

CASE 1878.



303866

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA TEÑIR Y ESTAMPAR FIBRAS POLI-
ESTERICAS DE ACIDOS POLICARBOXILICOS AROMATICOS Y ALCOHOLES
POLIVALENTES", a favor de la firma suiza J.R. GEIGY, A.G.,
residente en BALE (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Las exigencias que se plantean a los colorantes
al teñir en dispersión acuosa de éstos las fibras de poli-
ésteres aromáticos son múltiples.

- La primera condición para realizar una tintura
5. aprovechable industrialmente es que el colorante de disper-
sión que se emplee tenga excelente poder de fijación. Los
colorantes con poder de fijación deficiente tienden, sobre
todo al teñirse fibras de poliésteres aromáticos en aparatos
de circulación cerrados, a la aglomeración y, en con-
10. secuencia, a efectos de filtración. Tiñendo con colorantes

303866



de dispersión que se fijan insuficientemente se obtienen por lo tanto, con gran frecuencia, tinturas desvaídas, desiguales y sin solidez al frote o a los disolventes.

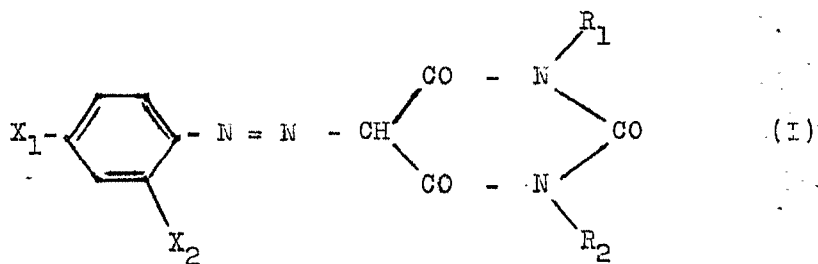
- Otro requisito más lo plantea el procedimiento
5. de fulardeo, y termofijación, empleado a menudo en la práctica para teñir tejidos hechos de fibras de poliésteres aromáticos. Para este procedimiento tintóreo únicamente son aptos los colorantes de dispersión que tienen buena afinidad para las fibras y excelente solidez a la sublimación.
10. Asimismo, para la tinción de tejidos mixtos que contengan poliésteres resulta decisivo el poder de reserva de los colorantes de dispersión utilizados. Además de las citadas exigencias de aplicación que se plantean a los colorantes, las tinturas hechas con empleo de estos colorantes deben satisfacer sobre todo los requerimientos del consumidor. En este aspecto, la condición más importante es que sea muy buena la solidez de las tinturas frente a la luz, el lavado y el sudor.
15. Se sabe que un respetable número de colorantes de dispersión que sirven para la tinción del acetato de celulosa, presentan al mismo tiempo un poder de fijación regular, a veces hasta muy bueno, a las fibras de poliésteres aromáticos. Pero aún con buen poder de fijación, estos colorantes no suelen resultar aprovechables industrialmente para teñir las fibras de poliésteres aromáticos porque no alcanzan a llenar los requisitos en cuanto a solidez frente a la sublimación y a la luz.
20. Ahora se ha descubierto que se obtienen valiosas tinturas y estampados de color amarillo verdoso, ama-
- 25.
- 30.



303866

rillo y amarillo rojizo sobre las fibras poliéstericas de ácidos policarboxílicos aromáticos y alcoholes polivalentes, si se tratan éstas con dispersiones acuosas de colorantes azoicos difícilmente solubles en agua, de la fórmula I

5.



donde

- de X_1 y X_2 uno significa un grupo alcoxi, hidroxialcoxi o alcoxialcoxi inferior o un grupo fenoxi, eventualmente substituído por grupos de alquilo inferior, preferentemente grupos metílicos, o por átomos de halógeno, en particular átomos de cloro, mientras el otro es idéntico al primero o denota hidrógeno, halógeno, el grupo nitro o un grupo de alquilo inferior, pudiendo X_1 , en el caso de que X_2 signifique hidrógeno, ser también un grupo fenilazo, eventualmente substituído por grupos de alquilo inferior, y en el caso de que X_2 signifique el grupo nitro, ser también halógeno, o un
- 10.
- 15.



303866

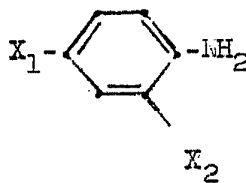
grupo de alquilo inferior,

5. R_1 significa un radical alquílico o alcoxialquí-
lico inferior o un radical fenílico, eventual-
mente substituído por grupos de alcoxi o al-
quilo inferior, por grupos nitro o por haló-
genos, y

R_2 significa un radical alquílico, alcoxialquílico,
halogenalquílico o cianoalquílico inferior.

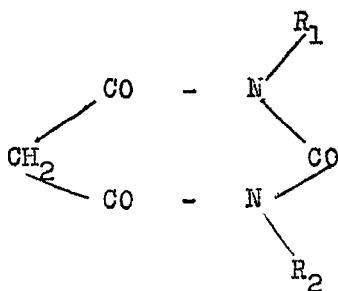
10. En los colorantes monoazoicos de la fórmula I
preferidos, de X_1 y X_2 uno significa un grupo alcoxi, hi-
droxialcoxi o alcoxialcoxi inferior o un grupo fenoxi, e-
ventualmente substituído por grupos metílicos o átomos de
cloro, mientras el otro significa hidrógeno, halógeno, el
grupo nitro o un grupo de alquilo inferior.

15. Los colorantes de la fórmula I utilizables según
el invento se preparan de la manera ordinaria, copulando
el compuesto diazónico de una amina de la fórmula II



con un componente de copulación de la fórmula III

303 866

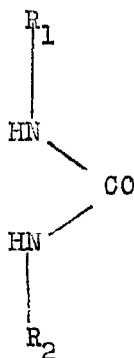


(III)

teniendo X_1 , X_2 , R_1 y R_2 , en estas fórmulas II y III, el significado que se ha expuesto antes.

La copulación del compuesto diazónico de una amina de la fórmula II con el componente de copulación de la fórmula III se realiza preferentemente en medio acuoso de ácido mineral, hasta débilmente ácido, en particular con un pH de 4 a 4,5. De conveniencia, en la copulación de ácido mineral se neutraliza el ácido gradualmente, por ejemplo con sales alcalinas de ácidos grasos inferiores.

10. Los componentes de copulación de la fórmula III se obtienen, por ejemplo, mediante condensación de una urea de la fórmula





303866

- con ácido malónico, de conveniencia en un disolvente orgánico inerte, como el cloroformo, y en presencia de un agente desdoblador de agua, por ejemplo en presencia de oxiclорuro fosfórico; o mediante reacción de la urea N,N'-disustituída anterior con ácido cianoacético, para formar la correspondiente cianoacetilurea, transformación de ésta, en medio alcalino, en 4-aminouracilo y seponificación del grupo imino o grupo oxo, por ejemplo con ácido clorhídrico diluído hirviente.
- 5.
10. Los colorantes azoicos de la fórmula I utilizables según este invento se ponen en forma finamente dividida mediante molturación con agentes dispersantes. Dispersantes apropiados, son, por ejemplo, los aniónicos, como los sulfonatos de alquilarilo, los productos de condensación del
15. formaldehido con los ácidos naftalinsulfónicos y los sulfonatos de lignina, o los no ionógenos, como el éter poliglicólico de alcohol graso. Se emplean con ventaja mezclas de los citados dispersantes.
20. En esta preparación, los colorantes utilizables según el invento sirven para teñir fibras textiles a base de ésteres de peso molecular elevado de ácidos policarboxílicos aromáticos con alcoholes polifuncionales, por ejemplo fibras de tereftalato de polietilenglicol, isoftalato de polietilenglicol, o tereftalato de polihexahidro-xilildiol,
25. como "Dacron" (R), "Terilene" (R), "Kodel" (R) y "Vycron" (R), y otras fibras semejantes de poliésteres aromáticos.
30. La tinción de las fibras de poliésteres aromáticos con las dispersiones acuosas de los colorantes de la fórmula I se efectúa preferentemente a temperaturas superiores a 100° C, bajo presión. Pero la tinción puede reali-

