



ESPAÑA

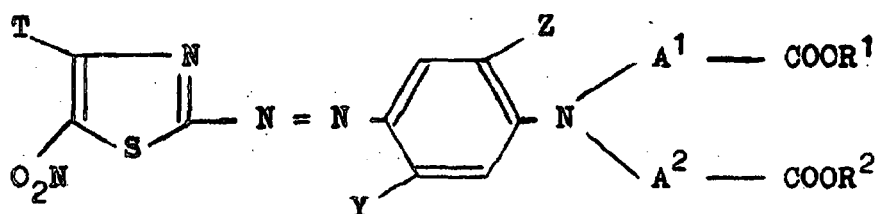
450181
ES 11 21 22 AI
FECHA DE PRESENTACION
27 JUL 1976

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
31542/75	28 de julio de 1975	INGLATERRA
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	CO9B/D06P	
54 TITULO DE LA INVENCION		
PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR COLORANTES MONOAZOICOS DISPERSOS		
71 SOLICITANTE (S)		
IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
Imperial Chemical House, Millbank, Londres S.W.1., Inglaterra.		
72 INVENTOR (ES)		
VIOLET BOYD, BRIAN RIBBONS FISHWICK, BRIAN GLOVER.		
73 TITULAR (ES)		
74 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.

Según la invención, se proporcionan colorantes monoazoicos dispersos de fórmula:



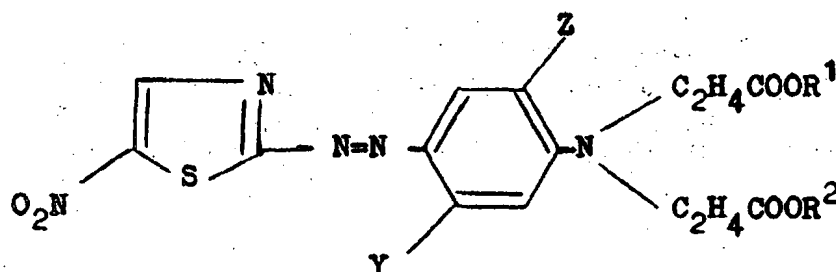
en la que T es hidrógeno o alquilo inferior, Z es hidrógeno, alquilo inferior o alcoxi inferior, Y es hidrógeno, alquilo inferior, alcoxi inferior, cloro, bromo, -NHCOX¹ ó -NHSO₂X², X¹ es alquilo inferior, alcoxi inferior, amino o N-alquilaminoinferior, X² es alquilo inferior, A¹ y A² son independientemente alquileno inferior, R¹ y R² son independientemente alquilo inferior o hidroxialquilo conteniendo de 2 a 4 átomos de carbono.

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

Como ejemplos de radicales alquilo inferior representados por T, Z, Y, X¹, X², R¹ y R², pueden mencionarse metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, isobutilo, sec-butilo y n-butilo. Como ejemplos de grupos alcoxi inferior representados por X¹, Z e Y, se pueden mencionar etoxi y con preferencia metoxi. Como ejemplos de grupos alquileno inferior representados por A¹ y A²,

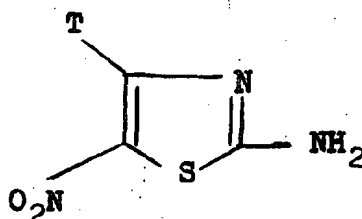
se pueden mencionar, metileno, trimetileno, propileno, tetrametileno, hexametileno y, sobre todo etileno. Como ejemplos de grupos hidroxialquilo representados por R^1 y R^2 , se pueden mencionar, beta-hidroxietilo, beta- o gamma-hidropropilo y beta-, gamma- o delta-hidroxitilo. Como ejemplos de grupos N-alquilamino inferior representados por X^1 se mencionan, por ejemplo, metilamino y etilamino.

Una clase preferida de colorantes de la invención comprende aquellos de fórmula:

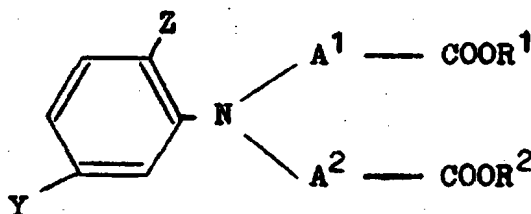


en la que Y, Z, R^1 y R^2 se definen como anteriormente. Con preferencia Y es hidrógeno o alquilcarbonilamino inferior. Por otra parte, es preferible que R^1 y R^2 sean ambos alquilo inferior.

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



y copular con un componente de copulación de fórmula:



5 en cuyas fórmulas T, Z, Y, A¹, A², R¹ y R² se definen como anteriormente.

