

377753



Cas 1-3008⁺

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

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>C.09</u>
SUBCLASE <u>B</u>

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES DISAZOICOS DIFICILMENTE SOLUBLES EN AGUA", a favor de la firma suiza J.R. GEIGY A.G., residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invencion se refiere a nuevos colorantes disazoicos utilizables en calidad de colorantes de dispersion, dificilmente solubles en agua, al procedimiento para su preparacion y a la utilizacion de los nuevos colorantes disazoicos para teñir material fibroso organico hidrofobo, en especial fibras textiles de poliesteres lineales de acidos policarboxilicos aromaticos con alcoholes polivalentes o de esterres de celulosa y, como producto industrial, el material fibroso teñido con los nuevos colorantes.

5.

10.

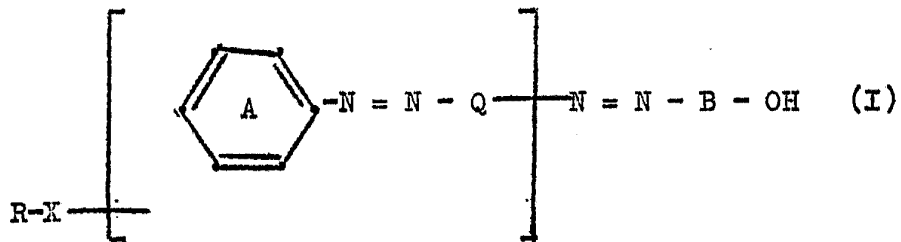
Es conocida la premisa para el teñido eficaz de fibras de poliester - junto con una aplicacion satisfacto-

**PROHIBIDO
LA CONSULTA
Y LA EXPENDICION DE COPIAS Y CERTIFICACIONES.**



ria y solidez de uso - un poder de extracción característico de los colorantes de dispersión utilizados para ello. Exigencias especialmente elevadas en los colorantes a utilizar lo muestra el teñido del material fibroso de poliéster texturado, por ejemplo "Crimplene" ^(R), ya que para ello es indispensable además de buenas propiedades de solidez y poder de extracción suficiente, un poder de síntesis y de igualación de los colorantes.

Ahora se ha encontrado que los nuevos colorantes disazoicos de la fórmula I, difícilmente solubles en agua que cumplen estos y otros requisitos



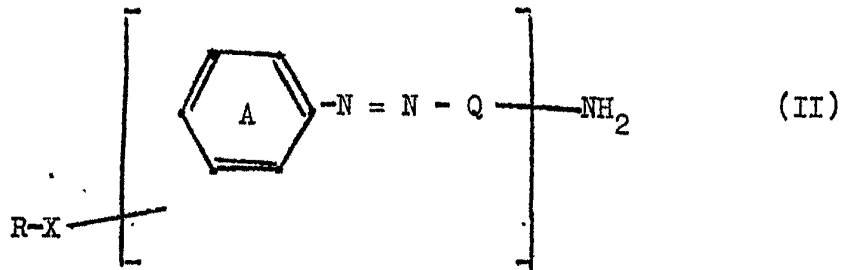
en la que

- R significa un radical fenílico eventualmente substituido mediante halógeno, grupos alquílicos inferiores o alcoxi inferiores,
- X significa oxígeno o azufre
- Q significa el radical de un compuesto bencénico o naftalínico eventualmente substituido mediante halógeno, grupos alquílicos o alcoxi inferiores, en el cual los enlaces de nitrógeno se encuentran en posición 1 y 4,
- B significa un radical fenílico eventualmente substituido ulteriormente, que muestra el gru-



po hidroxílico en posición orto o para al grupo azoico, y el radical bencénico A puede estar todavía substituido ulteriormente, se obtienen al copular el compuesto de diazonio de un compuesto aminoazoico de la fórmula II,

5.



10.

en la que

R, X, A y Q tienen la significación indicada bajo la fórmula I,

con un compuesto hidroxibencénico eventualmente substituido en el anillo que coopera en posición orto o para el grupo hidroxílico.

15.

Para ello se eligen las materias de partida, de forma que el colorante disazoico obtenido esté exento de grupos acuosolubles que disocian ácido en agua, es decir, que no muestran grupos de ácido sulfónico, de ácido carboxílico o de ácido fosfórico.

20.

El substituyente R-X- puede estar enlazado o al núcleo bencénico A o a Q. Con ventaja se encuentra en el anillo bencénico A y ocupa por ejemplo una posición orto o de preferencia para el enlace azoico. Si Q está substituida por R-X-, Q representa de preferencia un radical fenilénico.

25.



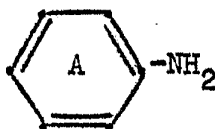
5. En calidad de sustituyentes de halógeno de R pueden entrar en consideración en especial cloro o bromo; los grupos alquílicos en el radical R muestran ventajosamente de 1 a 4 átomos de carbono; los grupos alcoxi inferiores en este radical fenílico son por ejemplo el grupo metoxi o etoxi. X es de preferencia oxígeno.

10. Q representa en especial un radical de la serie bencénica, que puede mostrar, halógeno, cloro o bromo, como grupos alquílicos inferiores, por ejemplo el grupo metílico o etílico, y como grupos alcoxi inferiores, en especial el grupo metoxi o etoxi.

15. Si los núcleos bencénicos A y B están substituidos ulteriormente, pueden mostrar como sustituyentes, por ejemplo halógenos, como fluor, cloro o bromo, grupos alquílicos o alcoxi inferiores con de preferencia de 1 a 4 átomos de carbono, el grupo nitro o ciano, los grupos de amida de ácido sulfónico o de ácido carboxílico, grupos carbalcoxi o alcaniloxi inferiores. El término "inferior" delante del concepto "alquilo", "alcoxi", "carbalcoxi" o "alcanoiloxi" significa, que el grupo muestra a lo sumo 5 átomos de carbono.

