



ESPAÑA

10	ES	11	NUMERO	10	A1
		21	450945		
		22	FECHA DE PRESENTACION		

Case E.2168

PATENTE DE INVENCION

50	PRIORIDADES:	52	FECHA	53	PAIS
51	NUMERO				
	26540 A/75		25 Agosto 1975		Italia

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	52	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			Co 9 B		

54	TITULO DE LA INVENCION
"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES MONOAZO PARA LA TINCION UNIFORME DE FIBRAS POLIAMIDICAS SINTETICAS"	

71	SOLICITANTE (S)
AZIENDE COLORI NAZIONALI AFFINI ACNA S.p.A.	

DOMICILIO DEL SOLICITANTE	
1/2, Largo Guido Donegani - MILAN (Italia)	

72	INVENTOR (ES)
Enzo ROSATI	

73	TITULAR (ES)
AZIENDE COLORI NAZIONALI AFFINI ACNA S.p.A.	

74	REPRESENTANTE
D. JAIME ISERN CUYAS, Agente Oficial de la Propiedad Industrial	

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere al empleo de colorantes poco solubles en agua, exentos de grupos sulfónicos y que comportan una cadena alifático-carboxílica enlazada directamente al núcleo arílico del compuesto copulante, en la tinción uniforme de fibras poliamídicas.

5.

Como se sabe, en el campo de las fibras poliamídicas en particular resulta difícil obtener tinciones que exhiban una uniformidad excelente debido a la presencia constante en dichas fibras de irregularidades de naturaleza química (deshomogeneidad en la distribución de los grupos terminales básicos), o de naturaleza química física y física, tal como, por ejemplo, las diferencias en su estado morfológico, que es más o menos cristalino, las diferencias en la estructura superficial y en la microporosidad de la fibra, que motiva diferencias en la distribución de los colorantes en las fibras, pero, principalmente, diferencias en el comportamiento de la luz en relación a fenómenos de difusión y absorción.

10.

15.

20.

Los defectos tintóreos resultantes se denominan, normalmente, "abigarramiento".

Por lo general una tinción de materiales textiles debe exhibir uniformidad y buenas características de solidez, en particular a los tratamientos húmedos.

25.

Estas dos características pueden no siempre ser satisfechas simultáneamente por un solo colorante, particularmente por lo que respecta a la tinción de fibras poliamídicas.

A este respecto puede establecerse por norma general que contra más sólido es un colorante frente a los tratamientos húmedos tanto menos está dotado de poder migratorio y, por consiguiente, tanto menos es igualizante sobre fibras poliamídicas y viceversa.

5.

Para la tinción de las fibras antes citadas se utilizan por lo general colorantes dispersos o colorantes aniónicos apropiadamente elegidos.

10.

Los colorantes dispersos (por ejemplo Microsettle, ACNA) pueden utilizarse provechosamente para preparar tonos claros, ya que poseen una elevada capacidad de cobertura de las irregularidades de la fibra. Cuando se preparan colorantes de tono medio o lleno es necesario tener en cuenta, además de la imposibilidad práctica de obtener tonos muy intensos con estos colorantes,

15.

su baja solidez a los tratamientos húmedos, que no siempre reúnen las exigencias de los diversos artículos. Los colorantes aniónicos seleccionado (por ejemplo NAILLAMIDE, ACNA) ofrecen buenas posibilidades para la preparación

20.

de tonos de color oscuro, escasas posibilidades para tonos medios, mientras que son generalmente inapropiados para la preparación de tonos claros debido a su insuficiente poder igualizante. El empleo durante la tinción

25.

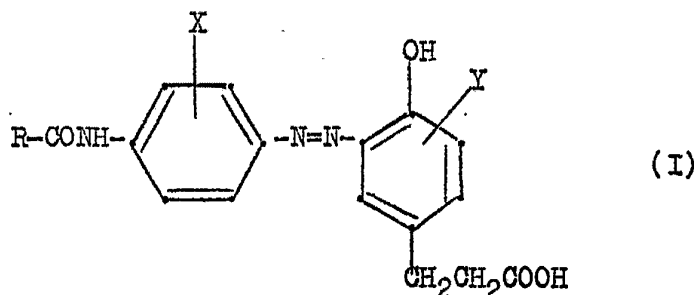
de sustancias auxiliares anión-activas, catión-activas o no ionógenas conduce a ciertas mejoras con respecto a los tonos medios, pero casi nunca es segura la obtención de tonos claros y bien igualizados con el empleo de estos colorantes.