10 El proceso de esta invención se puede realizar convenientemente, por ejemplo, añadiendo nitrito sódico a una solución o suspensión de amina en una solución acuosa de un ácido inorgánico fuerte, o añadiendo la amina a una solución de ácido nitrosilsulfúrico. A continuación, se puede añadir ácido sulfúrico, si se desea, para destruir cualquier ácido nitroso residual y la solución o suspensión resultante del compuesto diazótico 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, al objeto de facilitar la copulación, y una vez completada esta última, el colorante resultante se aísla de forma convencional.

20 Como ejemplos de dichas aminas, se pueden mencionar: 2-amino-5-nitrotiazol y 2-amino-4-metil-5-nitrotiazol.

25 Como ejemplos de dichos componentes de copulación, se pueden mencionar: N:N-di(beta-metoxicarboniletíl)-anilina, -m-toluidina, -m-cloroanilina, -m-acetilaminoanilina ó -2:5-dimetoxianilina, y N:N-di[beta-(beta'-hidroxietoxicarbonil)-etil]-anilina, -m-toluidina, -m-cloroanilina, -m-acetilaminoanilina, -o-toluidina, -2-metoxi-5-acetilaminoanilina ó -2:5-dimetoxianilina.

30 Los colorantes azóicos de la invención, cuando se dispersan en medios acuosos, son valiosos para teñir materiales

textiles sintéticos, por ejemplo acetato de celulosa, nylon y especialmente materiales textiles de poliéster aromático. Dichos tejidos se pueden obtener mediante teñido, impregnación o estampación, utilizando las condiciones y otros aditivos que se utilizan convencionalmente en el teñido de tales materiales textiles. Al término de dichos procesos, los materiales textiles teñidos son aclarados con agua y a continuación se someten preferiblemente a un tratamiento de limpieza al objeto de separar el colorante suelto de la superficie del material textil. Si bien este tratamiento de limpieza 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 a 13,5 y 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 se aplican de este modo, los colorantes azóicos de la invención proporcionan tonalidades que oscilan desde rojo sangre a azul, con excelente solidez a los ensayos normalmente aplicados a los materiales textiles sintéticos.

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

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 3,08 partes de 2-amino-5-nitrotiazol

5 en 31 partes de una solución acuosa al 94,5 % de ácido sulfúrico, se enfría a 10°C y se añaden, a una temperatura por debajo de 25°C, 34 partes de ácido acético y 34 partes de agua. La mezcla se enfría a -10°C y se lleva a cabo la diazotación por adición de 12 partes de una solución acuosa al 14 % de nitrito sódico, manteniéndose la temperatura por debajo de -2°C por enfriamiento externo. La mezcla se agita durante 30 minutos, a la misma temperatura, y se añade entonces a una mezcla de 6,5 partes de 2:5-dimetoxi-N:N-di(β -metoxicarboniletíl)anilina, 1 parte de ácido sulfámico, 50 partes de acetona y 250 partes de hielo/ 10 agua. El pH de la mezcla se ajusta a 5 por adición de acetato sódico, la mezcla se agita durante 1 hora y el colorante precipitado se filtra, se lava con agua y se seca.

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

20 Se obtienen otros colorantes de la invención sustituyendo las 6,5 partes de 2:5-dimetoxi-N:N-di(β -metoxicarboniletíl)anilina usada en el ejemplo 1 por cantidades equivalentes de los componentes de copulación indicados en la segunda columna de la Tabla I. Las tonalidades obtenidas a partir de los colorantes resultantes, se ofrecen en la tercera columna de la Ta 25 bla.

T A B L A I

	Componente de copulación	Tonalidad
5	1 2-metoxi-5-metil-N:N-di(β -metoxicarboniletíl)anilina	azul
	2 2-metoxi-5-acetilamino-N:N-di(β -etoxicarboniletíl)anilina	azul verdoso
	3 3-metil-N:N-di(β -metoxicarboniletíl)-anilina	violeta
	4 N:N-di(β -metoxicarboniletíl)anilina	violeta rojizo
10	5 2:5-dimetoxi-N:N-di(β -etoxicarboniletíl)anilina	azul verdoso
	6 2:5-dimetoxi-N:N-di(β -metoxicarboniletíl)anilina	"
	7 2:5-dimetoxi-N:N-di(δ -metoxicarbonilbutíl)anilina	"
15	8 2:5-dimetoxi-N:N-di(β -metoxicarbonilpropíl)anilina	azul
	9 2-metoxi-5-metil-N:N-di(δ -metoxicarbonilbutíl)anilina	"
	10 2-metoxi-5-metil-N:N-di(β -(γ' -hidroxipropoxycarbonil)etil)anilina	"
	11 3-metil-N:N-di(β -etoxicarboniletíl)anilina	violeta
20	12 3-metil-N:N-di(β -n-propoxycarboniletíl)-anilina	"
	13 3-metil-N:N-di(β -isopropoxycarboniletíl)-anilina	"
	14 3-metil-N:N-di(β -n-butoxicarboniletíl)-anilina	"
25	15 3-metil-N:N-di(β -(β' -metil-n-propoxycarbonil)etil)anilina	"
	16 3-metil-N:N-di(β -(α' -metil-n-propoxycarbonil)etil)anilina	"
	17 3-metil-N:N-di(γ -metoxicarbonilpropíl)-anilina	violeta azulado
30	18 3-metil-N:N-di(metoxicarbonilmetíl)anilina	violeta rojizo

