

NUMERO
446352
PATENTE INDUSTRIAL

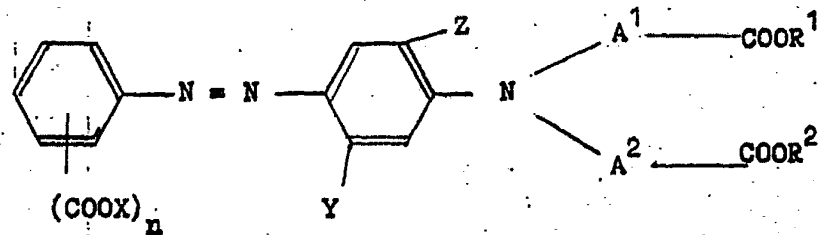


PATENTE DE INVENCION

(10) PRIORIDADES		
(31) NUMERO	(32) FECHA	(33) PAIS
12417/75	25 de marzo de 1.975	Inglaterra
(17) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C09B/D06P	
(23) TITULO DE LA INVENCION		
Procedimiento para preparar colorantes monoazoicos dispersos		
(71) SOLICITANTE (SI)		
IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED., entidad inglesa.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
Imperial Chemical House, Millbank, Londres, S.W.1., Inglaterra		
(72) INVENTORES		
VIOLET BOYD, BRIAN RIBBONS FISHWICK, BRIAN GLOVER.		
(73) REPRESENTANTE		
D. JAIME GOMEZ-ACEBO Y MODET .		

Esta invención se relaciona con un procedimiento para preparar colorantes monoazoicos dispersos, que son valiosos para teñir materiales textiles sintéticos, particularmente materiales textiles de poliésteres aromáticos.

De acuerdo con la invención, se proporcionan colorantes monoazoicos dispersos de fórmula:



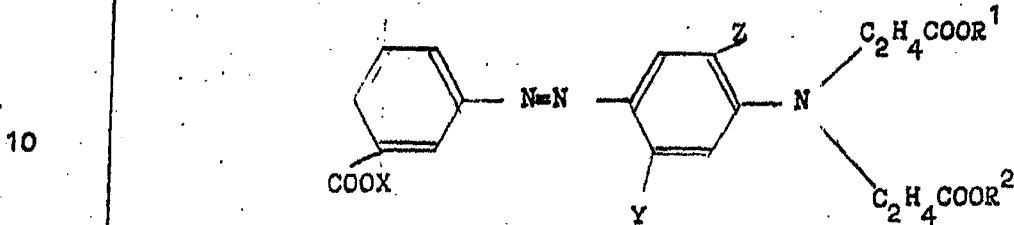
en la que X es alquilo inferior, n es 1, 2 ó 3, Z es hidrógeno, alquilo inferior o alcoxi inferior, Y es hidrógeno, alquilo inferior, alcoxi inferior, cloro, bromo, -NHCOX¹ ó -NHSO₂X², X¹ es alquilo inferior, alcoxi inferior, amino o N-alquilamino inferior, X² es alquilo inferior, A¹ y A² son cada uno, independientemente, alquileo inferior y R² y R³ son cada uno, independientemente, alquilo inferior o hidroxialquilo conteniendo 2 a 4 átomos de carbono.

En toda esta Memoria, los términos "alquilo inferior", "alcoxi inferior" y "alquilamino inferior", se emplean para representar radicales alquilo, alcoxi y alquilamino que contienen respectivamente de 1 a 4 átomos de carbono, mientras que el término "alquileo inferior" representa radicales alquileo que contienen de 1 a 6 átomos de carbono.