La peticionaria ha descubierto ahora que se

tiñen de forma uniforme tejidos de fibras poliamídicas, aún cuando sean notablemente irregulares y listados, del amarillo al amarillo anaranjado en un baño de agua hirviente, en una gama de pH de alcalino a ligeramente ácido, aún operando en ausencia de sustancias auxiliares de acción retardante, cuando se utilizan colorantes difícilmente solubles, exentos de grupos sulfónicos, que comportan una cadena alifático-carboxílica, que están comprendidos en la fórmula general

5.

10.



15.

en la que R es un radical alquílico con 1 a 3 átomos de carbono o un radical arílico, eventualmente substituído por un grupo alquílico o alcoílico con 1 a 3 átomos de carbono, cloro, bromo, NO₂, CN, alquilsulfonilo inferior, SO₂NH₂, CONH₂, CONR'R'' con R' y R'' igual a hidrógeno o alquilo inferior;

20.

X e Y, iguales o distintos entre sí, son: hidrógeno, metilo, etilo, CN, halógeno, NO₂.

25.

Las tincions así obtenidas están siempre extremadamente bien igualadas, cualquiera que sea su intensidad, y han demostrado ser excelentes sus propiedades de solidez, en particular a los tratamientos húmedos.

Comparando los colorantes de conformidad con el presente invento con los del arte anterior que permiten

5. obtener los mejores resultados con respecto al poder igualizante, en particular, por ejemplo, con Amarillo Nailamido ER, C.I. Acid Yellow 25, nº 18835, se ha encontrado, sorprendentemente, que los colorantes de conformidad con este invento exhiben un poder igualizante sustancialmente superior, con respecto al abigarramiento, presentando además buenas propiedades de solidez, particularmente a los tratamientos húmedos.

10. A partir de una comparación aplicativa con los colorantes dispersos indicados para la tinción de fibras poliamídicas, por ejemplo con: Microsetile Yellow 5R, C.I. Disperse Yellow 7, nº 26.090, se aprecia que los colorantes del presente invento permiten obtener, siendo igual el efecto igualizante, mejor solidez a los tratamientos húmedos al tiempo que conservan un grado satisfactorio de las demás propiedades de solidez.

15. Una importante característica adicional de los colorantes de conformidad con el presente invento es la obtención de tonos particularmente intensos.

20. En efecto, puede apreciarse que, a igual concentración, la intensidad de las tinciones obtenidas utilizando estos colorantes es superior a la que se obtiene con los colorantes dispersos del arte. Esta intensidad es del mismo orden de magnitud, también para tonos llenos, que la intensidad obtenible con los colorantes aniónicos, que poseen, empero, un bajo poder de cobertura del abigarramiento.

25. Los mejores resultados aplicativos se obtienen mediante un método tintóreo que comprende una primera etapa débilmente alcalina; para este fin es apropiado reco -

rrer a sistemas tamponados con boratos y fosfatos y que contienen, además, un ácido potencial como, por ejemplo, fosfatos o sulfatos amónicos que permiten un inicio de la tinción a un valor pH = 8,5-9, que decrece sucesivamente hasta un pH final débilmente ácido (5-5,5) mediante la adición gradual de ácidos orgánicos y/o sales ácidas como, por ejemplo, fosfato monosódico, siguiendo técnicas convencionales.

5.

Para tonos claros es preferible completar la tinción a pH = 6 - 6,5. Con este procedimiento es posible obtener el mejor poder migratorio e igualante sin reducir marcadamente la afinidad.

10.

El textil antes de la tinción se purga en presencia de: 1 g/l de Aionico UN 100 (marca de un detergente no ionógeno producido por Montedison) y 1-2 g/l de fosfato trisódico, iniciando el tratamiento a 30°C y prosiguiendo el tratamiento durante 40 minutos a 80°C.

15.

Otro objeto de este invento son los colorantes de la fórmula general (I), con un radical de ácido propiónico, que son particularmente apropiados para la tinción uniforme de fibras poliamídicas sintéticas.