TABLA I (Continuación)

	Componente de copulación	Tonalidad
5	19 3-metil-N:N-di(etoxicarbonilmetil)anilina	violeta rojizo
	20 3-metil-N:N-di(δ -metoxicarbonilbutil)anilina	violeta
	21 3-metil-N:N-di(β -metoxicarbonilpropil)anilina	"
10	22 2-etoxi-N:N-di(β -metoxicarboniletíl)anilina	azul marino
	23 2-etoxi-N:N-di(metoxicarbonilmetil)anilina	violeta
	24 2-etoxi-N:N-di(etoxicarbonilmetil)anilina	"
	25 2-etoxi-N:N-di(β -metoxicarbonilpropil)anilina	azul marino
15	26 2-metoxi-5-cloro-N:N-di(β -metoxicarboniletíl)anilina	violeta azulado
	27 2-metoxi-5-bromo-N:N-di(β -metoxicarboniletíl)anilina	"
	28 2:5-dietoxi-N:N-di(β -metoxicarboniletíl)anilina	azul marino
	29 2-metoxi-5-metil-N:N-di(β -metoxicarboniletíl)anilina	azul
20	30 2-metoxi-5-metil-N:N-di(β -etoxicarboniletíl)anilina	"
	31 2-metoxi-5-metil-N:N-di(metoxicarbonilmetil)anilina	violeta
	32 2:5-dimetoxi-N:N-di(etoxicarbonilmetil)anilina	"
25	33 2-metoxi-5-metil-N:N-di(etoxicarbonilmetil)anilina	"
	34 2-etoxi-5-metil-N:N-di(β -metoxicarboniletíl)anilina	azul marino
	35 2-etoxi-5-metil-N:N-di(metoxicarbonilmetil)anilina	violeta
30	36 3-cloro-N:N-di(β -metoxicarboniletíl)anilina	"

TABLA I (Continuación)

	Componente de copulación	Tonalidad
5	37 3-bromo-N:N-di(β -metoxicarboniletíl)- anilina	violeta
	38 3-cloro-N:N-di(β -etoxicarboniletíl)ani- lina	"
	39 3-cloro-N:N-di(γ -metoxicarbonilpropil)- anilina	"
10	40 3-cloro-N:N-di(metoxicarbonilmetil)anili na	rojo sangre
	41 3-cloro-N:N-di(etoxicarbonilmetil)anilina	"
	42 3-cloro-N:N-di(β -metoxicarbonilpropil)- anilina	violeta
	43 3-acetilamino-N:N-di(β -metoxicarbonil- etil)anilina	azul rojizo
15	44 3-acetilamino-N:N-di(β -etoxicarboniletíl)- anilina	"
	45 3-acetilamino-N:N-di(γ -metoxicarbonilpro- pil)anilina	"
	46 3-acetilamino-N:N-di(etoxicarbonilmetil)- anilina	violeta
	47 3-acetilamino-N:N-di(β -metoxicarbonilpro pil)anilina	azul rojizo
20	48 3-propionilamino-N:N-di(β -metoxicarbonil etil)anilina	"
	49 3-n-propilcarbonilamino-N:N-di(β -metoxi carboniletíl)anilina	"
	50 3-isopropilcarbonilamino-N:N-di(β -meto- xicarboniletíl)anilina	"
25	51 3-metoxicarbonilamino-N:N-di(β -metoxicar boniletíl)anilina	"
	52 3-etoxicarbonilamino-N:N-di(β -metoxicar- boniletíl)anilina	"
	53 3-ureido-N:N-di(β -metoxicarboniletíl)ani lina	"
30	54 3-N-metilureido-N:N-di(β -metoxicarbonil- etil)anilina	"