303866



- zarse también al punto de ebullición del baño tintóreo, en presencia de transmisores de color, como fenilfenol, policlorobenceno o agentes auxiliares semejantes, o por el procedimiento de fulardeo y termofijación consecutiva
5. a 180-210° C. Los tejidos a base de fibras de poliésteres aromáticos pueden además estamparse también con dispersiones acuosas de los colorantes utilizables según este invento y a continuación vaporizarse o termofijarse.
- Los colorantes utilizables según este invento
10. dan sobre las citadas fibras tinturas muy intensas de color amarillo verdoso, amarillo y amarillo rojizo. Dichos colorantes poseen excelente poder de fijación a las fibras de tereftalato de poliglicol. Gracias a su buena solidez a la sublimación, pueden utilizarse muy bien para teñir los tejidos de poliéster por el procedimiento de fulardeo, y termofijación. En la tinción de tejidos mixtos constituidos por algodón y poliéster reservan muy bien la parte de algodón. Los colorantes monoazoicos de la fórmula I reservan además, en la tinción de tejidos mixtos de lana y poliéster,
15. extraordinariamente bien la parte de lana.
- Los colorantes utilizables según este invento permiten también teñir homogéneamente con los agentes de imbibición corrientes en el comercio. Con ellos se obtienen penetraciones tintóreas buenas y uniformes aún sobre tejidos tupidos o hilos fuertemente retorcidos. Las tinturas
25. tienen muy buena solidez al batanado, a los disolventes, al reteñido y al decatizado. Poseen además extraordinarias propiedades solidez en el uso, en particular muy buena solidez a la luz, al lavado, al frote, al sudor y al gaseado,
30. Mediante la combinación de los colorantes de la

303866



fórmula I con colorantes de dispersión azules, se obtienen sobre las fibras de poliésteres aromáticos tinturas verdes homogéneas, bien penetradas por el tinte y sólidas a la luz y a la sublimación.

5. Si en los colorantes de la fórmula I utilizables según este invento R_1 y R_2 son cada uno un radical de alquilo inferior, éste presenta preferentemente 1 a 4 átomos de carbono. A tenor de la definición, este radical alquílico puede estar substituído por un grupo alcoxi inferior, como el grupo metoxi o etoxi. En concepto de substituyentes del radical alquílico entran también en consideración para R_2 el grupo ciano e los átomos de halógeno, como bromo o, de preferencia, cloro, los grupos alcoxi inferiores actuantes como componentes de R_1 y R_2 y los halógenos y grupos ciano actuantes como componentes de R_2 deben en este caso estar separados del nitrógeno, preferentemente, por 2 átomos de carbono a lo menos.
- 10.
- 15.

- En calidad de radical fenílico, eventualmente substituídos por grupos alcoxi o alquilo inferiores, grupos nitro o halógenos, R_1 significa preferentemente el grupo fenilo, metilfenilo, etilfenilo, metoxifenilo, etoxifenilo, clorofenilo, bromofenilo, nitrofenilo, dimetilfenilo o diclorofenilo.
- 20.

- En los colorantes monoazoicos preferidos para utilizar según este invento, R_1 es un radical fenílico, substituído eventualmente por grupos alquilo o alcoxi inferiores, grupos nitro o halógenos, y R_2 es un radical alquilo o alcoxialquilo inferior.
- 25.

- De sumo interés son los colorantes monoazoicos de la fórmula I, utilizables según este invento, en que
- 30.

303866



- X_1 significa un grupo alcoxi inferior o un grupo fenoxi, substituido eventualmente por grupos metílicos o átomos de cloro.
5. X_2 significa el grupo nitro.
- R_1 significa un radical fenílico, eventualmente substituido por grupos alquilo o alcoxi inferiores, por grupos nitro o por halógenos, y
- R_2 significa un radical alquílico o alcoxialquílico inferior.
- 10.
- Estos colorantes se prenden sumamente bien a las fibras de tereftalato de polietilenglicol y dan tinturas muy sólidas a la luz y a la sublimación. Además, se distinguen por su buena capacidad de reserva de la lana y el algodón.
15. Cuando X_1 significa un grupo fenilazo, éste puede contener un grupo alquílico inferior, como por ejemplo el grupo metílico, etílico, propílico o butílico. Sin embargo, de preferencia el grupo fenilazo está insubstituido. Los colorantes disazoicos de la fórmula I que hallan empleo
20. de acuerdo con el procedimiento, contienen con ventaja, en concepto de R_1 , un radical alquilo o alcoxialquilo inferior o, todavía más ventajosamente, un radical fenílico, eventualmente substituido por grupos alquilo o alcoxi inferiores o por halógenos, y en concepto de R_2 , de preferencia
25. un radical alquilo, alcoxialquilo, halogenalquilo o cianoalquilo inferior. Estos colorantes disazoicos prenden muy bien a las fibras de tereftalato de poliglicol y dan tinturas de color amarillo rojizo, limpidas y sólidas a la luz y a la sublimación.
30. Los ejemplos que siguen ilustran el invento. En

303866



- ellos, las partes, en tanto no se indique expresamente otra cosa, significan partes en peso, las temperaturas están señaladas en grados centígrados. Las partes en peso se refieren a los volúmenes en la misma relación que el gramo al centímetro cúbico.
- 5.

E J E M P L O 1.

10. Se dispersan en 4000 partes de agua 2 partes del colorante preparado según el procedimiento que se explica más adelante. A esta dispersión se añaden, como agente de imbibición, 20 partes de la sal sódica de o-fenilfenol, así como 20 partes de sulfato de diamonio y con ella se tiñen 100 partes de hilo de tereftalato de poliglicol durante 1½ horas a 95-98°. El baño tintóreo queda así ampliamente agotado. Se enjuaga la tintura con agua y a continuación se la somete a tratamiento final durante 15 minutos en 4000 partes de agua con 12 partes de lejía sódica al 30% y 4 partes de éter octilfenilpoliglicólico a 80°. A continuación se enjuaga una vez más con agua, a fondo, el material teñido y luego se le seca.
- 15.
- 20.

Se obtiene así una tintura amarilla sólida al lavado, a la luz y a la sublimación.

25. Si en este ejemplo se reemplazan las 20 partes de sal sódica de o-fenilfenol por 20 partes de una de las preparaciones imbibidoras siguientes, corrientes en el comercio, como por ejemplo por

- 20 partes de emulsión de o-fenilfenol o
20 partes de emulsión de p-clorofenoxietanol o
30. 20 partes de emulsión de diclorobenceno o

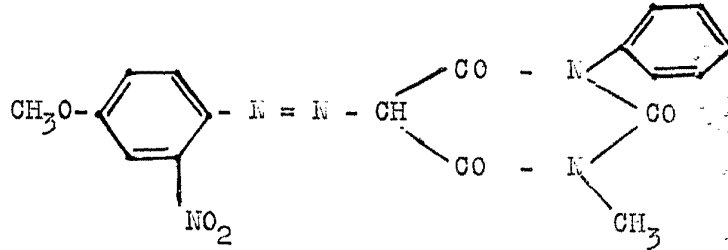
303866



AGO. 1946

- 20 partes de emulsión de éster metílico de ácido cresotínico o
- 20 partes de una emulsión 1:1 de éster dimetílico de ácido tereftálico + benzanilida
5. y se procede en lo demás como en el ejemplo, se obtiene una tintura amarilla de calidad equiparable.
- Si en este ejemplo se reemplazan las 100 partes de hilo de tereftalato de poliglicol por 100 partes de hilo de isoftalato de poliglicol o 100 partes de fibras de
10. tereftalato de policiclohexandiol y se tiñe en las condiciones que se han expuesto antes, se obtiene una tintura amarilla de propiedades equivalentes.
- El colorante empleado precedentemente se prepara así:
15. Se diazoa de la manera ordinaria, a temperatura de 0 a 5° y mediante adición de 6,9 partes de nitrito sódico, una suspensión fina de 16,8 partes de 1-amino-2-nitro-4-metoxi-benceno en 500 partes de agua, 60 partes de ácido clorhídrico al 36 % y 5 partes de éter cetilpoliglicólico.
20. Se clarifica la solución de sal diazónica y se le agrega a 0-5° una solución de 21,8 partes de ácido 1-fenil-3-metilbarbitúrico en 800 partes de agua y 200 partes de ácido acético al 80%. Luego se aumenta a 4 - 4,5 el pH del baño de copulación mediante adición de acetato sódico. Terminada
25. la copulación, se separa por filtración el precipitado amarillo segregado, cuya composición corresponde a la fórmula

303866



se le lava con una cantidad de agua y se le seca en vacío a 60-70°. El colorante obtenido se muele luego con la sal sódica de un producto de condensación de ácido naftalin-2-sulfónico y formaldehído.