20.

Estos colorantes se preparan según métodos ya conocidos, copulando, en medio alcalino, una para-amino-acil lanilida opcionalmente substituida con el ácido p-hidroxifenil-propiónico elegido y opcionalmente substituido.

25.

Los ejemplos que siguen se ofrecen para ilustrar el presente invento sin que impliquen limitación del mismo; las partes y porcentajes se expresan en peso, a menos que se indique lo contrario.

EJEMPLO 1

Se disolvieron 3,9 partes de p-amino-acetoanilida en 50 partes de H₂O y 6,5 partes en volumen de HCl concentrado (36%). Se diazobó según modalidades convencionales a 0 - 2°C instilando una solución de 1,8 partes de NaNO₂ en 30 partes de H₂O.

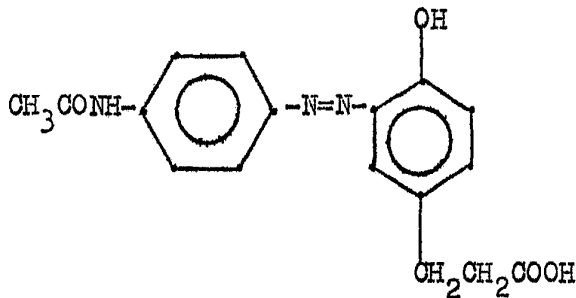
5.

Se vertió la solución de sal de diazonio a 0-5°C en una solución constituida por 4,32 partes de ácido p-hidroxifenil-propiónico en 50 partes de H₂O y 6,35 partes en volumen de una solución de NaOH al 40% conteniendo 1,8 partes de Na₂CO₃.

10.

Al término de la reacción se le adicionó una solución de HCl d = 1,16 hasta alcanzar un valor pH = 3,5; luego se filtró y lavó con H₂O. Mediante la cristalización a partir de una mezcla hidroalcohólica se obtuvieron 5,3 partes de un colorante, que exhibió la estructura siguiente :

15.



25.

en forma de un polvo amarillo anaranjado que tiñe las fibras de poliamida de un tono amarillo puro e intenso que exhibe excelente solidez a la luz y en particular a los tratamientos húmedos.

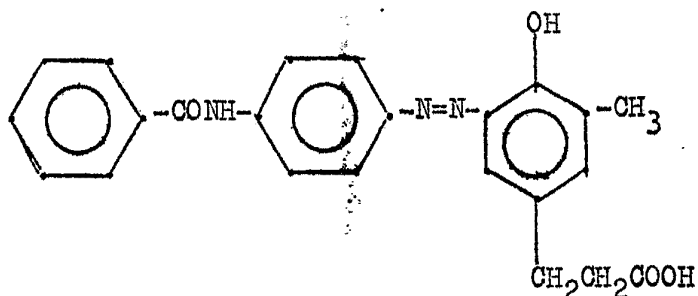
EJEMPLO 2

Se dispersaron 8 x 5,3 partes de 1-amino-4-benzoyl-amino-benceno en 200 partes de H₂O y 6,25 partes en volumen de HCl concentrado (36%). Se diazobó según el método usual a 0 - 5°C instilándole una solución de 1,73

5. partes de NaNO₂ en 30 partes de H₂O. Se vertió la solución de sal de diazonio a 0-5°C en una solución constituida por 4,5 partes de ácido 4-hidroxi-3-metil-fenil-propiónico en 150 partes de H₂O y 6,0 partes en volumen de una solución de NaOH al 40% conteniendo 1,7 partes de Na₂CO₃. Una vez completada la reacción se le adicionó HCl a d = 1,16 hasta alcanzar un valor pH = 3,5, luego se filtró y se lavó con H₂O.

