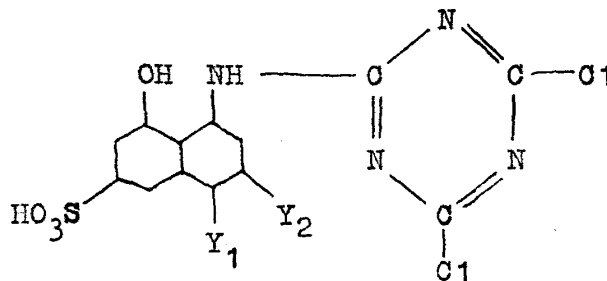


en la que X tiene el significado antes indicado, y el núcleo bencénico puede contener, opcionalmente, sustituyentes distintos de los grupos hidroxilo y amino, y el

405. combinar el compuesto diazoico así formado con un componente de combinación de la fórmula



228623



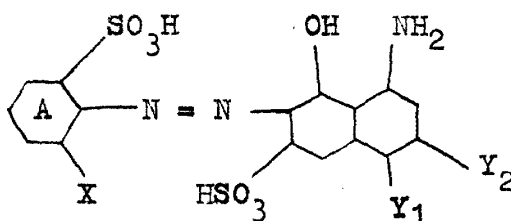
en la que Y_1 e Y_2 tienen los significados anteriores.

410.

3^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 2^a, caracterizado porque el componente de combinación se prepara in situ.

415.

4^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1^a o 2^a, caracterizado por comprender el hacer reaccionar, con una proporción molecular de cloruro cianúrico, un compuesto monoazoico que en la forma de su ácido libre es de la fórmula



420.

en la que X , Y_1 e Y_2 tienen el significado indicado anteriormente, y el núcleo bencénico A puede tener, opcionalmente, sustituyentes distintos de los grupos hidroxilo y amino.

425.

5^a.- Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones 3^a a 4^a, caracterizado porque la reacción se realiza a una temperatura inferior a 5^oC, por ejemplo entre 0^o y 5^oC.



228623

5ª.- Procedimiento, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones 2ª a 5ª, caracterizado porque la reacción se realiza en un medio acuoso.

430.

7ª.- Procedimiento según lo especificado en las reivindicaciones 2ª a 6ª, caracterizado porque el tinte se aísla o seca a un pH de 6,4 a 7,8 con preferencia en presencia de un agente de compensación adecuado para mantener un valor de pH de 6,5 aproximadamente, por ejemplo mezclas de fosfato ácido disódico, y fosfato ácido monosódico, y de fosfato ácido disódico y fosfato ácido monopotásico.

435.

8ª.- Procedimiento de obtención de nuevos tintes diazoicos, para la coloración de materiales textiles celulósicos, caracterizado por comprender la impregnación de estos en un medio acuoso con un tinte según lo especificado en las reivindicaciones 1ª o 2ª, y el someter luego los materiales textiles, opcionalmente después de secarse, a la acción de un agente de fijación del ácido, por ejemplo sosa cáustica en medio acuoso.

440.

445.

9ª.- Procedimiento de obtención de nuevos tintes diazoicos, para el estampado de materiales textiles celulósicos, caracterizados por comprender el aplicar a los mismos una pasta de estampación que contiene un tinte según lo especificado en la reivindicación 1ª o 2ª, y una sustancia que al calentarse o someterse a la acción del vapor, desprende un agente de fijación del ácido, por ejemplo bicarbonato sódico, y el someter

450.

455.

228623²¹



a continuación los materiales textiles a la acción del calor o del vapor.

10^a.- Procedimiento de obtención de nuevos tintes diazoicos; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria que consta de veinte hojas, escritas a máquina por una sola cara.

21 MAY. 1956

Madrid,

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED,

J. GÓMEZ ACERO Y MOJER
P. T.