Como ejemplos de radicales alquilo inferior representados por X, Z, Y, X¹, X², R¹ y R², pueden mencionarse metilo, etilo, n-propilo, isopropilo y n-butilo. Como ejemplos de grupos alcoxi inferior representados por X¹, Z y Y pueden mencionarse etoxi, con preferencia metoxi. Como ejemplos de grupos alquileo inferior representados por

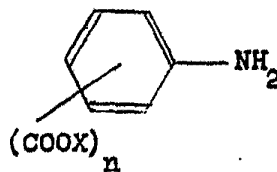
5 A¹ y A², se pueden mencionar metileno, trimetileno, propileno, tetrametileno, hexametileno y, sobre todo etileno. Como ejemplos de grupos hidroxialquilo representados por R¹ y R² se pueden mencionar beta-hidroxi-etilo, beta- ó gamma-hidroxi-propilo y beta-, gamma, o delta-hidroxi-butilo. Como ejemplos de grupos N-alquilamino inferior representados por X¹, se pueden mencionar metilamino y etilamino.

Una clase preferida de colorantes obtenidos por la invención, comprende los colorantes de fórmula:

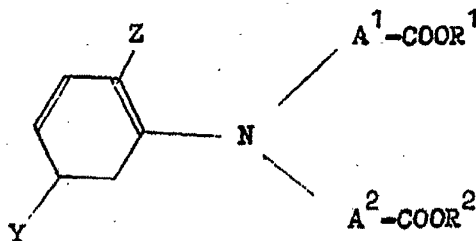


en la que X, Y, Z, R¹ y R² se definen como anteriormente. Con preferencia, Y es hidrógeno o alquilcarbonilamino inferior.

15 Según la presente invención, se proporciona un procedimiento para preparar dichos colorantes, que se caracteriza porque comprende diazotar una amina de fórmula:



y copular con un componente de copulación de fórmula:



en donde X, n, Z, Y, A¹, A², R¹ y R² se definen como ante-

riormente.

El procedimiento de la invención se puede efectuar convenientemente, por ejemplo, añadiendo nitrato sódico a una solución o suspensión de la amina en una solución acuosa de un ácido inorgánico fuerte, o añadiendo la amina a una solución de ácido nitrosilsulfónico. Si se desea, se puede añadir entonces ácido sulfámico para destruir cualquier ácido nitroso residual, y la solución o suspensión resultante del compuesto diazoico se añade entonces a una solución del componente de copulación en agua que contiene un ácido y/o un líquido orgánico soluble en agua, tal como acetona. El pH de la mezcla resultante se ajusta entonces, si se desea, para facilitar la copulación, y una vez completada esta última, el colorante resultante se aísla de forma convencional.

Como ejemplos de dichas aminas, se pueden mencionar el éster de metilo, etilo, n-propilo o n-butilo de ácido 2-, 3- ó 4-aminobenzóico, ácido 4- ó 3-aminoftálico, ácido 2-aminotereftálico y ácido anilina 2,4,6-tricarboxílico y ácido 2-, 4- ó 5-aminoisoftálico.

Como ejemplos de dichos componentes de copulación, se pueden mencionar: N:N-di(β -metoxicarbonil-etil)-anilina, -m-toluidina, -m-cloroanilina, -m-acetilaminoanilina ó 2:5-dimetoxianilina, y N:N-di(β -hidroxietoxycarbonil-etil)-anilina, -m-toluidina, -m-cloroanilina, -m-acetilaminoanilina, -o-toluidina, -2-metoxi-5-acetilaminoanilina ó -2:5-dimetoxianilina.

Los colorantes azóicos obtenidos por la invención, cuando se dispersan en un medio acuoso, son valiosos para teñir materiales textiles sintéticos, por ejemplo acetato de celulosa, nylon y especialmente materiales textiles

de poliésteres aromáticos. Dichos tintes se pueden obtener mediante procesos de teñido, impregnación o estampado, empleando las condiciones y otros aditivos que ya son convencionales en el teñido de tales materiales textiles. Al término de dichos procedimientos, los materiales textiles teñidos son aclarados en agua y sometidos entonces preferiblemente a un tratamiento de aclarado con el fin de separar el colorante suelto de la superficie del material textil. Si bien este tratamiento de aclarado puede comprender la inmersión en una solución acuosa alcalina caliente de hidrosulfito sódico, se ha encontrado que la presencia del hidrosulfito sódico no es esencial y que el tratamiento durante unos cuantos minutos en una solución acuosa alcalina de pH 10-13,5, a una temperatura entre 50 y 85°C (por ejemplo en una solución acuosa de carbonato sódico o hidróxido sódico), elimina totalmente el colorante suelto.