20. Los compuestos aminomonoazoicos de la fórmula II, se obtienen mediante copulación de compuestos de diazonio de aminas de la fórmula III

25.



(III)



como componentes de inicio, con un compuesto aminobencénico o alfa-aminonaftalínico que copula al miembro de puente Q correspondiente en posición 4, para lo cual el componente diazoico o el componente de copulación contiene el sustituyente R-X-

5.

Como componentes de inicio apropiados pueden entrar en consideración por ejemplo aminobenceno así como sus derivados substituidos en el anillo mediante un halógeno, en especial cloro, un grupo alquílico inferior, alcoxi inferior, nitro, de amida de ácido carbonílico o un grupo carbalcoxi inferior.

10.

Sin embargo conducen a productos finales especialmente valiosos de la fórmula I, las aminas de la fórmula III, que contienen el sustituyente R-X-

15.

Como tales componentes diazoicos se citan por ejemplo:

éter 4-aminodifenílico,

éter 4-amino-2'-metil-difenílico,

éter 4-amino-3'-metil-difenílico,

20.

éter 4-amino-3,5-dimetil-difenílico,

éter 4-amino-4'-cloro-difenílico,

éter 2-amino-4'-cloro-difenílico,

éter 4-amino-4'-metoxi-difenílico,

éter 2-amino-2'-metil-difenílico,

25.

éter 2-amino-4'-metil-difenílico,

éter 3-amino-4-nitro-difenílico,

éter 2-amino-4-carbamoil-difenílico,

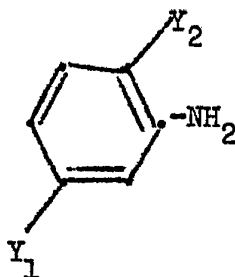
éter 2-amino-4-carboetoxi-difenílico,

tioéter 4-amino-difenílico,



tioéter 2-amino-difenílico,
tioéter 2-amino-4'-metil-difenílico o
tioéter 4-amino-4'-metil-difenílico.

5. Como componentes medios se utiliza de preferen-
cia los de la fórmula IV,



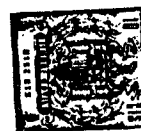
(IV)

10. en la que

15. Y_1 e Y_2 significan, independientemente entre sí,
y cada una, hidrógeno, un grupo alquí-
lico o alcoxi inferior, en especial el
grupo metílico o bien metoxi, por ejem-
plo 1-aminobenceno, 1-amino-3-metil-ben-
ceno, 1-amino-2,5-dimetil-benceno, 1-ami-
no-2-metoxi-5-metil-benceno, 1-amino-2-meto-
xi-5-metil-benceno, 1-amino-2-meto-
xi-benceno, 1-amino-3-metoxi-benceno,
20. 1-amino-2,5-dimetoxibenceno o 1-amino-
-2,5-dietoxi-benceno.

25. Si el sustituyente R-X se encuentra en el com-
ponente medio, puede entrar en consideración como compo-
nente de copulación, por ejemplo éter 2-amino-difenílico,
éter 2-amino-2'-metil-difenílico, éter 2-amino-4-metil-
-difenílico o tioéter 2-amino-difenílico.

Si el componente medio pertenece a la serie naf-
talínica, se citan por ejemplo alfa-naftilamina, 1-amino-



-2-metoxinaftalina o 1-amino-2-etoxi-naftalina.

La copulación del compuesto de diazonio de una amina de la fórmula III con el componente medio se realiza según métodos usuales, de preferencia en medio acuoso u orgánico-acuoso, fuertemente ácido.

5.

Para el aislado de este producto de copulación se neutraliza paulatinamente con ventaja el ácido en la copulación de ácido mineral, por ejemplo con sales alcalinas de ácidos grasos inferiores, como acetato sódico.

10.

Si los componentes medios poseen un escaso poder de copulación, se copula con ventaja en forma de sus ácidos omega-metansulfónico; el grupo sulfometílico se desdobla de nuevo después de finalizar la copulación mediante hidrólisis. Componentes medios, que muestran el sustituyente R-X, como el éter 2-amino-2-metil-difenílico, se copulan ventajosamente en forma de los ácidos omega-metansulfónicos correspondientes.

15.

La diazoción de los colorantes aminoazoicos de la fórmula II se realiza según los métodos usuales conocidos, por ejemplo con nitrito sódico y ácido clorhídrico. Los compuestos monoazoicos de diazonio obtenibles se copulan convenientemente en medio alcalino, por ejemplo en medio alcalino de carbonato alcalino, con los componentes finales.

20.

Como componentes finales pueden entrar en consideración hidroxibencenos que copulan en posición orto o para al grupo hidroxílico, que pueden contener como sustituyentes con ventaja cloro, grupos alquílicos o alcoxi inferiores o un grupo alcaniloxi inferior. Componentes

25.



finales ventajosos, son hidroxibenceno, 1-hidroxi-2-metilbenceno, 1-hidroxi-3-metilbenceno, 1-hidroxi-2-clorobenceno, 1-hidroxi-4-clorobenceno, 1-hidroxi-3-metoxibenceno o 1-hidroxi-3-acetiloxibenceno.

5. Los nuevos colorantes disazoicos de la fórmula I representan sustancias pardas cristalinas, difícilmente solubles en agua. Mediante recristalización en disolventes orgánicos pueden obtenerse puras al análisis, sin embargo en general no es necesaria tal purificación para su utilización para teñido.