Los colorantes obtenidos en forma de un polvo amarillo que tienen la estructura :

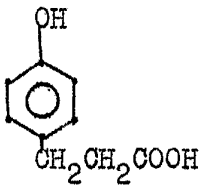
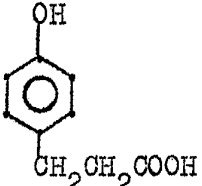
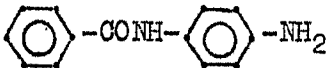
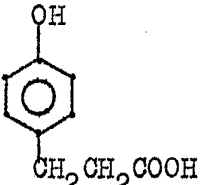
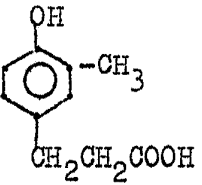
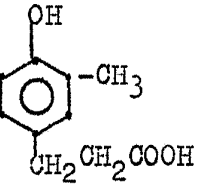
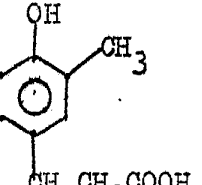
15.



20.

tifien de amarillo las fibras poliamídicas, siendo bueno el poder igualizante y excelente la solidez general.

25. Operando sustancialmente según las mismas modalidades descritas en el ejemplo 1 se prepararon también los colorantes que se exponen en la tabla que sigue :

Ej. nº	Componente diazo	Compuesto copulante	tono de la tinción sobre nylon
5.	3 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CONH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}_2$		amari- llo
10.	4 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{CONH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}_2$		"
	5 		"
15.	6 $\text{CH}_3\text{CONH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}_2$		"
20.	7 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CONH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}_2$		"
25.	8 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{CONH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}_2$		"

EJEMPLO 9

Se micromolturnaron de forma apropiada en un molino de bolas 0,5 partes del colorante obtenido en el ejemplo 1 y se dispersó a fondo en agua.

5. Se adicionó la dispersión al baño tintóreo conteniendo 1 g/l de un agente tensoactivo de tipo no iónico (por ejemplo aceite de ricino oxietilado, tipo Emulson EL), así como pequeñas cantidades de sales amónicas (sulfato amónico y amoniaco) tal como para obtener un valor pH = 8-8,5.

10. La tinción de 100 partes de tejido poliamídico se inició a 70°C, la temperatura se elevó gradualmente hasta ebullición, se tiñó bajo ebullición durante 30-40 minutos, luego se adicionó ácido acético de forma gradual hasta obtener un valor pH final de 5,5-5, útil para obtener un buen agotamiento del baño tintóreo.

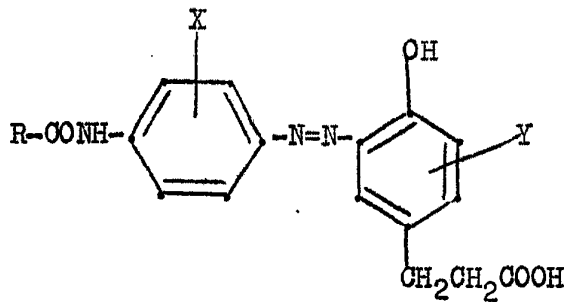
El material teñido se enjuagó repetidamente con agua y se secó con aire caliente.

20. De este modo se obtuvo una tinción que exhibe un tono amarillo brillante, excelente poder igualizante y muy buena solidez a la luz y tratamientos húmedos.

REIVINDICACIONES

25. Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de patente italiana nº 26540 A/75 de 25 de agosto de 1975.

1.- Un procedimiento para la preparación de colorantes monoazo para la tinción uniforme de fibras poliamídicas sintéticas, de la fórmula general



5.

en donde R es un radical alquílico con 1 a 3 átomos de carbono, o un radical arílico, opcionalmente substituido por un grupo alquílico o alcofílico con 1 a 3 átomos de carbono, cloro, bromo, NO₂, CN, alquilsulfonilo inferior, SO₂NH₂, CONH₂, CON-R'R'', R' y R'' siendo iguales a hidrógeno o alquilo inferior; X e Y, iguales o distintos entre sí, son hidrógeno, metilo, etilo, CN, halógeno, NO₂, caracterizado porque en su realización se verifica la co- pulación en medio alcalino de una para-amino-acil-anilida, opcionalmente substituida, con ácido p-hidroxi-fenil- propiónico, opcionalmente substituido.

10.

15.

20.

2.- Un procedimiento para la preparación de colorantes monoazo para la tinción uniforme de fibras poli- amídicas sintéticas.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 11 hojas foliadas y es- critas a máquina por una sola cara.

Madrid, a

p.a.

25.

JAIME ISERN
p. p.

Firmado: JOSE F. NIETO