Cuando los colorantes azóicos de la invención se aplican de este modo, proporcionan tonalidades que oscilan desde amarillo a rojo, con excelentes solidez a los ensayos normalmente aplicados a los materiales textiles sintéticos.

Los colorantes azóicos de la invención se pueden emplear también para la coloración en masa de poliésteres aromáticos, o se pueden emplear para teñir materiales textiles sintéticos mediante el proceso de estampado por transferencia, opcionalmente bajo vacío o bajo condiciones húmedas o mojadas.

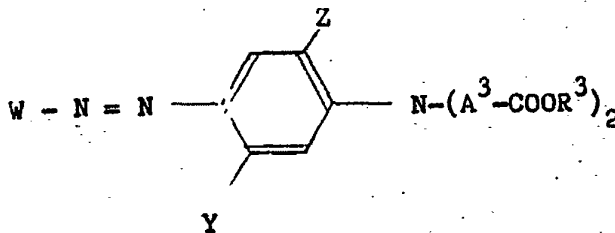
La invención se ilustra, pero no se limita, por los siguientes ejemplos, en los cuales las partes y porcentajes son en peso.

EJEMPLO 1

Una solución de 3,02 partes de p-aminobenzoato de metilo en 40 partes de ácido acético, se enfría a 10°C y se añaden entonces 4 partes de una solución acuosa concentrada de ácido clorhídrico seguido por 11 partes de una solución acuosa al 14 % de nitrito sódico. La mezcla se agita durante 1 hora a 10°C y la solución resultante del compuesto diazónico se añade luego a una solución de 6,4 partes de N:N-di(β -metoxicarboniletíl)-m-aminoacetanilida en una mezcla de 60 partes de acetona y 120 partes de una solución acuosa al 1 % de ácido clorhídrico a 5°C. Se añade acetato sódico hasta que el pH es de 5, se agita la mezcla durante 30 minutos a 5°C y el colorante precipitado se filtra, se lava con agua y se seca.

El colorante se convierte en una dispersión acuosa la cual se incorpora a una pasta de estampación, que se aplica entonces sobre un material textil de tereftalato de polietileno de forma convencional. Se obtiene un estampado de color naranja brillante que posee excelente solidez a la luz, a los tratamientos en húmedo y a los tratamientos térmicos en seco.

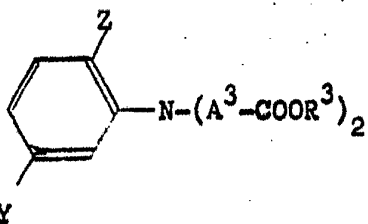
La siguiente Tabla proporciona otros ejemplos de colorantes de la invención de fórmula:



en la cual los símbolos tienen los valores indicados en las columnas respectivas de la Tabla, ofreciéndose en la última columna de la misma las tonalidades obtenidas cuando dichos colorantes se aplican a un material textil de poliéster aro-

mático.

Los colorantes de estos ejemplos se obtienen por diazotación de la amina adecuada de fórmula W-NH₂ y copulación con el componente copulante adecuado de fórmula:



empleando métodos similares al descrito en el ejemplo 1.