10. Los colorantes azoicos según la invención son apropiados para teñir material fibroso orgánico sintético, hidrófobo, por ejemplo para teñir material textil que consta de ésteres polímeros, como 2 a 2 1/2 o tri-acetato de celulosa, pero en especial para teñir o estampar material textil de poliésteres lineales de ácidos policarboxílicos aromáticos con alcoholes polivalentes, sobre todo de tereftalato de polietilenglicol o de tereftalato de policiclohexandimetilol. Estos colorantes pueden utilizarse asimismo para teñir fibras de poliamida sintética, como material fibroso de polihexametilenadipinamida, policaprolactama, o ácido poliaminoundecánico, así como para teñir fibras de poliolefina, en especial fibras de polipropileno.

15. Además son apropiados, según la composición para teñir o pigmentar en la masa, lacas, aceites y ceras, así como derivados de celulosa, en especial ésteres de celulosa, como acetato de celulosa.

20. La tinción de las materias fibrosas citadas se efectúa de preferencia con colorantes disazoicos según la



invención, en dispersión acuosa. Para ello es conveniente distribuir finamente las materias finales de la fórmula I utilizables como colorantes de dispersión, mediante molienda con dispersantes tensioactivos y eventualmente otras materias auxiliares de molienda.

5.

Dispersantes apropiados para ello son por ejemplo los tensiuros aniónicos, como sulfonatos alquilarílicos, productos de condensación de formaldehído con ácido naftalinsulfónico y ligninsulfonatos o tensiuros no ionógenos, por ejemplo éteres de alcohol graso o de alquifenol poliglicol con radical alquílico superior.

10.

La tinción de las fibras de poliéster con colorantes disazoicos según la invención, en dispersión acuosa se efectúa según el procedimiento usual para los materiales de poliéster. Las fibras de poliéster de ácidos polycarbónicos aromáticos y alcoholes polivalentes se tiñen de preferencia a temperaturas por encima de 100°C bajo presión. Sin embargo la tinción puede realizarse asimismo en el punto de ebullición del baño de teñido en presencia de portadores de color, por ejemplo fenilfenoles, compuestos de policlorobenceno o agentes auxiliares similares, o según el procedimiento de fulardeo con post-tratamiento subsiguiente en caliente, por ejemplo termofijación a 180-210°C. Las fibras de 2 a 2 1/2 acetato de celulosa se tiñen de preferencia a temperaturas de 80-85°C, mientras que las fibras de triacetato de celulosa, así como el material fibroso de poliamida sintética se tiñen con ventaja en el punto de ebullición del baño de teñido. En el teñido del tipo de fibras últimamente citado se economiza la uti-

15.

20.

25.



lización de los portadores de color.

5. Asimismo, el estampado de los materiales textiles citados se efectúa según los métodos usuales, al estampar el género por ejemplo con las pastas de estampar, que contiene junto al colorante y al acelerante de teñido, asimismo espesante y aditivos usuales, como por ejemplo urea, y el colorante se fija a continuación mediante vaporizado a 100-130°C durante 15 minutos.

10. Las materias finales de la fórmula I según la invención se extraen muy bien del material fibroso orgánico, hidrófobo, precipitado, en especial sobre fibras de tereftalato de polietilenglicol y dan en este material fibroso tinciones amarillas, amarillo doradas, anaranjadas, rojas y pardas, puras y fuertes, que además son de buena solidez al lavado, al roce, al sudor, a los disolventes, al decatado, a la luz y al sublimado.

15. Los colorantes disazoicos según la invención se diferencian de los colorantes conocidos semejantes por su muy buen poder de extracción y síntesis sobre fibras de tereftalato de polietilenglicol.

20. Los nuevos colorantes de la fórmula I poseen la propiedad valiosa sobre fibras de poliéster texturado, por ejemplo "Crimplene [®]" de posibilitar tinciones iguales, muy profundas que por ello son de muy buena solidez, en especial solidez al sublimado. La elevada solidez a la sublimación de estos colorantes enlazada con su poder muy bueno de extracción, igualación y síntesis es sorprendente, ya que es conocido por el técnico, que los colorantes de dispersión, que se caracterizan por una elevada solidez



al sublimado, sobre fibras de poliéster en el procedimiento de extracción de Carrier, solo muestran hoy un poder de extracción muy moderado, por lo cual este aspecto sobre fibras de poliéster texturado se hace en especial perceptible en el estampado.

5.

Además, los colorantes disazoicos según la invención reservan bien fibras vegetales, lo cual es de significación técnica importante en el teñido de tejidos mixtos. Gracias a la solidez elevada al sublimado de estos colorantes,

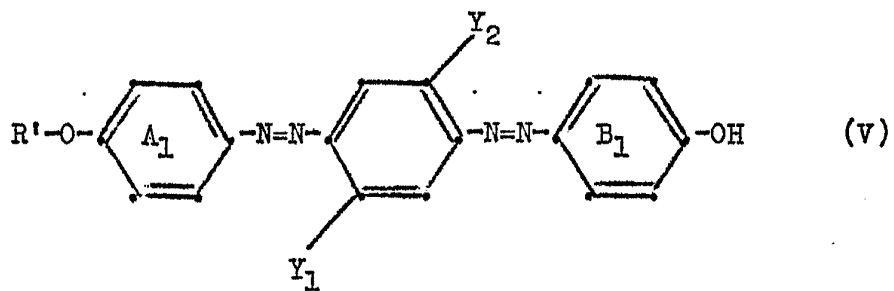
10.

se pueden utilizar asimismo y muy bien en mezclas con otros colorantes de dispersión sólidos al sublimado para teñir material textil según el procedimiento de fulardeo y termofijación. Los nuevos colorantes disazoicos muestran asimismo una estabilidad muy buena en el baño y en la

15.

ebullición. Colorantes disazoicos según la invención especialmente valiosos, que se caracterizan no sólo por sus propiedades de solidez muy buenas al sublimado y a la luz sino también por un poder muy bueno de extracción, síntesis e igualación sobre fibras de tereftalato de polietilenglicol, corresponden a la fórmula V

20.



25.

en la que

R tiene la significación indicada bajo la fórmula I, e



Y_1 e Y_2 tienen las significaciones indicadas bajo la fórmula IV, y

A_1 significa un radical fenilénico eventualmente substituido mediante grupos alquílicos inferiores, y

5.

B_1 significa un radical fenilénico eventualmente substituido mediante halógeno, grupos alquílicos inferiores o alcoxi inferiores.

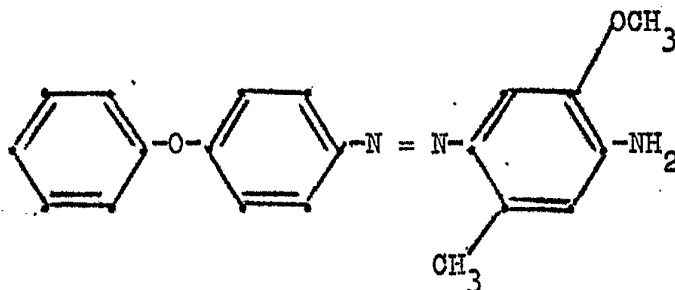
10.

En los Ejemplos siguientes, las temperaturas se indican en grados Celsius.

EJEMPLO 1

33,3 gramos del compuesto monoazoico de la fórmula

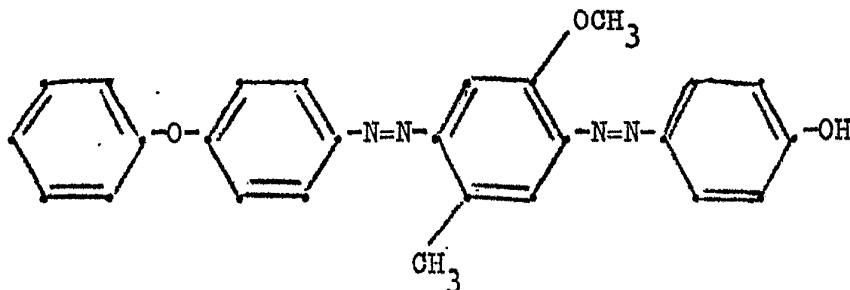
15.



20.

se suspenden en 500 gramos de agua y 30 gramos de ácido clorhídrico concentrado y se diazoa a 10-15° con 6,4 gramos de nitrito sódico. La solución de diazonio se vierte bajo agitación y a 5-10° a una solución de 9,5 gramos de hidroxibenceno, 4 gramos de lejía de sosa y 5 gramos de carbonato sódico en 100 gramos de agua, después de lo cual precipita mediante copulación el colorante disazoico originado de la fórmula

25.



5.

en cristales gruesos, pardos. Estos se filtran, se lavan con agua hasta neutralidad y se secan en vacío a 70°. El colorante disazoico obtenido tinte tras la molienda con un dispersante en dispersión acuosa en presencia de un hinchante, fibras de tereftalato de polietilenglicol en tonos anaranjados puros. Las tinciones son de muy buena solidez a la luz, al roce y al sublimado.

10.

15.

20.

Se obtienen colorantes disazoicos con propiedades similares, cuando en igual forma de trabajo en lugar de los componentes utilizados en el Ejemplo 1 precedente, se utiliza las dosis equivalentes de cada uno de los componentes diazoicos y de copulación relacionados en la siguiente Tabla I. En la última columna se indican los tonos de color de las tinciones obtenidas sobre fibras de tereftalato de polietilenglicol con los colorantes disazoicos correspondientes.