5. Se obtienen tinturas de propiedades igualmente buenas si en este ejemplo se emplean los colorantes que se preparan por copulación de componentes diazoicos de la columna 2 de la tabla que sigue con componentes de copulación de la columna 3 de dicha tabla.

303866



TABLA I.

Ejemplo nº.	Componente dia- zoico	Componente de copulación	Matiz tintó- reo sobre las fibras de te- rftalato de poliglicol
2	1-amino-2-nitro-4- -metilbenceno	ácido 1-fenil-3-gamma- -metoxipropil-barbitú- rico	amarillo verdoso
3	"	ácido 1-(4'-etoxifenil) -3-metil-barbitúrico	"
4	"	ácido 1-fenil-3-beta- -cloroetil-barbitúrico	"
5	"	ácido 1-fenil-3-beta- -cianoetil-barbitúrico	"
6	1-amino-2-nitro-4- clorobenceno	ácido 1-(3'-clorofenil)- -3-etil-barbitúrico	"
7	"	ácido 1-(2'-metilfenil) -3-etil-barbitúrico	"
8	1-amino-2-nitro-4- metoxibenceno	ácido 1-fenil-3-etil- -barbitúrico	amarillo
9	"	ácido 1-(4'-clorofenil) -3-metil-barbitúrico	"
10	1-amino-2-nitro-4-)beta-hidroxi-etoxi) -benceno	ácido 1-(2'-metoxifenil) -3-etil-barbitúrico	"
11	"	ácido 1-fenil-3-propil- -barbitúrico	"
12	1-amino-2,4-dietoxi- -benceno	ácido 1-(3'-clorofenil)- -3-metil-barbitúrico	"
13	1-amino-2-metoxi-4- nitrobenceno	ácido 1-fenil-3-metil- barbitúrico	amarillo verdoso.
14	"	ácido 1-(3'-clorofenil)- -3-metil-barbitúrico	"
15	1-amino-2-metoxi-4- -nitrobenceno	ácido 1-(3'-metilfenil)- -3-beta-cloroetil-barbitú- rico	"

303866



Ejemplo Nº	Componente dia- zoico	Componente de copulación	Matiz tintó- reo sobre las fibras de te- refalato de poliglicol
16	1-amino-2-etoxi-4- nitrobencono	ácido 1-fenil-3-metil- barbitúrico	amarillo verdoso
17	"	ácido 1-(3'-metilfenil)- -3-metil-barbitúrico	"
18	1-amino-2-nitro-4- etoxibencono	ácido 1-fenil-3-metil- barbitúrico	amarillo
19	1-amino-2-nitro-4- -fenoxibencono	"	"
20	1-amino-2,4-dibuto- xibencono.	ácido 1-fenil-3-butil- barbitúrico	"
21	1-amino-2,4-dimetoxi- bencono	ácido 1-(3'-clorofenil)- -3-metil-barbitúrico	"
22	1-amino-2,4-di-(beta- hidroxi-etoxi)-bence- no	"	"
23	1-amino-2,4-di-(beta- metoxi-etoxi)-bencono	ácido 1-(2'-metilfenil)- -3-metil-barbitúrico	"
24	1-amino-2,4-di-(2'- metilfenoxi)-bencono	ácido 1-(3'-clorofenil)- -3-metil-barbitúrico	"
25	1-amino-2,4-di-(3'- clorofenoxi)-bencono	ácido 1-fenil-3-metil- barbitúrico	"
26	1-amino-2,4-di-fenoxi- bencono	"	"

303866

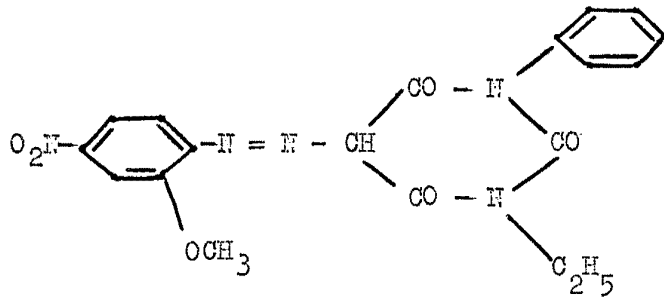


EJEMPLO 27.

- En un aparato para estampar, se suspenden finamente 2 partes del colorante obtenido por el procedimiento que se describe más adelante en 2000 partes de agua que
5. contienen 4 partes de éter oleilpoliglicólico. Mediante adición de ácido acético se ajusta el pH del baño tintórico a 6 - 6,5.
- Se introducen entonces a 50° 160 partes de tejido de tereftalato de poliglicol, se calienta el baño en una
10. autoclave en 30 minutos hasta 140° y se tinte durante 50 minutos a esta temperatura. A continuación se lava la tintura con agua, se la enjabona, y se la seca. Se obtiene así una tintura de color amarilla verdoso, pura y sólida al lavado, al sudor, a la luz y a la sublimación. Los colorantes utilizados en los otros Ejemplos dan en este procedimiento tinturas de la misma calidad.
15. El colorante empleado en este ejemplo se prepara como sigue:
- Se diazoa de manera ordinaria, mediante adición
20. de 6,9 partes de nitrito sódico, una suspensión fina de 16,8 partes de 1-amino-2-metoxi-4-nitro-benceno en 500 partes de agua, 60 partes de ácido clorhídrico al 36% y 5 partes de éter oleilpoliglicólico. Se clarifica la solución de sal diazónica y se la instila, a 0-5°, en una solución de
25. 23,2 partes de ácido 1-fenil-3-etil-barbitúrico en 750 partes de agua y 250 partes de ácido acético al 80%. Luego se ajusta a 4 - 4,5 el pH de la mezcla reaccional mediante adición de acetato sódico. Se separa por filtración el producto de copulación amarillo que se origina, cuya composición
30. corresponde a la fórmula



303866



se le lava hasta neutralizar con solución acuosa de carbonato sódico y por último se le lava con agua para eliminar las sales. Se seca el colorante a 60-70°, en vacío, y a continuación, mediante molturación con una mezcla de sulfonato de lignina y sal sódica de un producto de condensación de ácido naftalín-sulfónico y formaldehído, se le pone en forma finamente dispersable.

5.

E J E M P L O 28.

10.

En un fular se impregna a 40° tejido de tereftalato de poliglicol (por ejemplo "Dacron" (R), de la E.I. DuPont de Nemours, de Wilmington, Delaware, Estados Unidos) con un baño de la composición siguiente:

15.

20 partes del colorante preparado según se describe más abajo, finamente disperso en

7,5 partes de alginato sódico,

20 partes de trietanolamina,

20 partes de éter octilfenilpoliglicólico y

20.

900 partes de agua.

303866

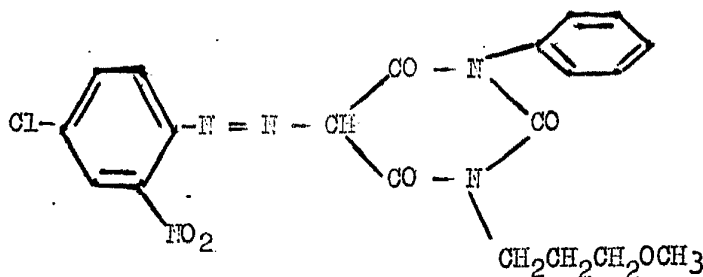


Se exprime el tejido hasta un contenido de líquido del 100% aproximadamente y se le seca a 100°. Luego se fija la tintura durante 30 segundos a una temperatura de 210°. Se enjuaga con agua el género teñido, se le enjabona y se le seca. Se obtiene así una tintura amarilla pura, sólida al lavado, al frote, a la luz y a la sublimación.

Los colorantes empleados en los otros ejemplos dan con este procedimiento tinturas de la misma calidad.

El colorante utilizado en este ejemplo se prepara como sigue:

Se diazoa a 0-5°, mediante adición de una solución de 6,9 partes de nitrito sódico en 50 partes de agua, una suspensión fina de 17,3 partes de 1-amino-2-nitro-4-cloro-benceno en 300 partes de agua y 30 partes de ácido clorhídrico al 36%, la solución límpida de sal diazónica se instila, a 0-5°, en una solución de 27,6 partes de ácido 1-fenil-3-(gamma-metoxipropil)-barbitúrico en 1250 partes de agua y 250 partes de ácido acético al 80%. Luego se ajusta a 4-4,5 el pH de la mezcla reaccional por medio de acetato sódico. Se separa por filtración el producto de copulación amarillo originado, cuya composición corresponde a la fórmula



se le lava hasta neutralidad con solución diluída de carbonato sódico y por último se le lava con agua para eliminar



las sales. Se seca el colorante a 60-70° y en vacío y luego se le muele con una mezcla de sulfonato de lignina y sal sódica de un producto de condensación de ácido naftalin-2-sulfónico y formaldehído.

5. El ácido 1-fenil-3-(gamma-metoxi-propil)-barbitúrico empleado antes como componente de copulación se obtiene, por ejemplo, mediante reacción de N-fenil-N'-(gamma-metoxipropil)-urea con ácido malónico en cloroformo, en presencia de oxiclóruo fosfórico.

10.

E J E M P L O 29.

En un aparato para estampar, se dispersan en 1000 partes de agua 0,5 partes del colorante preparado según el procedimiento que se ha explicado antes. A esta dispersión se añaden 0,5 partes de N-metiltaurida de ácido oleico, 0,5 partes de sal sódica de un producto de condensación de ácido naftalin-2-sulfónico y formaldehído, 2 partes de sulfato de diamonio y 0,1 parte de ácido fórmico al 85%.

20.

Se introducen entonces a 50° 25 partes de hilo de tereftalato de poliglicol fuertemente retorcido, se calienta el baño cerrado, en 45 minutos, hasta temperatura de 125 a 130° y se tinte a esta temperatura y bajo presión durante 45 minutos más. El baño tintóreo queda bien agotado. Luego se enjuaga la tintura con agua, se la enjabona y se la seca. Se obtiene una tintura amarilla de buenas propiedades de solidez respecto al lavado, al frote, al sudor, a la luz, a la sublimación y a los disolventes y que está exenta de todo residuo visible de colorante.

30.

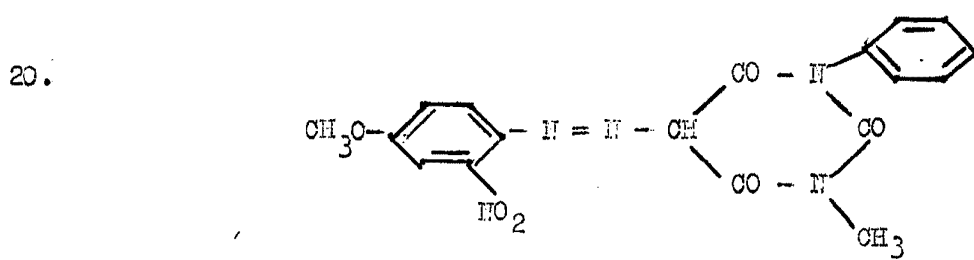


363836

El colorante utilizado en este ejemplo se prepara como sigue:

5. Se diazoa de manera ordinaria a temperatura de 0 a 5°, mediante adición de 6,9 partes de nitrito sódico, una suspensión fina de 16,8 partes de 1-amino-2-nitro-4-metoxi-benceno en 500 partes de agua, 60 partes de ácido clorhídrico al 36% y 5 partes de éter cetilpoliglicólico.

10. Al mismo tiempo se disuelven 25,3 partes de ácido 1-(3^{er}-clorofenil)-3-metil-barbitúrico en 300 partes de agua mediante adición de 8 partes de hidróxido sódico. La solución alcalina de ácido 1-(3^{er}-clorofenil)-3-metil-barbitúrico se instala a temperatura de 0 a 5° en la solución de sal diazónica preparada. A continuación se ajusta a 4 - 4,5 el pH del baño de copulación mediante adición de acetato sódico. Terminada la reacción copuladora, se separa por filtración el precipitado amarillo, cuya composición corresponde a la fórmula



25. se le lava con agua y se le seca a temperatura de 70 a 80°. 10 partes del producto de copulación así obtenido se ponen en forma finamente dispersable en agua moliéndolas con la sal sódica de un producto de condensación de ácido naftalín-2-sulfónico y formaldehído y 10 partes de sulfonato de lignina. 30. La dispersión acuosa del colorante así preparada es



323856

muy estable y no tiende a precipitarse, sobre todo cuando se tiñe peinado, hilo y tejidos de tereftalato de polietilenglicol a temperatura de 125 a 130° y con presión.

5. El ácido 1-(3'-clorofenil)-3-metil-barbitúrico, empleado en este ejemplo como componente de copulación se obtiene, verbigracia, convirtiendo N-(3'-clorofenil)-N'-metilurea con ácido cianoacético en la correspondiente cianoacetilurea, transformando la cianoacetilurea con hidróxido sódico en 1-(3'-clorofenil)-3-metil-4-amino-uracilo
10. y dissociando luego el grupo amino en ácido clorhídrico diluido. El ácido 1-(3'-clorofenil)-3-metil-barbitúrico, que tiene un punto de fusión de 162 a 163°, se obtiene del producto bruto por medio de cristalización en etanol.
15. Se logran resultados igualmente buenos si en este ejemplo se reemplaza el colorante anterior por colorantes de acuerdo con los Ejemplos 30 a 55 y con ellos se tiñen, en las condiciones que se han explicado antes, peinado, hilo o tejido de tereftalato de poliglicol, de tereftalato de polihexahidro-xilidol o de isoftalato de poliglicol.
20. Los colorantes de acuerdo con los Ejemplos 30 a 55 se obtienen si se hacen reaccionar, en las condiciones que antes se han indicado, los componentes diazoicos reseñados en la columna 2 de la Tabla II que sigue con uno de los componentes de copulación reseñados en la columna 3
25. de la tabla y luego los productos obtenidos de la copulación se ponen, en las condiciones antes indicadas, en forma finamente dispersable en agua.



TABLA II

303866

Ejemplo nº	Componente diazotico	Componente de copula- ción	Matiz tintóreo sobre las fi- bras de teref- talato de po- liglicol
30.	1-amino-2-nitro-4- metoxibenceno	ácido 1-(2'-metilfenil)-3- metil-barbitúrico	amarillo
31.	"	ácido 1-(3',4'-diclorofenil)- 3-metil-barbitúrico	"
32.	"	ácido 1-(4'-bromofenil)-3- (gamma-metoxipropil)-barbi- túrico	"
33.	"	ácido 1-(4'-clorofenil)-3- etil-barbitúrico	"
34.	"	ácido 1-(3'-metilfenil)-3- n-propil-barbitúrico	"
35.	1-amino-2-nitro-4- etoxibenceno	ácido 1-(3'-metilfenil)-3- metil-barbitúrico	"
36.	"	ácido 1-(3'-nitrofenil)-3- metil-barbitúrico	"
37.	"	ácido 1-(2'-metil-5'-cloro- fenil)-3-metil-barbitúrico	"
38.	"	ácido 1-(2',4'-dimetilfenil)- 3-metil-barbitúrico	"
39.	"	ácido 1-(2'-metoxifenil)-3- metil-barbitúrico	"
40.	1-amino-2-nitro-4- fenoxibenceno	ácido 1-(2'-metilfenil)-3- metil-barbitúrico	"
41.	"	ácido 1-(3'-clorofenil)-3- metil-barbitúrico	"
42.	1-amino-2-nitro-4- metilbenceno	ácido 1-(3'-clorofenil)-3- metil-barbitúrico	amarillo ver- doso
43.	"	ácido 1-(4'-etilfenil)-3- etil-barbitúrico	"
44.	"	ácido 1-(2',4'-dimetilfenil)- 3-metil-barbitúrico	"

303866



Ejemplo nº	Componente diazóico	Componente de copula- ción	Matiz tintóreo sobre las fi- bras de teref- talato de po- liglicol.
45	1-amino-2-nitro-4- etilbenceno	ácido 1-(3'-bromofenil)-3- metil-barbitúrico	amarillo ver- doso
46	1-amino-2-metoxi- -4-nitrobenceno	ácido 1-(4'-metilfenil)-3- isopropil-barbitúrico	"
47	"	ácido 1-(2'-clorofenil)-3- metil-barbitúrico	"
48	"	ácido 1-(3'-metilfenil)-3- propil-barbitúrico	"
49	"	ácido 1-(3'-nitrofenil)-3- metil-barbitúrico	"
50	"	ácido 1-(2'-etoxifenil)-3- propil-barbitúrico	"
51	1-amino-2-etoxi-4- nitrobenceno	"	"
52	"	ácido 1-(2'-clorofenil)-3- metil-barbitúrico	"
53	"	ácido 1-(2'-metoxi-5'-me- tilfenil)-3-metil-barbitú- rico	"
54	1-amino-2-nitro-4- bromobenceno	"	"
55	"	ácido 1-(2'-metilfenil)-3- metil-barbitúrico	"



EJEMPLO 56.

303866

5. Se dispersan en 4000 partes de agua y 3 partes del colorante según el Ejemplo 40. A esta dispersión se añaden, en concepto de agente imbibidor, 20 partes de sal sódica de o-fenilfenol y 20 partes de sulfato de diamonio y se tiben con ella durante 90 minutos 100 partes de hilo de tereftalato de poliglicol, a temperatura de 95 a 98°. Se enjuaga la tintura y luego se la trata durante 15 minutos a 80°, con 12 partes de lejía sódica al 30% y 4 partes
10. de éter octilfenilpoliglicólico en 4000 partes de agua. A continuación se vuelve a enjuagar a fondo con agua el hilo teñido y luego se le seca. Se obtiene así una tintura amarilla pura, que se distingue por muy buena solidez a la luz.
15. Si en este ejemplo se reemplazan las 100 partes de hilo de tereftalato de poliglicol por 200 partes de un tejido mixto de algodón y tereftalato de poliglicol en la proporción 1:1 y se tiñe en las condiciones que se han indicado, la porción de tereftalato de poliglicol queda, como
20. antes, teñida de amarillo puro, al mismo tiempo que la porción de algodón queda muy bien reservada.

Los colorantes expuestos en los otros ejemplos reservan igualmente bien la porción de algodón en el teñido de tejidos mixtos de algodón y tereftalato de poliglicol.

25.

EJEMPLO 57.

30. Se dispersan en 4000 partes de agua 3 partes del colorante del Ejemplo 30. A esta dispersión se añaden, en concepto de agente imbibidor, 20 partes de sal sódica de o-fenilfenol y 20 partes de fosfato de diamonio y se tiben



203866

5. con ella durante 90 minutos, a temperatura de 95 a 98°, 200 partes de un tejido mixto constituido por 55% de lana y 45% de tereftalato de poliglicol. A continuación se enjuaga la tintura con agua y luego se la trata durante 15 minutos, a 60°, con 4 partes de éter octilfenilpoliglicólico en 4000 partes de agua. Después se vuelve a enjuagar con agua el tejido teñido y se lo seca. En estas condiciones se obtiene sobre las fibras de tereftalato de polietilenglicol del tejido mixto un matiz amarillo puro, mientras que la porción de lana queda bien reservada.

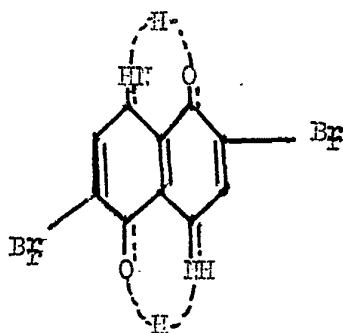
10.

Los colorantes expuestos en los otros ejemplos reservan igualmente bien la porción de lana en la tinción de tejidos mixtos de lana y tereftalato de poliglicol.

15. EJEMPLO 58.

Se dispersan en 4000 partes de agua 1 partes del colorante del Ejemplo 47 y 3 partes del colorante de la fórmula

20.



25.

que se obtiene conforme al Ejemplo I de la patente norteamericana Nº 2,553,048. A esta dispersión se agregan, en concepto de agente imbibidor, 20 partes de sal sódica de

30.

303866



5. o-fenilfenol y 20 partes de sulfato de diamonio y se tifican con ella, durante 90 minutos y a temperatura de 95 a 98°, 100 partes de hilo de tereftalato de poliglicol. Luego se enjuaga la tintura, y de la manera descrita en el Ejemplo 56, se la trata con lejía sódica diluida y éter octilfenilpoliglicólico. De este modo se obtiene una tintura verde homogénea, que se caracteriza por excelente solidez al lavado, al frote y a la luz.

10. Si en este ejemplo se reemplazan las 20 partes de sal sódica de o-fenilfenol por 20 partes de uno de los agentes siguientes, corrientes en el comercio, por ejemplo por

15. 20 partes de emulsión de o-fenilfenol o
20 partes de emulsión de p-clorofenoxietanol o
20 partes de emulsión de diclorobenceno o
20 partes de emulsión de éster metílico de ácido cresotínico o
20 partes de una emulsión 1:1 de éster dimetílico de ácido tereftálico y benzamida,

20. y se procede en lo demás de la misma manera que antes, se obtienen tinturas verdes de calidad equivalente.

25. Una combinación del colorante anterior, azul, de bromonaftoxidina con los colorantes indicados en los otros ejemplos da igualmente tinturas verdes homogéneas de buena solidez a la luz.

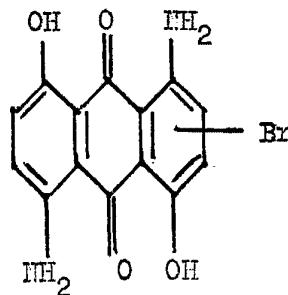
E J E M P L O 59.

30. En un aparato para estampar se dispersan en 2000 partes de agua 0,5 partes del colorante del Ejemplo 6 de la



303866

Tabla I y 3 partes del colorante de la fórmula



5.

10. que se obtiene según el Ejemplo I de la patente alemana nº 1.029.506. A esta dispersión se agregan 4 partes de éter oleilpoliglicólico y se ajusta a 5 - 6,5 el pH del baño tintóreo con ácido acético.

15. Luego se introducen a 50° 100 partes de hilo de tereftalato de poliglicol, se calienta el baño a temperatura de 125 a 130° en el aparato de estampar cerrado, durante 45 minutos, y se tinte durante 45 minutos más a dicha temperatura. A continuación se enjuaga la tintura con agua, se la enjabona y se la seca. Se obtiene así una tintura

20. verde homogénea, de buena solidez al lavado, al sudor, a la sublimación y al frote.

E J E M P L O 60.

En una máquina de estampar se estampa a 25° tejido de tereftalato de poliglicol con un baño de la composición siguiente:

25. 50 partes del colorante del Ejemplo 34, finamente disperso en
- 300 partes de agua,
- 40 partes de urea,
- 400 partes de espesante de goma cristal, y
30. 200 partes de una emulsión acuosa al 10% de p-fenilfenol.

303 866



El tejido estampado se vaporiza durante 60 minutos a 100° y a continuación se enjabona, se enjuaga con agua y se seca.

5. Se obtiene así un estampado amarillo de muy buena solidez al lavado, al frote, a la luz y a la sublimación.

Se obtiene un estampado de propiedades igualmente buenas si en este ejemplo se reemplazan las 200 partes de emulsión al 10% de p-fenilfenol por 200 partes de agua y se vaporiza el género estampado, durante 30 minutos, con una sobrepresión de 0,5 atmósferas o se le fija durante 1 minuto en una corriente de aire caliente a temperatura de 210°.

15. Los colorantes cuya preparación se ha explicado en los otros ejemplos dan, al teñir por este procedimiento, estampados igualmente buenos sobre los tejidos de tereftalato de poliglicol.

EJEMPLO 61.

20. En un fular se impregna a 40° tejido de tereftalato de poliglicol con un baño de la composición siguiente:

20 partes del colorante del Ejemplo 39, finamente disperso en

7,5 partes de alginato sódico,

25. 20 partes de trietanolamina,

20 partes de éter octilfenilpoliglicólico y

900 partes de agua.

30. Se exprime el tejido hasta un contenido de humedad del 100% aproximadamente, se le seca a 100° y luego se le fija durante 30 segundos con aire a temperatura de



303866

210°. A continuación se enjuaga con agua el género teñido, se le enjabona y se le seca. Se obtiene así una tintura amarilla sólida al lavado, al frote, a la luz y a la sublimación.

5.

E J E M P L O 62.

Se dispersan en 4000 partes de agua y 2 partes del colorante obtenido por el procedimiento que se expone más adelante. A esta dispersión se agregan, como agente de inhibición, 20 partes de sal sódica de o-fenilfenol y 20 partes de fosfato de diamonio y con ella se tiñen durante 90 minutos 100 partes de hilo de tereftalato de poliglicol a temperatura de 95 a 98°. Luego se enjuaga la tintura y se la trata finamente, durante 15 minutos y a 80°, con 12 partes de lejía sódica al 30% y 4 partes de éter octilfenilpoliglicólico en 4000 partes de agua.

15.

A continuación se enjuaga otra vez con agua, esmeradamente, el hilo teñido y se le seca. Se obtiene así una tintura amarilloverdosa, que se distingue por muy buena solidez a la luz y a la sublimación.

20.

El colorante utilizado en este ejemplo se prepara como sigue:

25.

Se diazoa a temperatura de 0-5°, de la manera ordinaria, por adición de 6,9 partes de nitrito sódico, una suspensión fina de 18,5 partes de 1-amino-4-fenoxibenceno en 500 partes de agua, 60 partes de ácido clorhídrico al 36% y 5 partes de éter cetilpoliglicólico. Se clarifica la solución de sal diazónica y a 0-5° se le agrega a una solución de 21,8 partes de ácido 1-fenil-3-metil-barbitúrico en 300 partes de agua y 200 partes de ácido acético

30.

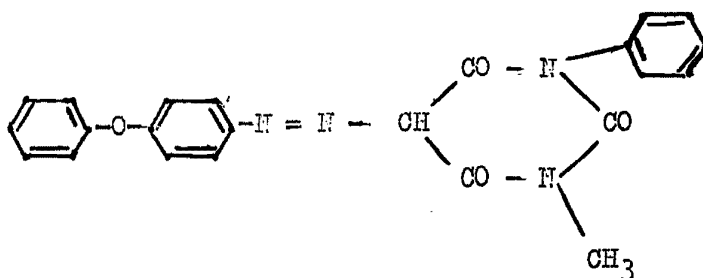


303866

al 80%. Luego se aumenta hasta 4-4,5 el pH del baño de copulación mediante adición de acetato sódico. Terminada la copulación, se separa por filtración el precipitado amarillo, cuya composición corresponde a la fórmula

5.

10.



15.

se le lava con agua y se le seca en vacío a 60-70°. Luego se le muele con la sal sódica de un producto de condensación de ácido naftalin-2-sulfónico y formaldehído.

EJEMPLO 63.

20.

En un aparato para estampar se dispersan en 1000 partes de agua 0,5 partes del colorante del Ejemplo 62. A esta dispersión se agregan 0,5 partes de N-metiltaurida de ácido oleico, 0,5 partes de sal sódica de un producto de condensación de ácido naftalin-2-sulfónico y formaldehído, 2 partes de sulfato de diamonio y 0,1 parte de ácido fórmico al 85%.

25.

Se introducen entonces, a 50°, 25 partes de hilo de tereftalato de poliglicol fuertemente retorcido, se calienta el baño cerrado, en 45 minutos, a temperatura de 125 a 130° y se tinte el género a esta temperatura durante 45 minutos y bajo presión. El baño tintóreo se agota. Luego

30.



303866

se enjuaga con agua la tintura, se la enjabona y se la seca. Se obtiene una tintura amarilla verdosa, de buena solidez al lavado, al frote, al sudor, a la luz, a la sublimación y a los disolventes.

5. Se obtienen resultados igualmente buenos si el colorante de este ejemplo se reemplaza por colorantes que se preparan mediante copulación de los componentes diazoicos de la tabla III que sigue con los componentes de copulación de la misma tabla y se tinte, en las condiciones que se han expuesto antes, sobre peinado, hilo o tejido de tereftalato de poliglicol, tereftalato de policiclohexan-
diol o isoftalato de poliglicol.
- 10.

T A B L A III

Ejemplo nº	Componente diazoico	Componente de copulación	Matiz tinto- re sobre las fibras de tereftalato de poliglicol
64	1-amino-2-metoxibenceno	ácido 1-fenil-3-(gamma-metoxi-propil)-barbitúrico	amarillo verdoso
65	1-amino-2-etoxi-benceno	"	"
66	1-amino-2-(beta-hidroxi etoxi)-benceno	ácido 1-fenil-3-butil-barbitúrico	"
67	1-amino-2-(beta-metoxi-etoxi)-benceno	"	"
68	1-amino-2-fenoxi-benceno	ácido 1-(3'-metoxifenil)-3-metil-barbitúrico	"
69	1-amino-2-(2'-metilfenoxi)-benceno	"	"
70	1-amino-2-(3'-clorofenoxi)-benceno	ácido 1-fenil-3-propil-barbitúrico	"
71	1-amino-2-metoxi-4-etil-benceno	"	"
72	1-amino-2-etoxi-4-metil-benceno	"	"



303866

Ejemplo Nº	Componente diazoico	Componente de copulación	Matiz tintó- reo sobre las fibras de tereftalato de poliglicol
73	1-amino-2-fenoxi-4-cloro- benceno	ácido 1-(4'-metilfenil)-3- butil-barbitúrico	amarillo ver- doso
74	1-amino-4-metoxi-benceno	ácido 1-(3'-nitrofenil)-3- metil-barbitúrico	"
75	"	ácido 1-(2'-nitrofenil)-3- metil-barbitúrico	"
76	1-amino-4-etoxi-benceno	ácido 1-(3',4'-diclorofenil)- 3-etil-barbitúrico	"
77	1-amino-4-(gamma-hidro- zipropoxi)-benceno	ácido 1-(2'-clorofenil)-3- propil-barbitúrico	"
78	1-amino-4-(gamma-etoxi- propoxi)-benceno	ácido 1-(4'-etilfenil)-3- metil-barbitúrico	"
79	1-amino-4-fenoxi-benceno	ácido 1-fenil-3-(gamma-metoxi- propil)-barbitúrico	"
80	1-amino-4-fenoxi-benceno	ácido 1-(3'-clorofenil)-3- metil-barbitúrico	"
81	"	ácido 1-(2'-metilfenil)-3- metil-barbitúrico	"
82	1-amino-4-(3'-metilfenoxi)- -benceno	"	"
83	1-amino-4-(2'-etilfenoxi)- -benceno	ácido 1-fenil-3-metil-barbi- túrico	"
84	1-amino-4-(4'-clorofenoxi)- -benceno	"	"
85	1-amino-2-metil-4-metoxi- benceno	ácido 1-(4'-etoxifenil)-3- metil-barbitúrico	"
86	1-amino-2-bromo-4-etoxi- benceno	ácido 1-fenil-3-isopropil- barbitúrico	"
87	1-amino-2-cloro-4-(beta- hidroxi etoxi)-benceno	"	"
88	1-amino-2-metil-4-fenoxi- benceno	ácido 1-fenil-3-etil-barbitú- rico	"

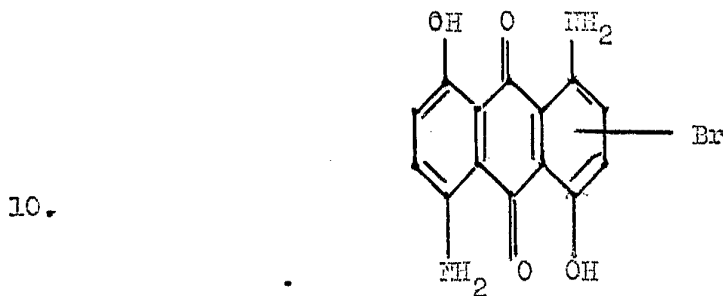
303866



Ejemplo	Componente diazoico	Componente de copu- lación	Baño tintó- reo sobre las fibras de tereftalato de poliglicol
89	1-amino-4-etoxi-benceno	ácido 1-(3'-bromofenil)-3- metil-barbitúrico	amarillo ver- doso
90	1-amino-2-fenoxi-4-ni- trobenceno	ácido 1-fenil-3-metil-bar- bitúrico	"
91	"	ácido 1-(2'-metilfenil)-3- butil-barbitúrico	"

E J E M P L O 92.

5. En un aparato para estampar se dispersan en 2000 partes de agua, 0,5 partes del colorante del Ejemplo 68 y 3 partes del colorante de la fórmula



15. A esta dispersión se agregan 4 partes de éter de oleilpoliglicólico y se ajusta el pH del baño tintóreo a 6 - 6,5 por medio de ácido acético.

Se introducen entonces 100 partes de hilo de tereftalato de poliglicol, a 50°, se calienta el baño en

303866



5. el aparato de estampar cerrado a $125 - 130^{\circ}$ en 45 minutos y se tifie durante 45 minutos a dicha temperatura. Se enjuaga la tintura con agua, se la enjabona y se la seca. Se obtiene así una tintura verde homogénea, de buena solidez al lavado, al sudor, a la sublimación y al frote.

EJEMPLO 93.

10. En una máquina de estampar se estampa a 25° tejido de tereftalato de poliglicol con un baño de la composición siguiente:

- 50 partes del colorante del Ejemplo 76, finamente disperso en
- 300 partes de agua,
- 15. 40 partes de urea,
- 400 partes de espesante de goma cristal, y
- 200 partes de una emulsión acuosa al 10% de p-fenilfenol.

20. El género estampado se vaporiza a 100° durante 60 minutos y a continuación se enjabona, se enjuaga con agua y se seca.

Se obtiene así un estampado amarillo que se distingue por muy buena solidez al lavado, al frote y a la luz.

25. Un estampado de propiedades igualmente buenas se obtiene en este ejemplo substituyendo las 200 partes de emulsión al 10% de p-fenilfenol por 200 partes de agua y vaporizando el género tejido, durante 30 minutos, con una sobrepresión de 1,5 atmósferas o fijándolo durante 1 minuto en una corriente de aire caliente a temperatura de

30. 210° .



303866

Los colorantes expuestos en los otros ejemplos dan por este procedimiento, empleándolos para tejidos de tereftalato de poliglicol, estampados de calidad semejante,

5. Los colorantes de los Ejemplos 2 a 7, 23, 42, a 45, 54 y 55 dan sobre las fibras de tereftalato de poliglicol tinturas que se distinguen por muy buena solidez a la luz.

E J E M P L O 94.

10.

Se dispersan en 4000 partes de agua 4 partes del colorante preparado por el procedimiento que se describe más abajo.

15.

A esta dispersión se agregan, como agente de imbibición, 20 partes de sal sódica de o-fenilfenol y 20 partes de sulfato de diamonio y con ella se tiñen durante 90 minutos 100 partes de hilo de tereftalato de poliglicol, a temperatura de 95 a 98°.

20.

Se enjuaga la tintura y luego se la somete a tratamiento final, a 80°, con 12 partes de lejía sódica al 30% y 4 partes de éter octilfenilpoliglicólico en 4000 partes de agua. Por último, se vuelve a enjuagar a fondo con agua el género teñido y luego se le seca. Se obtiene así una tintura de color amarillo dorado profundo, de buena solidez a la luz y a la sublimación.

25.

Si en este ejemplo se reemplazan las 20 partes de sal sódica de o-fenilfenol por 20 partes de uno de los agentes de imbibición siguientes, corrientes en el comercio, por ejemplo por:

30.

20 partes de emulsión de o-fenilfenol o



303866

- 20 partes de emulsión de p-clorofenoxietanol o
- 20 partes de emulsión de diclorobenceno o
- 20 partes de emulsión de éster metílico de ácido cre-
- sotínico o

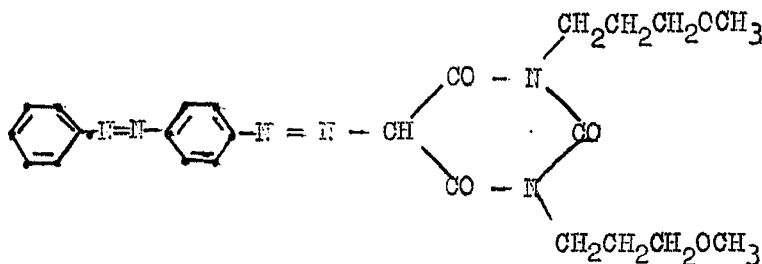
- 5. 20 partes de una emulsión 1:1 de éster metílico de ácido tereftálico y benzanilida,

y se procede en lo demás de la misma manera que antes, se obtiene una tintura de color amarillo dorado, de calidad equivalente. Estas tinturas tienen muy buena solidez al sudor, al frote y a la luz.

10.

El colorante empleado en este ejemplo se prepara como sigue:

- 15. Se diazoa de la manera ordinaria, a 15-20° y mediante adición de 6,9 partes de nitrito sódico, una suspensión fina de 19,7 partes de 4-aminoazobenceno en 500 partes de agua, 75 partes de ácido clorhídrico al 35% y 5 partes de éteroleilpoliglicólico. La solución de sal diazónica clarificada se instila, a 0-5°, en una solución de 27,2 partes de ácido 1,3-bis-(gamma-metoxipropil)-barbitúrico en 1200 partes de agua y 200 partes de ácido acético al 30%. Luego se ajusta el pH del baño de copulación a 4,5-5 mediante adición de acetato sódico. Se agita la mezcla reaccional a 5-10° durante 10 horas, para lograr la copulación completa, y el precipitado anaranjado que se origina, cuya composición corresponde a la fórmula
- 20.
- 25.





303866

es separado por filtración, de la manera ordinaria, lavado con agua y secado.

5 partes del colorante obtenido de este modo se ponen en forma finamente dispersa mediante molturación con 12 partes de sal sódica de un producto de condensación de ácido naftalín-2-sulfónico y formaldehído.

5.
10.
15.
El ácido 1,3-bis-(gamma-metoxipropil)-barbitúrico utilizado en este ejemplo como componente de copulación se obtiene por procedimiento ya de sí conocidos, por ejemplo mediante transformación de N,N'-bis-(gamma-metoxipropil)-urea con ácido cianoacético en la correspondiente cianoacetilurea, conversión de la cianoacetilurea, por medio de hidróxido sódico, en 1,3-bis-(gamma-metoxipropil)-4-amino-uracilo y desdoblamiento consecutivo del grupo amino en ácido clorhídrico diluido hirviente.

En las mismas condiciones de antes, los colorantes de los Ejemplos 95 a 115 de la Tabla IV dan, empleados sobre hilo de tereftalato de poliglicol, tinturas de calidad semejante.



303866

Ejemplo Nº	Componente diazoico	Componente de copula- ción	Matiz tintóreo sobre las fi- bras de teref- talato de po- licloro
95	4-aminoazobenceno	ácido 1-fenil-3-metil-barbitúrico	amarillo dorado
96	"	ácido 1-fenil-3-(gamma-metoxi-propil)-barbitúrico	"
97	"	ácido 1,3-dibutil-barbitúrico	"
98	"	ácido 1-fenil-3-butil-barbitúrico	"
99	"	ácido 1-fenil-3-(beta-cloro-etil)-barbitúrico	"
100	"	ácido 1-fenil-3-(beta-bromo-etil)-barbitúrico	"
101	"	ácido 1-fenil-3-(beta-ciano-etil)-barbitúrico	"
102	"	ácido 1-(3'-clorofenil)-3-metil-barbitúrico	"
103	"	ácido 1-(2'-metilfenil)-3-metil-barbitúrico	"
104	"	ácido 1-(4'-etoxifenil)-3-metil-barbitúrico	"
105	"	ácido 1-(2',4'-dimetilfenil)-3-propil-barbitúrico	"
106	"	ácido 1-(4'-etilfenil)-3-metil-barbitúrico	"
107	"	ácido 1-(3',4'-diclorofenil)-3-etil-barbitúrico	"
108	"	ácido 1-(2'-metoxi-5'-metilfenil)-3-metil-barbitúrico	"
109	4'-metil-4-aminoazobenceno	ácido 1-(2'-bromofenil)-3-isopropil-barbitúrico	"
110	"	ácido 1-fenil-3-(gamma-metoxi-propil)-barbitúrico	"

303866



Ejemplo Nº	Componente diazoico	Componente de copu- lación	Maticiz tintóreo sobre las fi- bras de terefta- lato de po- liglicol
111	3'-metil-4-aminoazobenceno	ácido 1-fenil-3-(gamma-me- toxipropil)-barbitúrico	amarillo pardoso
112	"	ácido 1-(3'-metilfenil)-3- propil-barbitúrico	"
113	2'-metil-4-aminoazobenceno	ácido 1-(3'-clorofenil)-3- metil-barbitúrico	"
114	4'-etil-4-aminoazobenceno	"	"
115	3'-metil-4-aminoazobenceno	ácido 1-(2'-metoxifenil)-3- propil-barbitúrico	2

E J E M P L O 116.

- Se dispersan en 4000 partes de agua 2 partes del colorante del Ejemplo 102. A esta dispersión se agregan,
5. como agente de inhibición, 20 partes de sal sódica de o-fenilfenol y 20 partes de fosfato de diamonio y se tienen con ella, durante 90 minutos, y a temperatura de 95 a 98°
10. 200 partes de un tejido mixto constituido por 50% de algodón y 50% de tereftalato de poliglicol. El baño tintóreo se agota así ampliamente. A continuación se enjuaga la tintura con agua, se la enjabona, y se la seca. En estas condiciones se obtiene sobre la porción de tereftalato de poliglicol del tejido mixto un tono amarillo de oro, mientras que la porción de algodón queda bien reservada.
15. Los colorantes indicados en los Ejemplos 94 a



303866

101 y 103 a 115 tienen las fibras de tereftalato de poliglicol y reservan las fibras de algodón de los tejidos mixtos de manera igualmente buena.

5. EJEMPLO 117.

En un aparato para estampar se dispersan en 1000 partes de agua 0,5 partes del colorante del Ejemplo 102. A esta dispersión se agregan 0,5 partes de N-metilglaurida de ácido oleico 0,5 partes de sal sódica de un producto de condensación, a base de ácido naftalin-2-sulfónico y formaldehído, 2 partes de sulfato de diamonio y 0,1 parte de ácido fórmico al 85%.

Se introducen entonces, a 50°, 25 partes de hilo de tereftalato de poliglicol fuertemente retorcido, se calienta el baño cerrado, en 45 minutos, a temperatura de 125 a 130° y se tinte a esta temperatura durante 45 minutos. Luego se enjuaga la tintura con agua, se la enjabona y se le seca. Se obtiene así una tintura de color amarillo de oro, sólida al lavado, al frote, al sudor, a la luz y a la sublimación y a los disolventes.

Se logran resultados igualmente buenos si en este ejemplo se reemplazan las 0,5 partes del colorante del Ejemplo 102 por 0,5 partes del colorante de uno de los Ejemplos 95 a 101 y 103 a 115 y se tinte, en las condiciones anteriores, sobre peinado, hilo o tejido de tereftalato de poliglicol, tereftalato de policiclohexandiol o isoftalato de poliglicol.

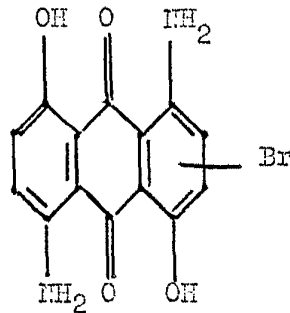
30. EJEMPLO 118.



303856

En un aparato de estampar se dispersan en 2000 partes de agua 0,5 partes del colorante del Ejemplo 110 y 3 partes del colorante de la fórmula.

5.



10.

que se obtiene según el Ejemplo 1, de la patente alemana nº 1.029.506. A esta dispersión se agregan 4 partes de éter oalpoliglicólico y se ajusta el pH del baño tintóreo a 6-6,5 por medio de ácido acético.

15.

Se introducen entonces a 50° 100 partes de hilo de tereftalato de poliglicol, se calienta el baño cerrado, en 45 minutos, a temperatura de 125 a 130° y se tinte a esta temperatura durante 45 minutos más. Luego se enjuaga la tintura con agua, se la enjabona y se la seca. Se obtiene en estas condiciones una tintura verde homogénea, que se distingue por buena solidez al lavado, a la sublimación y al frote.

20.

E J E M P L O 119.

25.

En una máquina de estampar se estampa a 25° tejido de tereftalato de poliglicol con un baño de la composición siguiente:

50 partes del colorante del Ejemplo 98, disperso en 300 partes de agua,

30.

40 partes de urea,



303866

400 partes de espesante de goma cristal y
200 partes de una emulsión acuosa al 10% de p-fenil-
fenol.

5. Luego se vaporiza a 100° durante 60 minutos el
tejido estampado y a continuación se le anjabona, se le
enjuaga con agua y se le seca.

De esta manera se obtiene un estampado de color
amarillo de oro, que se distingue por muy buena solidez al
lavado, al frote, a la luz y a la sublimación.

10. Se obtiene un estampado de propiedades semejantes
si en este ejemplo se reemplazan las 200 partes de emulsión
de p-fenilfenol al 10% por 200 partes de agua y se vapo-
riz a el género estampado durante 30 minutos, con una sobre-
presión de 1,5 atmósferas, o bien se le fija durante 1 mi-
nuto en una corriente de aire caliente a temperatura de 210°

15. Los colorantes expuestos en los otros ejemplos
dan por este procedimiento, empleados sobre tejidos de
tereftalato de poliglicol, estampados de calidad semejante.

EJEMPLO 120.

20. En un fular se impregna a 40° tejido de terefts-
lato de poliglicol con un baño de la composición siguiente:

- 20 partes del colorante del Ejemplo 98, disperso en
7,5 partes de alginato sódico,
25. 20 partes de trietanolamina.
20 partes de éter octilfenilpoliglicólico, y
900 partes de agua.

30. El tejido, exprimido hasta un contenido de hume-
dad del 100% aproximadamente, se seca a 100° y luego se
fija durante 30 segundos a una temperatura de 210°. A con-



303866

tinuación se lava con agua el género teñido, se le enjabona y se le seca.

En estas condiciones se obtiene una tintura de color amarillo de oro, de buena solidez al lavado, al frote, a la luz y a la sublimación.

- . / . -

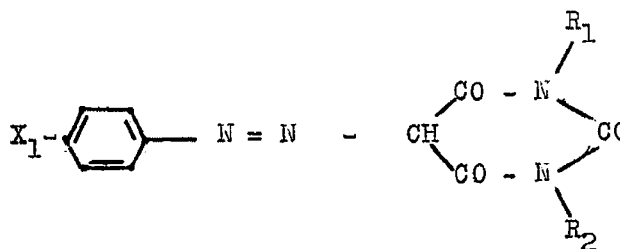


303866

N O T A

Descrito el objeto de la presente invención, se declaran nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la demanda de patente suiza núm. 11094/63 del 9 Septiembre de 1.963.

5. 1. Procedimiento para teñir y estampar fibras poliéstericas de ácidos policarboxílicos aromáticos y alcoholes polivalentes, que se caracteriza por tratarlas con dispersiones acuosas de colorantes azoicos difícilmente solubles en agua de la fórmula



10. donde
de X_1 y X_2 uno significa un grupo alcoxi, hidroxialcoxi, o alcóxialcoxi / o un grupo fenoxi substituído eventualmente por grupos de alquilo inferior o átomos de halógeno, mientras el otro es
15. idéntico al primero o denota hidrógeno, halógeno, el grupo nitro o un grupo de alquilo



303866

inferior, pudiendo X_1 , en el caso de que X_2 , signifique hidrógeno, ser también un grupo fenilazo, eventualmente substituído por grupos de alquilo inferior, y en el caso de que X_2 signifique el grupo nitro, ser también halógeno, o un grupo de alquilo inferior,

5. R_1 significá un radical alquílico o alcoxialquílico inferior o un radical fenílico substituído eventualmente por grupos de alquilo o alcoxi inferior, por grupos nitro o por halógenos, y

10. R_2 significa un radical alquílico, alcoxialquílico, halogenalquílico o cianoalquílico inferior.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por emplearse los colorantes azoicos en que de X_1 y X_2 uno significa un grupo alcoxi, hidroxialcoxi o alcoxialcoxi inferior o un grupo fenoxi substituído eventualmente por grupos metílicos o átomos de cloro, mientras el otro es idéntico al primero o representa hidrógeno, halógeno, el grupo nitro o un grupo alquílico inferior.

3. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 y 2, que se caracteriza por emplearse los colorantes azoicos en que de X_1 y X_2 uno significa un grupo alcoxi, hidroxialcoxi o alcoxialcoxi o un grupo fenoxisubstituído eventualmente por grupos metílicos o átomos de cloro, mientras el otro representa hidrógeno, halógeno, el grupo nitro o un grupo alquílico inferior.

303866



4. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, que se caracteriza por emplearse los colorante azoicos en que X_1 significa un grupo alcoxi inferior o un grupo fenoxi, eventualmente substituído por grupos metílicos o átomos de cloro, y X_2 significa el grupo nitro.
5. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por emplearse los colorantes azoicos en que X_1 significa un grupo fenilazo, eventualmente substituído por grupos de alquilo inferior, y X_2 significa hidrógeno.
6. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por emplearse los colorantes azoicos en que R_1 significa un radical fenílico, eventualmente substituído por grupos de alquilo o alcoxi inferior, grupos nitro o halógeno, y R_2 significa un radical alquílico o alcoxialquílico inferior.
7. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 y 5, que se caracteriza por emplearse los colorantes azoicos en que R_1 significa un radical alquílico o alcoxialquílico inferior o un radical fenílico, eventualmente substituído por grupos de alquilo o alcoxi inferior o por halógeno, y R_2 representa un radical alquílico, alcoxialquílico, halogenalquílico o cianoalquílico inferior.
8. Procedimiento para teñir y estampar fibras poli-estéricas de ácidos policarboxílicos aromáticos y alcoholes polivalentes.

303866



Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptivas que consta de 46 páginas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 8 Septiembre de 1.964.

J.R. GREGY; A.G.

p.a. p. p. JAIME ISERN