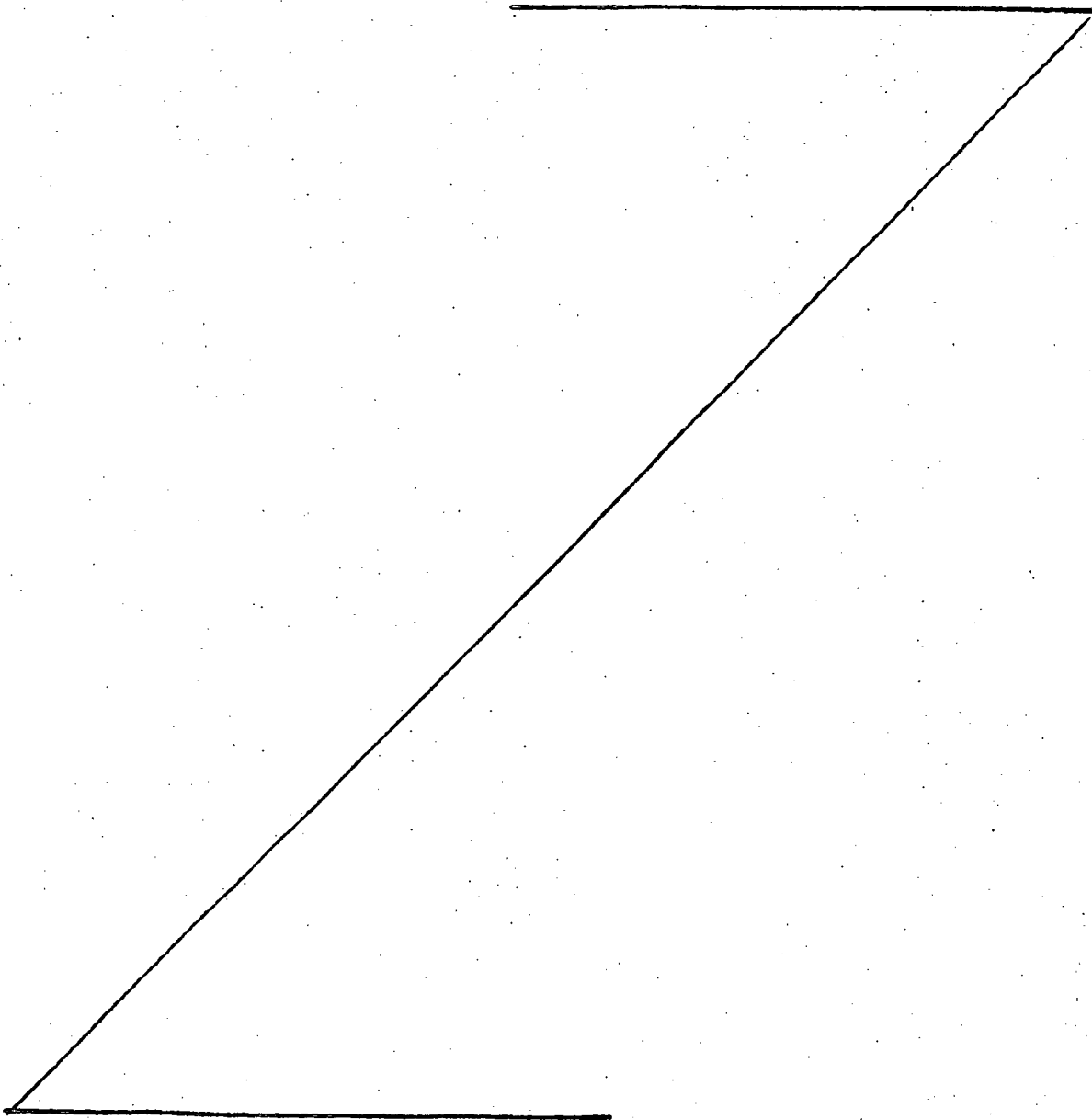
TABLA I (Continuación)

	Componente de copulación	Tonalidad
5	72 2-metoxi-5-metil-N:N-di(β-(β'-hidroxi- etoxicarbonil)etil)anilina	azul marino
	73 3-cloro-N:N-di(β-(β'-hidroxi-etoxicarbo nil)etil)anilina	violeta
	74 3-bromo-N:N-di(β-(β'-hidroxi-etoxicarbo nil)etil)anilina	"
	75 3-acetilamino-N:N-di(β-(β'-hidroxi-toxi carbonil)etil)anilina	azul rojizo
10	76 3-acetilamino-N:N-di(β-(β'-hidroxi-toxi carbonil)propil)anilina	"
	77 3-propionilamino-N:N-di(β-(β'-hidroxi- etoxicarbonil)etil)anilina	"
	78 3-etilsulfonilamino-N:N-di(β-(β'-hidro- xi-etoxicarbonil)etil)anilina	"
15	79 3-acetilamino-N:N-di(β-(β'-hidroxi-to- xicarbonil)etil)anilina	azul
	80 3-acetilamino-N:N-di(β-(γ'-hidroxipropo xicarbonil)etil)anilina	azul rojizo
	81 3-acetilamino-N:N-di(β-(δ'-hidroxibuto- xicarbonil)etil)anilina	"
20	82 3-acetilamino-N:N-di(β-(β'-hidroxipropo xicarbonil)etil)anilina	"
	83 3-acetilamino-N:N-di(β-(α'-metil-β'-hi droxipropoxicarbonil)etil)anilina	"
	84 3-n-propilcarbonilamino-N:N-di(β-(β'-hi droxi-etoxicarbonil)etil)anilina	"
25	85 2-metoxi-5-acetilamino-N:N-di(β-metoxicar bonilpropil)anilina	azul verdoso
	86 2-metoxi-5-acetilamino-N:N-di(β-metoxicar boniletal)anilina	"
	87 2-metoxi-5-acetilamino-N:N-di(β-(β'-hi droxi-etoxicarbonil)etil)anilina	"
30	88 2-metil-5-metoxi-N:N-di(β-metoxicarbo- niletal)anilina	violeta

Se obtienen colorantes similares cuando el 4-metil-5-nitro-2-aminotiazol se diazota y copula con los componentes de copulación 3, 4, 5, 43 y 72 de la tabla I anterior, usando un método similar al descrito en el ejemplo 1.

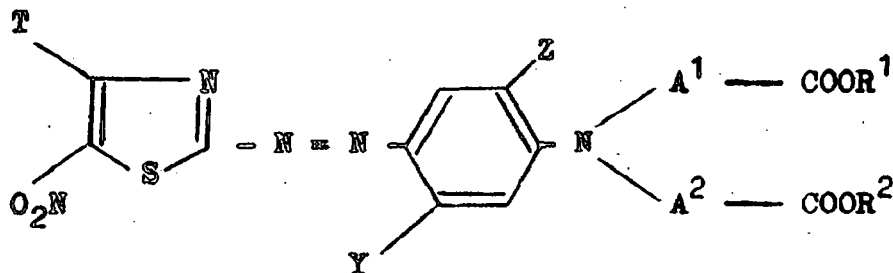
5

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

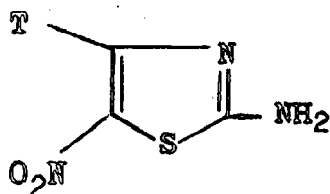


REIVINDICACIONES

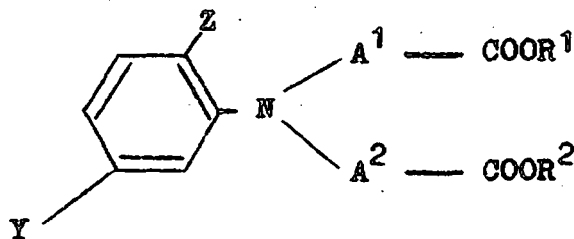
1^a.- Procedimiento para preparar colorantes monoazóicos dispersos, de fórmula:



10 en la que T es hidrógeno o alquilo inferior, 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 independientemente alquileo inferior, R¹ y R² son independientemente alquilo inferior o hidroxialquilo conteniendo de 2 a 4 átomos de carbono; caracterizado porque comprende diazotar una amina de fórmula:



y copular con un componente de copulación de fórmula:

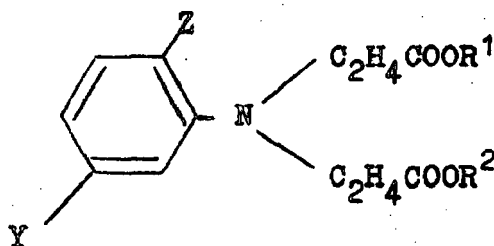


30 en cuyas fórmulas T, Z, Y, A¹, A², R¹ y R² se definen como ante-

riormente.

2^a.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la amina es 2-amino-5-nitrotiazol.

3^a.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el componente de copulación es de fórmula:



en la que Y, Z, R¹ y R² se definen como anteriormente.

4^a.- Procedimiento para preparar colorantes monoazoicos dispersos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 13 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 27 JUL. 1976

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

J. GOMEZ ASEDO Y CAÑA
C/ de Filadelfia 1. Getafe (Madrid)