Ejemplo	W	Y	Z	A ³	R ³	Tonalidad
2	m-metoxicarbonilfenilo	acetil-amino	hidrógeno	etileno	metileno	amarillo-rojizo
3	o-metoxicarbonilfenilo	"	"	"	"	amarillo oro
4	p-etoxicarbonilfenilo	"	"	"	"	naranja
5	p-n-propoxicarbonilfenilo	"	"	"	"	"
6	p-iso-propoxicarbonilfenilo	"	"	"	"	"
7	p-n-butoxicarbonilfenilo	"	"	"	"	"
8	p-(β-metil-n-propoxicarbonilfenilo	"	"	"	"	"
9	p-(α-metil-n-propoxicarbonil)fenilo	"	"	"	"	"
10	o-etoxicarbonilfenilo	"	"	"	"	amarillo oro
11	2:4-di(metoxicarbonil)fenilo	"	"	"	"	"
12	2:5-di(metoxicarbonil)fenilo	"	"	"	"	naranja amarillento

Ejem plb	W	Y	Z	A ³	R ³	Tonalidad
13	2:6-di(metoxicarbonyl)fenilo	acetil-amino	hidrógeno	etileno	metileno	Naranja
14	2:3-di(metoxicarbonyl)fenilo	"	"	"	"	Naranja amarillento
15	3:4-di(metoxicarbonyl)fenilo	"	"	"	"	Naranja
16	3:5-di(metoxicarbonyl)fenilo	"	"	"	"	Amarillo oro
17	p-metoxicarbonilfenilo	acetil-amino	"	"	etilo	Naranja
18	"	"	"	"	n-propilo	"
19	"	"	"	"	iso-propilo	"
20	"	"	"	"	n-butilo	"
21	"	"	"	"	β-metil-n-propilo	"
22	"	"	"	"	α-metil-n-propilo	"
23	"	"	"	trimetileno	metilo	naranja rojizo
24	"	"	"	metileno	"	amarillo-rojizo
25	"	"	"	"	etilo	"
26	"	"	"	tetrametileno	metilo	Naranja-rojizo
27	"	"	"	-metil-etileno	"	Naranja
28	"	propionil-amino	"	etileno	"	"
29	"	n-propil-carbonil-amino	"	"	"	"
30	"	isopropil-carbonil-amino	"	"	"	"

Ejemplo	W	Y	Z	A ³	R ³	Tonalidad
31	p-metoxicarbonil-fenilo	metoxicarbonilamino	hidrógeno	etileno	metilo	Naranja
32	"	etoxicarbonilamino	"	"	"	"
33	"	ureido	"	"	"	"
34	"	"	"	"	etilo	"
35	"	N-metilureido	"	"	metilo	"
36	"	N-etilureido	"	"	"	"
37	"	metilsulfonilamino	"	"	"	"
38	"	"	"	"	etilo	"
39	"	etilsulfonilamino	"	"	metilo	"
40	"	acetilamino	"	"	β -hidroxietilo	"
41	"	"	"	"	γ -hidroxietilo	"
42	"	"	"	"	δ -hidroxibutilo	"
43	"	"	"	"	β -hidroxipropilo	"
44	"	acetilamino	"	"	α -metil- β -hidroxipropilo	Naranja
45	p-etoxicarbonilfenilo	"	"	"	β -hidroxietilo	"
46	o-metoxicarbonilfenilo	"	"	"	"	Amarillo oro
47	m-metoxicarbonilfenilo	"	"	"	"	Amarillo-rojizo
48	2:4-di(metoxicarbonil)fenilo	"	"	"	"	Amarillo-rojizo
49	2:5-di(metoxicarbonil)fenilo	"	"	"	"	Naranja