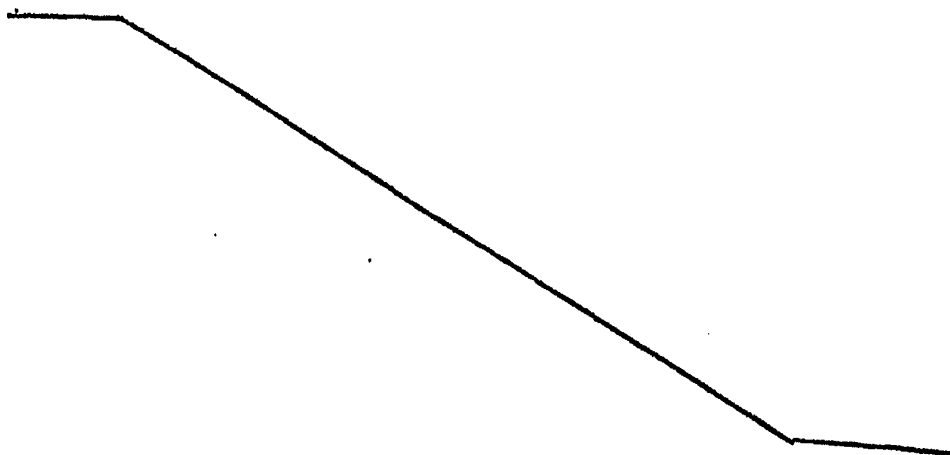
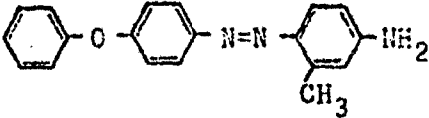
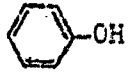
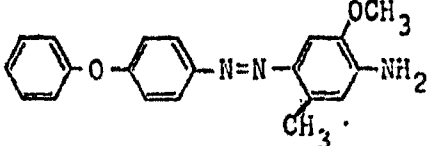
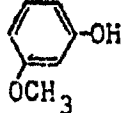
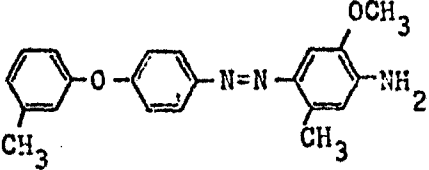
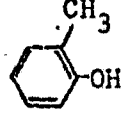
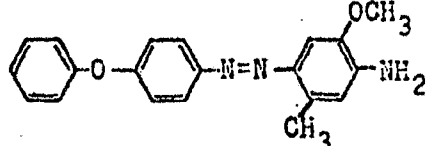
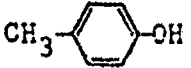
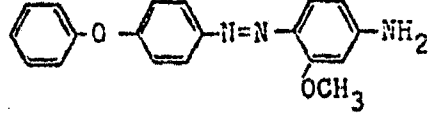
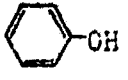
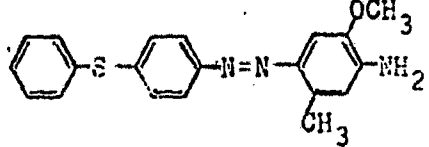
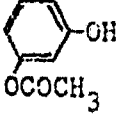
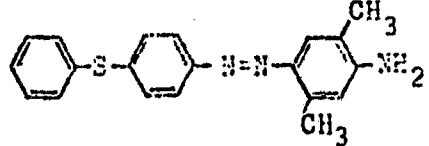
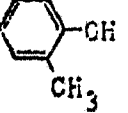


TABLA I



Nº	Colorante aminoazoico	Componente de copulación	Tono de color sobre fibras de tereftalato de polietilenglicol
5.			
2			amarillo dorado
10. 3			rojo
4			anaranjado
15. 5			pardo
20. 6			rojo anaranjado
7			rojo
25. 8			anaranjado



Nº	Colorante aminoazoico	Componente de copulación	Tono de color sobre fibras de tereftalato de polietilenglicol
5.			
9			amarillo
10			id.
10.			
11			pardo
15.			
12			amarillo dorado
13		id.	id.
20.			
14		id.	pardo amarillento
15			rojo anaranjado
25.			
16			anaranjado rojizo



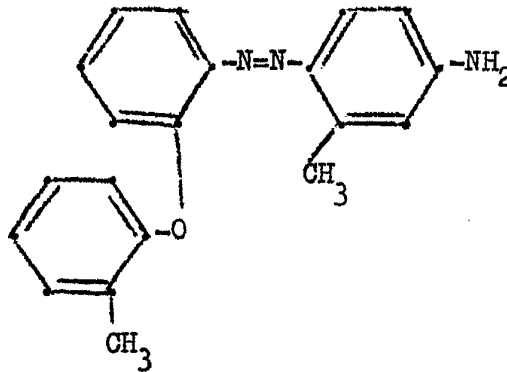
Nº	Colorante aminoazoico	Componente de copulación	Tono de color sobre fibras de tereftalato de polietilenglicol
5. 17			anaranjado rojizo
18		id.	anaranjado
10. 19		id.	id.
20		id.	id.
15. 21			id.
20. 22			id.
23		id.	id.
25. 24		id.	id.
25			amarillo



EJEMPLO 26

32,8 gramos del colorante monoazoico de la fórmula

5.

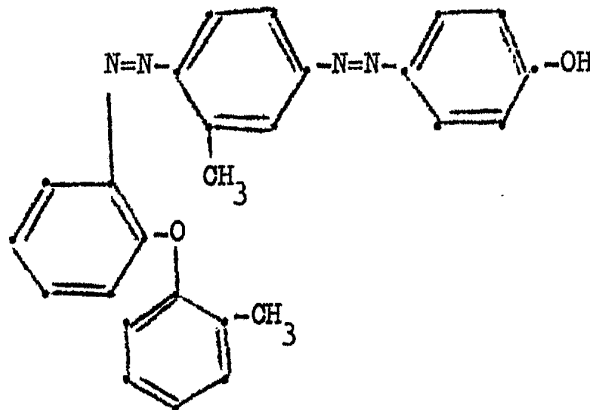


10.

se suspenden en 250 gramos de agua y 30 gramos de ácido clorhídrico concentrado y se diazoa como es usual con 6,9 gramos de nitrito sódico. Después de 24 horas se copula el compuesto de diazonio originado, en el ejemplo 1, con 9,5 gramos de hidroxibenceno, después de lo cual precipita el colorante disazoico de la fórmula

15.

20.



25.

Este se filtra, se lava hasta neutralidad con agua y se seda. Esta representado por un polvo pardo, que molido fingamente con un sulfonato de lignina tñe en dispersión acuosa,

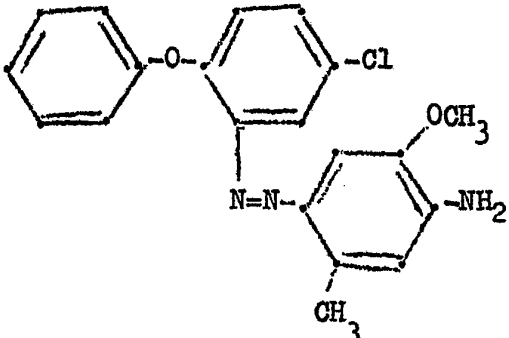
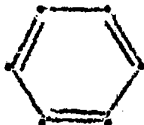
en tonos anaranjados, fibras de tereftalato de polietilenglicol. Las tinciones son sólidas al roce, a la luz y al sublimado.

5. El compuesto monoazoico utilizado en este ejemplo como componente de copulación, se obtiene en forma conocida por ejemplo mediante copulación de éter 2-amino-2'-metil-difenílico diazoado con 1-amino-3-metilbenceno.

10. Si se substituye en este Ejemplo, el colorante aminomonoazoico citado por dosis equivalentes de uno de los colorantes aminomonoazoicos relacionados en la siguiente Tabla II, columna II, se diazoa y copula con uno de los componentes finales relacionados asimismo en la Tabla, columna 3 y se procede usualmente a como se indica en el Ejemplo 26, se obtienen colorantes con propiedad similares.

15.

TABLA II

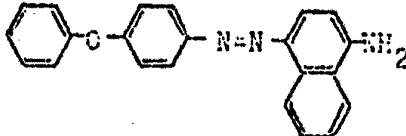
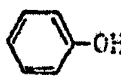
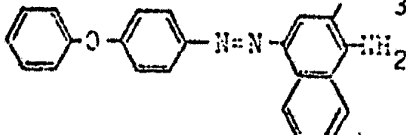
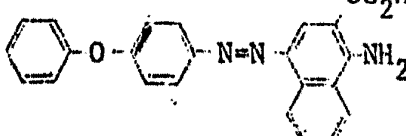
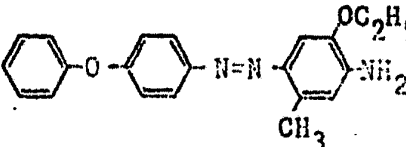
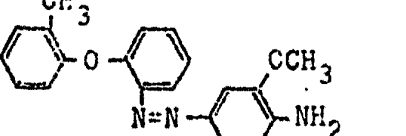
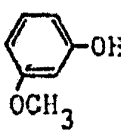
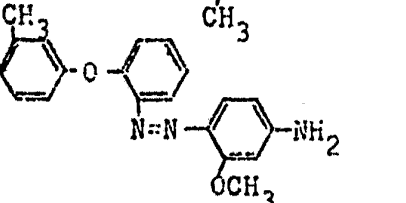
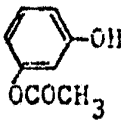
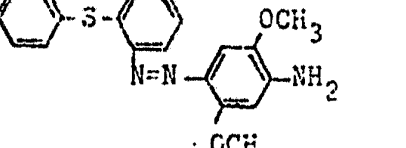
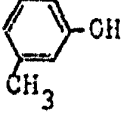
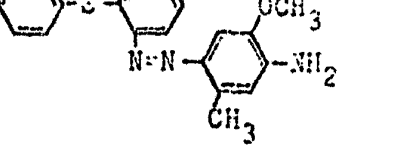
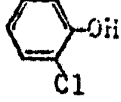
No	Colorante aminoazoico	Componente de copulación	Tono de color sobre fibras de tereftalato de polietilenglicol
20. 27			anaranjado





Nº	Colorante aminoazoico	Componente de copulación	Tono de color sobre fibras de tereftalato de polietilenglicol
5. 28			anaranjado
10. 29		id.	id.
15. 30			amarillo
20. 31			anaranjado
25. 32		id.	anaranjado



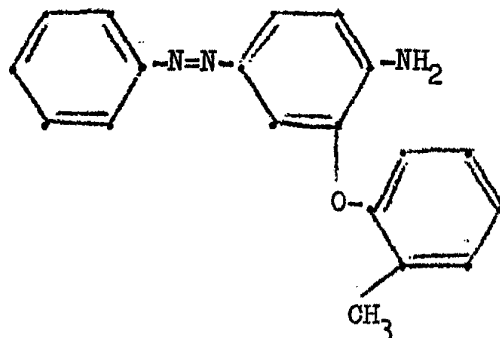
Nº	Colorante aminoazoico	Componente de copulación	Tono de color sobre fibras de tereftalato de polietilenglicol
5. 33			pardo amarillento
10. 34		id.	pardo rojizo
35		id.	id.
15. 36		id.	anaranjado
20. 37			rojo
38			id.
25. 39			rojo anaranjado
40			anaranjado



EJEMPLO 41

30,3 gramos del compuesto monoazoico de la fórmula

5.

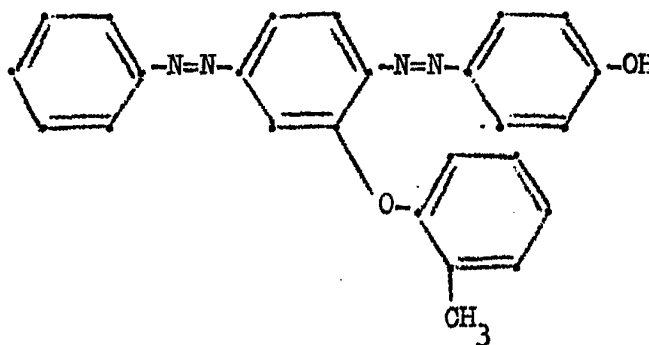


10.

se suspenden en 250 gramos de agua y 30 gramos de ácido clorhídrico concentrado y se diazoa con 6,9 gramos de nitrito sódico a 15-20°. La suspensión de diazonio obtenida se vierte en una solución de 4 gramos de hidroxibenceno, 4 gramos de lejía de sosa y 5 gramos de carbonato sódico en 100 gramos de agua, después de lo cual precipita el colorantes disazoico de la fórmula

15.

20.



25.

como polvo pardo. El colorante disazoico obtenido se filtra, se lava hasta reacción neutra con agua y se seca en vacío a 70°. Este colorante tiñe, finamente molido con sulfonato de lignina, en dispersión acuosa, fibras de tereftalato



de polietilenglicol en tonos amarillo dorados puros. Las tinciones son de buena solidez al lavado, al roce, a la luz y al sublimado.

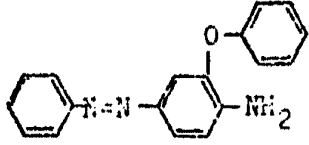
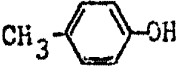
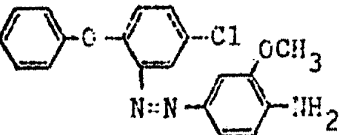
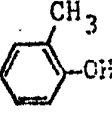
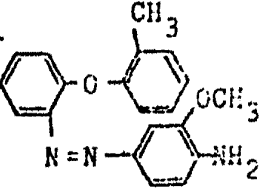
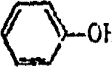
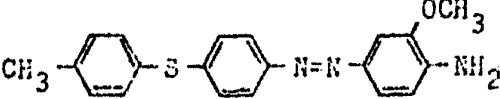
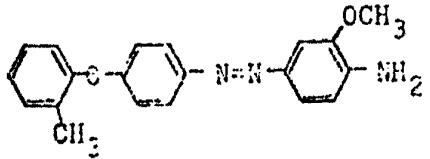
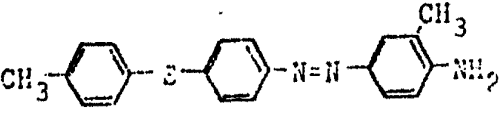
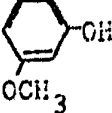
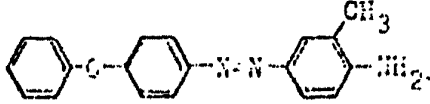

5. El compuesto monoazoico utilizado en este ejemplo como componente diazoico se obtiene por ejemplo mediante copulación de anilina diazoada con éter 2-metil-2'-sulfometilaminodifenílico para formar el compuesto azoico correspondiente y saponificación del grupo de ácido metansulfónico con lejía de sosa al 4 %.

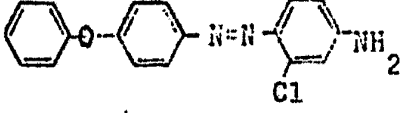
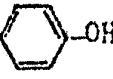
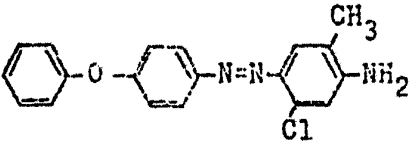
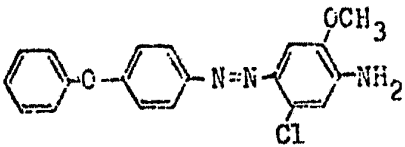
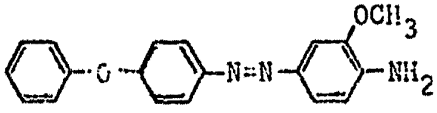
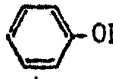
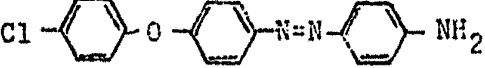
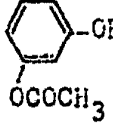
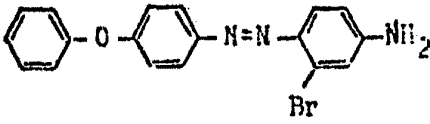
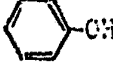
10. Se obtienen colorantes disazoicos con propiedades similares, cuando en igual forma de trabajo se utiliza en lugar de los componentes utilizados en el ejemplo 41 precedente, las dosis equivalentes de cada uno de los componentes diazoicos y de copulación relacionados en la siguiente Tabla III. En la última columna se indican los tonos de color de las tinciones obtenidas con los colorantes disazoicos correspondientes sobre fibras de tereftalato de polietilenglicol.

TABLA III

20. No	Colorante aminoazoico	Componente de copulación	Tono de color de fibras de tereftalato de polietilenglicol
25. 42			anaranjado



Nº	Colorante aminoazoico	Componente de copulación	Tono de color sobre fibras de tereftalato de polietilenglicol
5. 43			pardo
10. 44			rojo anaranjado
15. 45			anaranjado
20. 46		id.	id.
25. 47		id.	amarillo dorado
25. 48			rojo anaranjado
49			pardo rojizo

Nº	Colorante aminoazoico	Componente de copulación	Tono de color sobre fibras de tereftalato de polietilenglicol	
5.				
50			amarillo	
10.	51		id.	amarillo dorado
15.	52		id.	anaranjado rojizo
53			amarillo dorado	
20.	54		id.	amarillo rojizo
25.	55	id.		anaranjado
56			amarillo	



EJEMPLO 57

5. 2 gramos de colorante diazoico obtenido según el Ejemplo 1 se dispersa en 4.000 gramos de agua. A esta dispersión se adiciona como hinchante, 12 gramos de la sal sódica de o-fenilfenol así como 12 gramos de fosfato diamónico y se tiñe 100 gramos de hilo de tereftalato de polietilenglicol durante 1½ horas a 95-98°. La tinción se enjuaga y se trata con lejía de sosa acuosa y un dispersante.

10. Así se obtiene una tinción anaranjada sólida al lavado, a la luz y al sublimado.

15. Si se substituyese en el Ejemplo anterior, los 100 gramos de hilo de tereftalato de polietilenglicol por 100 gramos de tejido de triacetato de celulosa, se tiñe bajo las condiciones indicadas y se enjuaga a continuación con agua, se obtiene una tinción anaranjada, de muy buena solidez al lavado y al sublimado.

EJEMPLO 58

20. En un aparato de teñir a presión se suspenden finalmente 2 gramos del colorante obtenido según el Ejemplo 2 en 2.000 gramos de agua, que contiene 4 gramos de éter oleilpoliglicólico. El valor de pH del baño de color se regula a 6-6,5 con ácido acético.

Luego se introducen 100 gramos de tejido de tereftalato de polietilenglicol a 50°, se calienta el baño en el término de 30 minutos a 140° y se tiñe durante 50 minutos a esta temperatura. La tinción se enjuaga a continuación con agua, se saponifica y se seca. Se obtiene bajo mantenimiento de estas condiciones una tinción amarillo dorada sólida al lavado, al sudor, a la luz y al sublimado.



Los colorantes descritos en los otros Ejemplos dan según este procedimiento, tinciones de igual calidad.

EJEMPLO 59

5. Se impregna tejido de tereftalato de polietilenglicol en un fular a 50° con un baño de la composición siguiente:
- 20 gramos de un colorante disazoico obtenido según el Ejemplo 1 no finamente disperso en
 - 7,5 gramos de alginato sódico
 - 20 gramos de trietanolamina
 - 10. 20 gramos de éter octilfenolpoliglicólico y
 - 900 gramos de agua.

15. El tejido exprimido a aproximadamente el 100% se seca a 100° y a continuación se fija durante 30 segundos a una temperatura de 210°. El género teñido se enjuaga con agua, se saponifica y seca. Se obtiene bajo estas condiciones una tinción anaranjada sólida al lavado, al roce, a la luz y al sublimado.

Los colorantes descritos en los otros Ejemplos dan según este procedimiento, tinciones de igual calidad.

20. EJEMPLO 60

25. 5 gramos del colorante disazoico obtenido según el Ejemplo 1 se disuelven en 995 gramos de tricloroetileno. Con esta solución amarillo clara se impregna un tejido de tereftalato de polietilenglicol sobre un fular a temperatura ambiente. El género exprimido a aproximadamente 80% se seca durante 60 minutos en corriente de aire caliente a 100° y a continuación se termofija con aire caliente durante 90 segundos a 210°. Se obtiene una tinción de color fuerte, anaranjada, de solidez bien desarrollada.

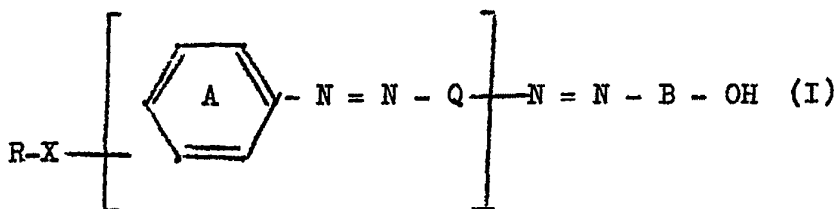


Los colorantes descritos en los otros ejemplos dan según este procedimiento, tinciones de igual calidad.

N O T A

5. Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patente suiza núm. 4273/69 del 21 de Marzo de 1969.

10. 1. Procedimiento para la preparación de colorantes diazoicos difícilmente solubles en agua, de la fórmula I



15. en la que

R significa un radical fenílico sustituido eventualmente mediante halógeno, grupos alquílicos inferiores o alcoxi inferiores,

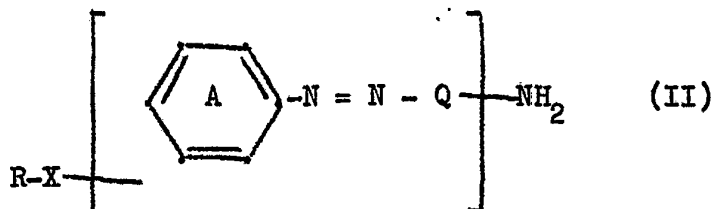
X significa oxígeno o azufre,

20. Q significa el radical de un compuesto bencénico o naftalínico eventualmente sustituido mediante halógeno, grupos alquílicos inferiores o alcoxi inferiores en los que se encuentra los enlaces de nitrógeno en posición 1 y 4,

25. B un radical fenílico eventualmente sustituido ulteriormente, que muestra el grupo hidroxílico en posición orto o para el grupo azoico, y el núcleo bencénico A todavía puede estar sustituido, caracterizado porque se copula el compuesto de



diazonio de un compuesto aminoazoico de la fórmula



en la que

R, X, A y Q tienen las significaciones indicadas
bajo la fórmula I,

con un compuesto hidroxibencénico eventualmente substituido en el anillo que copula en posición orto o para el grupo hidroxílico, para lo cual los materiales de partida se eligen, de forma que el producto final no muestre grupos acu-solubles de disociación ácida en agua.

2. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque se utiliza colorantes monoazoicos de la fórmula I, en la que el substituyente R-X- está enlazado al núcleo bencénico A.

3. Procedimiento para la preparación de colorantes disazoicos difícilmente solubles en el agua.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 28 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 20 de Marzo de 1.970

JAIMÉ JERESA

Firmado: JOSE F. NIETO