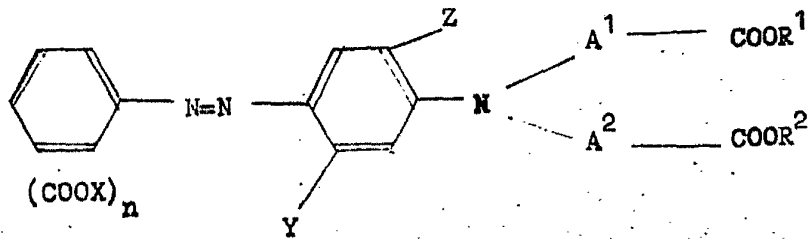
Ejemplo	W	Y	Z	A ³	R ³	Tonalidad
50	3:4-di(metoxicarbo- nil)fenilo	acetil- amino	hidró- geno	etileno	α-hidro- xiétilo	Naranja
51	3:5-di(metoxicarbo- nil)fenilo	"	"	"	"	Amarillo oro
52	p-metoxicarbo- nilfenilo	propio- nil- amino	"	"	"	Naranja
53	"	etoxi- carbo- nilamino	"	"	"	"
54	"	acetil- amino	metoxi	"	metilo	Escarlata
55	"	"	etoxi	"	"	"
56	"	"	metilo	"	"	Naranja
57	"	propio- nilamino	metoxi	"	etilo	Escarlata
58	"	acetil- amino	"	"	α-hidro- xiétilo	"
59	2:4-di(metoxi- carbonil)fenilo	"	"	"	metilo	"
60	p-metoxicarbo- nilfenilo	hidróge- no	hidróge- no	"	"	Amarillo
61	p-etoxicarbo- nilfenilo	"	"	"	"	"
62	"	"	"	"	"	Amarillo- verdoso
63	o-metoxicarbo- nilfenilo	"	"	"	"	"
64	2:5-di(metoxi- carbonil)fenilo	"	"	"	"	Amarillo
65	p-metoxicarbo- nilfenilo	"	"	"	etilo	"
66	"	"	"	"	α-hidro- xietil- metilo	"

Ejemplo	W	Y	Z	A ³	R ³	Tonalidad
67	p-metoxicarbonil-fenilo	hidrógeno	hidrógeno	metileno	metilo	Amarillo-verdoso
68	"	"	"	tetrametileno	"	Amarillo
69	"	metilo	"	etileno	"	Amarillo-verdoso
70	"	"	"	metileno	etilo	Amarillo
71	"	"	"	trimetileno	metilo	Amarillo-verdoso
72	p-etoxicarbonil-fenilo	"	"	etileno	"	"
73	o-metoxicarbonil-fenilo	"	"	"	"	Amarillo
74	3:4-di(metoxicarbonil)fenilo	"	"	"	"	Amarillo oro
75	p-metoxicarbonil-fenilo	metoxi	"	"	"	"
76	"	hidrógeno	metoxi	"	"	Naranja
77	"	metilo	"	"	"	"
78	2:4-di(metoxicarbonil)fenilo	"	"	"	"	Naranja-rojizo
79	p-metoxicarbonil-fenilo	bromo	hidrógeno	"	"	Amarillo-verdoso
80	"	cloro	"	"	"	"
81	m-metoxicarbonil-fenilo	"	"	"	"	"
82	2:5-di(metoxicarbonil)fenilo	"	"	"	"	"
83	p-etoxicarbonil-fenilo	"	"	"	"	"

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

REIVINDICACIONES

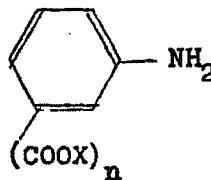
1.- Procedimiento para preparar colorantes monoazóxicos dispersos, de fórmula:



10

en la que X es alquilo inferior, n es 1, 2 ó 3, Z es hidrógeno, alquilo inferior o alcoxi inferior, Y es hidrógeno, alquilo inferior, alcoxi inferior, cloro, bromo, $-NHCOX^1$ ó $-NHSO_2X^2$, X^1 es alquilo inferior, alcoxi inferior, amino o N-alquilamino inferior, X^2 es alquilo inferior, A^1 y A^2 son cada uno, independientemente, alquilenos inferiores y R^2 y R^3 son cada uno, independientemente, alquilo inferior o hidroxialquilo conteniendo 2 a 4 átomos de carbono; caracterizado porque comprende diazotar una amina de fórmula:

15



20

y copular con un componente de copulación de fórmula:

