

19 ES 11 21 22	NUMERO 484.254/5	10 A1
	FECHA DE PRESENTACION 18-9-79	

ah



ESPAÑA

PATENTE DE INVENCION

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

CASUDUCALO

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO 9774/78	32 FECHA 19-9-78	33 PAIS Suiza
---	---------------------	------------------

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C09B 29/06 / D06F 1/04	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

54 TITULO DE LA INVENCION
 PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES DE DISPERSION.

71 SOLICITANTE (S)
 SANDOZ AG.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
 CH-4002 BASLE - SUIZA

72 INVENTOR (ES)
 Ruedi Altermatt; Dr. Rland Entschel y Dr. Roswitha Wirz, todos de nacionalidad suiza.

73 TITULAR (ES)

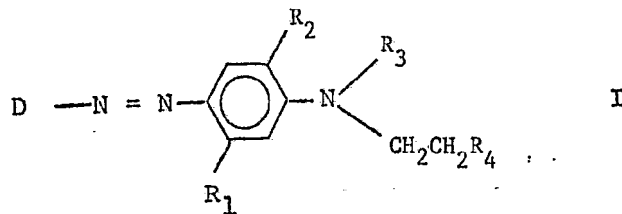
74 REPRESENTANTE
 DON BERNARDO UNGRIA GOIBURU

Caso 150-4212

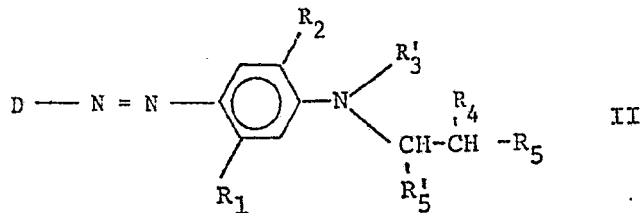
PERFECCIONAMIENTOS EN O RELACIONADOS CON COMPUESTOS
ORGANICOS

La presente invención tiene por objeto mezclas de colorantes de dispersión con propiedades mejoradas sobre los colorantes individuales.

La presente invención se refiere más particularmente a una mezcla de colorantes de dispersión que contiene por lo menos un compuesto de fórmula I

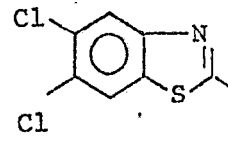
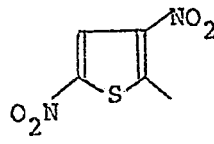
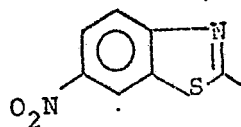


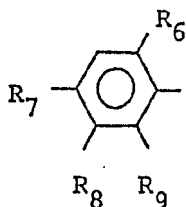
y por lo menos un compuesto de fórmula II



10

en donde D significa un radical de fórmula (a), (b), (c) o (d)





(d)

- 5 en donde R₁ significa hidrógeno, metilo, metoxi, etoxi, formilamino, alquil(C₁-C₄)carbonilamino, alquil(C₁-C₂)carbonilamino monosustituído por un sustituyente elegido entre hidroxí, cloro, bromo, ciano, fenilo, alcoxi(C₁-C₃) y fenoxi, alcoxi(C₁-C₄)carbonilamino, etoxicarbonilamino monosustituído por un sustituyente elegido entre hidroxí, alcoxi-(C₁-C₃) y alcoxi(C₁-C₂)etoxi, benzoilamino o alquil(C₁-C₂)sulfonilamino,
- 10
- R₂ significa hidrógeno, metilo, alcoxi(C₁-C₂), alcoxi(C₁-C₂)etoxi o alcoxi (C₁-C₂) monosustituído por un sustituyente elegido entre cloro, bromo, ciano y fenilo,
- 15
- R₃ significa hidrógeno, alquilo (C₁-C₄) lineal, alquenoilo (C₂-C₃), alquilo (C₂-C₃) lineal monosustituído por un sustituyente elegido entre alcoxi (C₁-C₂), ciano, formiloxi, alquil(C₁-C₄)carboniloxi, alcoxi(C₁-C₃)-carbonilo, benzoiloxi y alcoxi(C₁-C₃)carboniloxi,
- 20
- R₃['] tiene una de las significaciones de R₃ pero en donde los radicales alquilo y alquilo sustituido son lineales o ramificados,
- 25
- R₄ significa formiloxi, alquil(C₁-C₄)carboniloxi, benzoiloxi, fenoxiacetoxi, alcoxi(C₁-C₄)carboniloxi, alcoxi(C₁-C₄)carbonilo, alcoxi(C₁-C₂)-

5 etoxicarbonilo, alcoxi(C₁-C₂)etoxicarboniloxi,
alcoxi(C₁-C₂)alquil(C₁-C₂)carboniloxi, mono- o
dialquil(C₁-C₄)aminocarboniloxi o fenilamino-
carboniloxi cuyo núcleo bencénico está even-
tualmente substituído por uno o dos substi-
tuyentes elegidos entre cloro, bromo, metilo
y metoxi,

una de R₅ y R'₅ significa hidrógeno y la otra representa
metilo,

10 R₆ significa hidrógeno, cloro, bromo, yodo,
nitro o ciano,

R₇ significa nitro, alquil(C₁-C₂)sulfonilo,
aminosulfonilo, mono- o dialquil(C₁-C₂)-
aminosulfonilo o fenilazo cuyo ciclo bencéni-
co está eventualmente substituído por uno,
15 dos o tres substituyentes seleccionados entre
metilo, metoxi, cloro, bromo y nitro,

R₈ significa hidrógeno, cloro o bromo,

20 R₉ significa hidrógeno, cloro, bromo, yodo,
ciano o alquil(C₁-C₂)sulfonilo, con la
condición de que uno de los símbolos R₈
y R₉ signifique hidrógeno;

25 en la citada mezcla, los símbolos D, R₁, R₂ y R₄ en el compuesto de
fórmula I son idénticos con los correspondientes símbolos en el com-
puesto de fórmula II.

Las mezclas de los compuestos de fórmula I y II particular-
mente preferidas son las siguientes:

30 (i) las, en las que D significa un radical (d) en el que R₁, R₂,
R₈ y R₉ significan hidrógeno, R₃ y R'₃ significan cianoetilo,
R₄ significa alquil(C₁-C₂)carboniloxi, en especial acetoxi,
R₅ significa metilo, R'₅ significa hidrógeno, R₆ significa
cloro o bromo, en especial cloro y R₇ significa nitro:

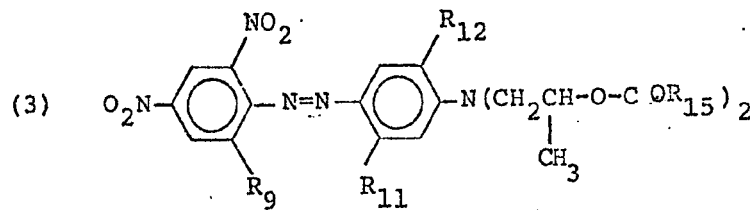
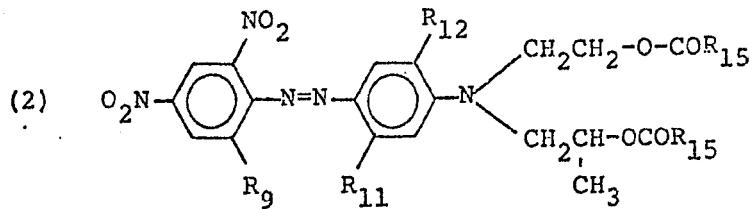
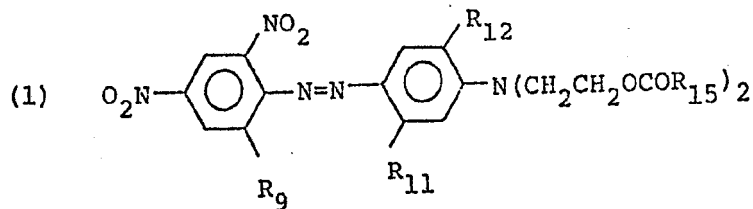
(ii) las, en las que D significa un radical (d) en el que R_1, R_2, R_6 y R_8 significan hidrógeno, R_3 y R_3' significan cianoetilo, R_4 significa alquil(C_1-C_2)carboniloxi, en especial acetoxi, R_5 significa metilo, R_5' significa hidrógeno, R_7 significa nitro y R_9 significa ciano;

5

(iii) las, en las que D representa un radical (d) en el que R_1, R_2 y R_8 significan hidrógeno, R_3 y R_3' significan cianoetilo, R_4 significa alquil(C_1-C_2)carboniloxi, en especial acetoxi, R_5 significa metilo, R_5' significa hidrógeno, R_6 y R_9 significan, independientemente la una de la otra, cloro o bromo, en especial cloro, y R_7 significa nitro;

10

(iv) una mezcla de los tres colorantes siguientes:

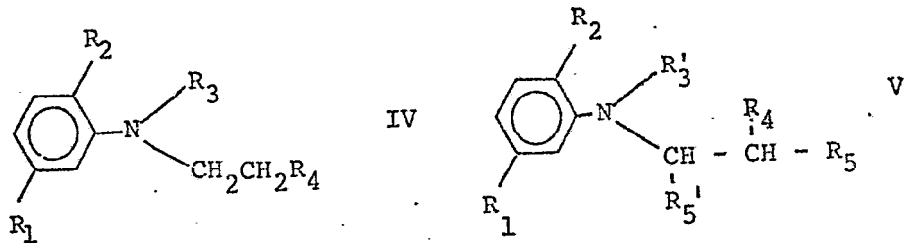


en donde cada R_9 significa cloro, bromo o yodo, en especial bromo, cada R_{11} significa alquil(C_1-C_2)carbonilamino, en especial acetilamino, cada R_{12} significa alcoxi (C_1-C_2),

10

en especial etoxi, y cada R_{15} significa alquilo (C_1-C_2), en especial metilo, en particular una mezcla que contiene aproximadamente un 25% de (i), un 50% de (2) y un 25% de (3).

5 De acuerdo con el método preferido para la preparación de las mezclas según la invención, se copula el diazoico de una amina de fórmula $D-NH_2$ con una mezcla que contiene por lo menos un compuesto de fórmula IV y por lo menos un compuesto de fórmula V,



10 estando presentes por lo menos un 15 % molar de un compuesto de fórmula IV y por lo menos un 15 % molar de un compuesto de fórmula V.

La diazoación y la copulación se llevan a cabo de acuerdo con métodos conocidos.

15 Las mezclas según la invención pueden obtenerse asimismo mezclando los colorantes de fórmula I y II, preferentemente al hacer la preparación de tintura.

20 Las mezclas de colorantes según la presente invención se transforman en preparaciones tintóreas por métodos conocidos, por ejemplo mediante molturación en presencia de agentes de dispersión y/o agentes de carga y subsiguiente secado. Al obtener las mezclas por mezclado de los colorantes de fórmula I y II, las preparaciones tintóreas pueden prepararse mediante mezclado de los colorantes de fórmula I y II ya molturados o bien mediante molturación de la ya

25 preparada mezcla de los colorantes de fórmula I y II.

Las preparaciones de tintura que contienen las mezclas según la presente invención, son apropiados para la tintura o

la estampación de substratos textiles que se constituyen, totalmente o en parte, de materias orgánicas sintéticas o semisintéticas, hidrófobas, de elevado peso molecular. Se aplican las mezclas a partir de suspensiones acuosas. Como substratos apropiados pueden citarse los poliésteres aromáticos lineales, el hemipenta-acetato de celulosa, el triacetato de celulosa y las poliamidas sintéticas.

La tintura y la estampación pueden realizarse según métodos conocidos, por ejemplo mediante el procedimiento descrito en la Patente francesa N^o 1,445,371.

Como sabido, algunos colorantes de dispersión existen en la forma inestable al calor lo que tiene la desventaja de que no suban sobre la fibra originando, por lo tanto, tinturas no uniformes con solideces débiles al frote y al lavado y, asimismo, causando dificultades especiales en la tintura de bobinas cruzadas. Tales colorantes pueden convertirse en la forma termoestable mediante tratamiento térmico. Sin embargo, con las preparaciones de colorantes preparadas a partir de las mezclas según la presente invención, no se producen los inconvenientes arriba mencionados pudiéndose prescindir, por lo tanto, de la conversión ulterior, por ejemplo el tratamiento térmico.

En adición, las mezclas según la invención se caracterizan por una buena estabilidad de dispersión y un buen poder de subida y proporcionan tinturas con buenas solideces al frote y al mojado.

Los Ejemplos siguientes tienen el objeto de ilustrar la invención más detalladamente. En los Ejemplos, todas las partes se entienen en peso, a menos que se den otras indicaciones, y todas las temperaturas están indicadas en grados Celsius.

EJEMPLO 1

Se introducen, agitando, 17,3 partes de 2-cloro-4-nitro-anilina en una mezcla de 44 partes de ácido clorhídrico concentrado y de 100 partes de agua y se continúa agitando el conjunto durante la noche. Después de la adición de 60 partes de hielo, se añade, por gotéo, por espacio de 30 minutos a 0 - 3°, una solución de 6,9 partes de nitrito de sodio en 25 partes de agua. Al cabo de 2 horas y media, la diazoación está terminada. Se filtra, a fin de eliminar algo del producto sin disolver, y a la solución de la sal del diazonio límpida, se le añade, por gotas, en 45 minutos a 0 - 3°, una mezcla que se compone de 11,6 partes de N-(2'-acetoxietil)-N-(2'-cianoetil)-aminobenceno, de 12,3 partes de N-(2'-actoxipropil)-N-(2'-cianoetil)-aminobenceno y de 20 partes de ácido acético. Para completar la reacción de copulación, se añaden 50 partes de acetato de sodio. Se filtra la mezcla de colorantes que ha precipitado, se lava con 4000 partes de agua y se seca.

La mezcla de colorantes puede transformarse, sin conversión en la forma termoestable, en una preparación tintórea según métodos conocidos mediante adición de un agente de dispersión, por ejemplo un ligninasulfonato de comercio. La preparación de tintura así preparada tiene buena estabilidad de dispersión.

EJEMPLO 2

Se añaden, a 5 - 10°, 16,3 partes de 2-ciano-4-nitroanilina a 100 partes de ácido sulfúrico (95%). Seguidamente se añaden por gotas, a la misma temperatura, 32 partes (40%) de ácido nitrosilsulfúrico y se agita el conjunto por espacio de tres horas. La solución de la sal del diazonio así obtenida se vierte sobre una mezcla de 300 partes de hielo y de 100 partes de agua. Se separa el producto sin disolver por filtración y a la solución límpida se le añade, gota a gota, a 0 - 3°, una mezcla de 11,6 partes de N-(2'-acetoxietil)-N-(2'-cianoetil)-aminobenceno, de 12,3 partes de N-(2'-acetoxipropil)-N-(2'-cianoetil)-aminobenceno y de 30 partes de ácido acéti-

co. Al cabo de 3 horas, se filtra la mezcla de colorantes que ha precipitado, se la lava hasta quedar libre de ácido y se la seca. Las preparaciones tintóreas preparadas a partir de la mezcla de colorantes, sin conversión, poseen buena estabilidad de dispersión.

5 . EJEMPLO 3

A la solución límpida de la sal del diazonio preparada según descrito en el Ejemplo 2 anterior, se le añade, por gotas, a 0 - 3°, una mezcla de 16,2 partes de N-(2'-acetoxietil)-N-(2'-cianoetil)aminobenceno, de 7,4 partes de N-(2'-acetoxipropil)-N-(2'-cianoetil)aminobenceno y de 30 partes de ácido acético. Se filtra la mezcla de colorantes precipitada y se la lava hasta quedar libre de ácido. La torta de prensado se introduce seguidamente en 300 partes de agua, con agitación. La suspensión homogénea obtenida se introduce en un autoclave de acero y se la agita por espacio de 3 horas a 105 - 110°. Después de enfriar y de filtrar, se obtiene una mezcla de colorantes termoestable que puede transformarse en preparaciones tintóreas adecuadas.

EJEMPLO 4

A la solución límpida de la sal del diazonio preparada según descrito en el Ejemplo 1 más arriba, se le añade, por gotas, por espacio de 45 minutos, a 0 - 3°, una mezcla que consta de 18,6 partes de N-(2'-acetoxietil)-N-(2'-cianoetil)aminobenceno, de 4,9 partes de N-(2'-acetoxipropil)-N-(2'-cianoetil)aminobenceno y de 20 partes de ácido acético. Para completar la reacción de copulación, se añaden 50 partes de acetato de sodio. La mezcla de colorantes que ha precipitado se filtra, se lava con 4000 partes de agua y se seca bajo presión reducida a 100 - 105° por espacio de 48 horas, como mínimo.

Se somete la mezcla de colorantes a un tratamiento térmico a fin de convertirla en la forma termoestable y luego se la transforma en una excelente preparación tintórea finamente dispersada.

EJEMPLO 5

Se añaden en porciones, a 60 - 70°, agitando enérgicamente, 69 partes de nitrito de sodio a 1200 partes de ácido sulfúrico concentrado. Después de continuar agitando durante otros 10 minutos, se enfría la mezcla a 30° y se le añaden 207 partes de 2,6-dicloro-4-nitroanilina. Al cabo de 3 horas, la diazoación está completada. Se vierte la solución amarillo-parda sobre una mezcla de 3400 partes de hielo y de 2500 partes de agua. A la solución acuosa de la sal del diazonio así obtenida, se le añade, gota a gota, con agitación a 0 - 5°, una mezcla de 116 partes de N-(2'-acetoxietil)-N-(2'-cianoetil)aminobenceno, de 123 partes de N-(2'-acetoxipropil)-N-(2'-cianoetil)aminobenceno y de 200 partes de ácido acético. La mezcla de colorantes que ha precipitado se filtra, se lava hasta quedar libre de ácido, se seca y luego se la transforma según métodos conocidos, sin conversión en las formas termoestables, en una dispersión fina mediante adición de ligninasulfonato. La preparación tintórea así obtenida se caracteriza por una excelente estabilidad de dispersión combinada con un buen poder de subida sobre un sustrato de poliéster.

EJEMPLO 6

A la solución de la sal del diazonio preparada según el Ejemplo 5 anterior, se le añade, gota a gota, a 0 - 5°, una mezcla que se constituye de 46 partes de N-(2'-acetoxietil)-N-(2'-cianoetil)aminobenceno, de 197 partes de N-(2'-acetoxipropil)-N-(2'-cianoetil)aminobenceno y de 200 partes de ácido acético. El colorante que ha precipitado se filtra y se lava hasta quedar exento de ácido. Se obtiene una mezcla de colorantes de dispersión estable la cual, sin ser convertida en la forma termoestable, proporciona tinturas satisfactorias.

EJEMPLO 7

En un autoclave libre de oxígeno por haber pasado antes

una corriente de nitrógeno, se introducen 600 partes de agua y 194 partes de 1-acetilamino-4-etoxi-3-aminobenceno. Se calienta el conjunto a 55° y luego se hace reaccionar la amina durante 2 horas con una mezcla que consta de 52,8 partes de óxido de etileno y de 69,6 partes de óxido de propileno, con lo cual la temperatura sube a 62°. Después de haber agitado la mezcla por espacio de 6 horas a 60°, se la enfría a 5°. Se elimina el exceso de óxido de etileno y de óxido de propileno mediante una bomba con chorro de agua y luego se pasa nitrógeno. Se abre el autoclave y el producto precipitado cristalino se lava con una pequeña cantidad de agua fría y se seca a 60° bajo presión reducida.

Se disuelven 148 partes del producto seco arriba obtenido en 150 partes de ácido acético glacial y se le añaden, gota a gota, por espacio de 1 hora a 80 - 90°, 122 partes de anhídrido de ácido acético. Seguidamente se calienta la mezcla a 110° y se la agita durante 3 horas a esta temperatura hasta que no se detecten huellas de materia sin esterificar (cromatografía de capa fina). La mezcla de componentes de copulación se enfría a temperatura ambiente.

Se añaden, con agitación enérgica, a 60 - 70°, 31,1 partes de nitrito de sodio a 540 partes de ácido sulfúrico concentrado. Después de haber agitado la mezcla durante otros 10 minutos a 60°, se la enfría a 10° y se le añaden 117,9 partes de 2-bromo-4,6-dinitroanilina. Al cabo de 3 horas, la diazoación está completada. Se añade la solución del diazonio a una mezcla del total de componente de copulación arriba obtenido, de 450 partes de ácido acético glacial, de 3000 partes de hielo y de 9 partes de ácido aminosulfónico a una temperatura de -5 a +2° por espacio de 30 a 40 minutos. El colorante precipita rápidamente y la solución se agita a 0 - 2° hasta que no puedan detectarse más huellas del compuesto diazo: Se ajusta la suspensión de colorante a pH 6 - 7 por adición de una solución de hidróxido de sodio al 30%. Seguidamente se calienta la solución a 85° durante una hora y se la mantiene a esta temperatura durante otra hora, tiempo después del cual se calienta la solución a 90° y se la agita durante una hora más con lo cual se consigue

la conversión de los componentes de colorante en la forma termo- estable. Luego se filtra el colorante, se lo lava con 5000 partes de agua caliente y se lo seca a 80° bajo presión reducida.

EJEMPLO 8 (D Preparación de una dispersión)

5 Se molturan, en un matraz, 78 partes de la mezcla de colo-
rantes preparada según el Ejemplo 7 anterior y 222 partes de un
agente de dispersión de ligninasulfonato comercial en 100 a 150
partes de agua con 800 partes en volumen de perlas de cuarzo de
silicio por espacio de 6 horas (2000-2500 revoluciones por minuto).
10 Se diluye el conjunto con 300 partes de agua y luego se filtra con
succión. Cualquier colorante y/o agente de dispersión restante en
las perlas se aclara en el recipiente con una pequeña cantidad de
agua. Se ajusta la dispersión a pH 6 - 6,5 con ácido fosfórico y se
la seca por atomizador (aire caliente a 130°).

15 EJEMPLO 9

Preparación del colorante A

En la solución de la sal del diazonio preparada según des-
crito en el Ejemplo 5 anterior se vierten, a 0 - 5°, 232 partes
de N-(2'-acetoxietil)-N-(2'-cianoetil)aminobenceno y 200 partes de
20 ácido acético. El colorante precipitado se filtra, se lava hasta
quedar libre de ácido y se seca.

Preparación del colorante B

Se copula la solución de la sal del diazonio del Ejemplo 5
con 246 partes de N-(2'-acetoxipropil)-N-(2'-cianoetil)aminobenceno
25 en 200 partes de ácido acético. Se filtra el colorante, se lo lava y
se lo seca.

Preparación de una Formulación Tintórea

Operando según descrito más arriba bajo D, se molturan.

22,2 partes del colorante A y 70,8 partes del colorante B con 207 partes de ligninasulfonato y luego se seca. El producto pulverizado así obtenido tiene notable estabilidad de dispersión.

5 Operando según los procedimientos descritos en los Ejemplos anteriores, se pueden preparar las mezclas indicadas en la Tabla siguiente.

T A B L A

Ej. N°	Formula general	Componente primero, No1 %	Componente segundo, No1 %	Componente tercero, No1 %	Matiz sobre poliéster
10		X = H	X = CH ₃	-	azul
11		X ₁ = H X ₂ = H	X ₁ = CH ₃ X ₂ = CH ₃	X ₁ = H X ₂ = CH ₃ ca. 50	pardo
12		X = H	X = CH ₃	-	azul
13		X = H	X = CH ₃	-	anaranjado

Ej. Nº	Formula General	Componente primero Mol %	Componente segundo Mol %	Componente tercero Mol %	Matiz sobre poliéster
14		X = H 70	X = CH ₃ 30	-	pardo amarillo
15		X = H 55	X = CH ₃ 45	-	azul
16		X ₁ = H X ₂ = H ca. 25	X ₁ = CH ₃ X ₂ = CH ₃ ca. 25	X ₁ = CH ₃ X ₂ = H ca. 50	escarlata
17		X = H 50	X = CH ₃ 50	-	anaranjado
18		X ₁ = H X ₂ = H ca. 25	X ₁ = CH ₃ X ₂ = CH ₃ ca. 25	X ₁ = H X ₂ = CH ₃ ca. 50	pardo amarillo

Ej. nº	Formula general	Componente primero Mol %	Componente segundo Mol %	Componente tercero Mol %	Matiz sobre políéster
19		$X_1 = H$ $X_2 = H$	$X_1 = CH_3$ $X_2 = CH_3$	$X_1 = H$ $X_2 = CH_3$	pardo amarillo
20		$X_1 = H$ $X_2 = H$	$X_1 = CH_3$ $X_2 = CH_3$	$X_1 = H$ $X_2 = CH_3$	azul
21		$X_1 = H$ $X_2 = H$	$X_1 = CH_3$ $X_2 = CH_3$	$X_1 = H$ $X_2 = CH_3$	rojo
22		$X_1 = H$ $X_2 = H$	$X_1 = CH_3$ $X_2 = CH_3$	$X_1 = H$ $X_2 = CH_3$	escarlata
23		$X_1 = H$ $X_2 = H$	$X_1 = CH_3$ $X_2 = CH_3$	$X_1 = H$ $X_2 = CH_3$	rojo

Ej. Nº	Fórmula general	Componente primero : Mol %	Componente segundo : Mol %	Componente tercero : Mol %	Matiz sobre poliéster
24		X = H	X = CH ₃	-	rojo
25		X = H	X = CH ₃	-	rojo
26		X = H	X = CH ₃	-	rubí
27		X = H	X = CH ₃	-	rojo
28		X = H	X = CH ₃	-	rojo

Ej. N°	Fórmula general	Componente primero Mol %	Componente segundo Mol %	Componente tercero Mol %	Matiz sobre poliéster
29		X = H	X = CH ₃	-	Violeta rojizo
30		X ₁ = H X ₂ = H	X ₁ = CH ₃ X ₂ = CH ₃	X ₁ = H X ₂ = CH ₃	azul
31		X = H	X = CH ₃	-	escarlata
32		X ₁ = H X ₂ = H	X ₁ = CH ₃ X ₂ = CH ₃	X ₁ = H X ₂ = CH ₃	rojo
33		X ₁ = H X ₂ = H	X ₁ = CH ₃ X ₂ = CH ₃	X ₁ = H X ₂ = CH ₃	pardo amarillo

Ej. N°	Fórmula general	Componente primero Mol %	Componente segundo Mol %	Componente tercero Mol %	Matiz sobre poliéster
34		X = H 50	X = CH ₃ 50		rojo
35		X ₁ = H X ₂ = H ca.25	X ₁ = CH ₃ X ₂ = CH ₃ ca.25	X ₁ = H X ₂ = CH ₃ ca.50	rubí
36		X = H 50	X = CH ₃ 50		azul rojizo
37		X ₁ = H X ₂ = H ca.25	X ₁ = CH ₃ X ₂ = CH ₃ ca.25	X ₁ = H X ₂ = CH ₃ ca.50	escarlata
38		X = H 70	X = CH ₃ 30		rojo

Ej. No	Formula general	Componente primero : Mol %	Componente segundo : Mol %	Componente tercero : Mol %	Matiz sobre políester
43		X = H	X = CH ₃	-	escarlata
44		X ₁ = H X ₂ = H	X ₁ = CH ₃ X ₂ = CH ₃	ca. 50	azul
45		X ₁ = H X ₂ = H	X ₁ = CH ₃ X ₂ = CH ₃	ca. 50	pardo
46		X = H	X = CH ₃	-	rojo
47		X = H	X = -CH ₃	-	pardo

Ej. N°	Formula general	Componente		Componente tercero	Matiz sobre poliéster	
		primero	Mol %			segundo
48		X = H	20	X = CH ₃	80	escarlata
49		X = H	65	X = CH ₃	35	pardo-amarillo
50		X = H	35	X = CH ₃	65	azul
51		X = H	50	X = CH ₃	50	azul
52		X = H	15	X = CH ₃	85	pardo-amarillo
53		X = H	80	X = CH ₃	20	rubí

Ej. N°	Formula general	Componente tercero	Componente segundo	Componente primero	Matiz sobre poliéster
54		X = H	X = CH ₃	-	amaranjado
55		X = H	X = CH ₃	-	azul
56		X ₁ = H X ₂ = H	X ₁ = CH ₃ X ₂ = CH ₃	ca. 50	rubí
57		X = H	X = CH ₃	-	escarlata

EJEMPLO DE APLICACION A

Preparación tintórea II

5 Se molturan 93 partes del colorante A anterior con 207 partes de ligninasulfonato de acuerdo con lo descrito en D más arriba.

Preparación tintórea III

Se molturan 93 partes del colorante B anterior con 207 partes de lininasulfonato según descrito más arriba bajo D.

10 Se humedecen previamente durante 5 minutos a 60° 1000 partes de un textil de poliéster con 30 partes de sulfato de amonio disuelto en 14 litros de agua y ajustado a un pH 5 con ácido fórmico al 85%. Seguidamente se añaden 31,6 partes de la preparación tintórea II y 8,4 partes de la preparación tintórea III dispersados en 1 litro de agua. Se calienta el baño de tintura así preparado
15 a 130° por espacio de 30 minutos y se tiñe durante 60 minutos. Se enfría el baño de tintura a 80°, se recoge el substrato, se lo aclara y se lo seca. Se obtiene así una tintura parda amarilla uniforme, con solidez al frote.

EJEMPLO DE APLICACION B

20 Se introducen, agitando, 3 partes de la preparación D arriba descrita en 4000 partes de agua a 60°. Se añaden 20 partes de ortofenilfenol y con este baño tintóreo se tiñen 100 partes de fibras de poliéster durante 1 hora a 98°. Después de enfriar, aclarar, enjabonar y secar, se obtiene una tintura azul con buenas solídecas.

25 EJEMPLO DE APLICACION C

Se molturan en un molino de bolas por espacio de 48 horas a fin de obtener un polvo fino 7 partes de la mezcla preparada de acuerdo con el Ejemplo 1 con 4 partes de dinaftilmetanosulfonato

de sodio, 4 partes de cetilsulfato de sodio y 5 partes de sulfato de sodio anhidro.

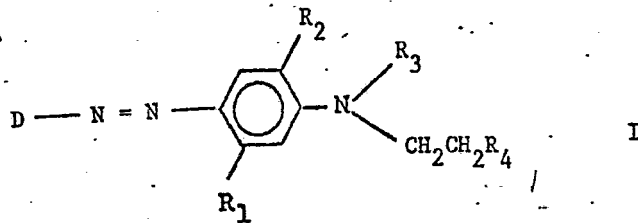
5 Se empasta 1 parte de esta preparación tintórea con una pequeña cantidad de agua y la suspensión se añade a un baño de tinctura que contiene 3 partes de laurilsulfato de sodio en 4000 partes de agua. En el baño se introducen, a 40 - 50°, 100 partes de un sustrato de poliéster escurrido (relación de baño 40 : 1), se añaden 20 partes de clorobenceno, se lleva lentamente el baño a 100° y se tiñe durante 1 a 2 horas a 95 - 100°. El sustrato teñido se lava, se enjabona, se lava de nuevo y se seca. Se obtiene así una tintura roja uniforme con buenas solideces.

10

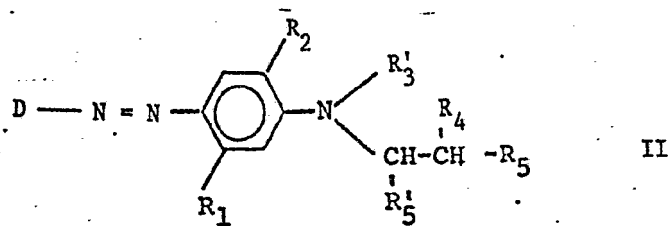
Operando según los procedimientos arriba descritos, se pueden utilizar las mezclas de colorantes de los Ejemplos 2 a 57 para la tinctura de fibras de poliéster.

REIVINDICACIONES

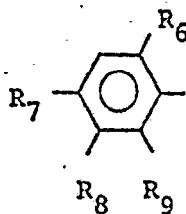
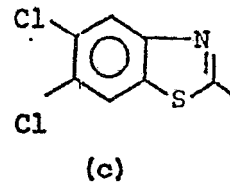
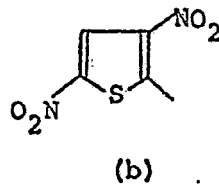
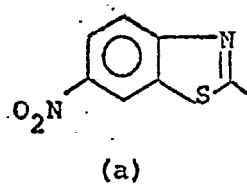
1. Procedimiento para la preparación de colorantes de dispersión que contiene por lo menos un compuesto de fórmula I,



5 y por lo menos un compuesto de fórmula II



en donde D significa un radical de fórmula (a), (b), (c) o (d)



- 5 en donde R_1 significa hidrógeno, metilo, metoxi, etoxi, formilamino, alquil(C_1-C_4)carbonilamino, alquil(C_1-C_2)carbonilamino monosustituído por un sustituyente elegido entre hidroxí, cloro, bromo, ciano, fenilo, alcoxi (C_1-C_3) y fenoxi, alcoxi(C_1-C_4)carbonilamino, etoxicarbonilamino monosustituído por un sustituyente elegido entre hidroxí, alcoxi- (C_1-C_3) y alcoxi(C_1-C_2)etoxi, benzoilamino o alquil(C_1-C_2)sulfonilamino,
- 10 R_2 significa hidrógeno, metilo, alcoxi(C_1-C_2), alcoxi(C_1-C_2)etoxi o alcoxi (C_1-C_2) monosustituído por un sustituyente elegido entre cloro, bromo, ciano y fenilo,
- 15 R_3 significa hidrógeno, alquilo (C_1-C_4) lineal, alqueno (C_2-C_3), alquilo (C_2-C_3) lineal monosustituído por un sustituyente elegido entre alcoxi (C_1-C_2), ciano, formiloxi, alquil(C_1-C_4)carboniloxi, alcoxi(C_1-C_3)-carbonilo, benzoiloxi y alcoxi(C_1-C_3)carboniloxi,
- 20 R_3' tiene una de las significaciones de R_3 pero en donde los radicales alquilo y alquilo sustituido son lineales o ramificados,
- 25 R_4 significa formiloxi, alquil(C_1-C_4)carboniloxi, benzoiloxi, fenoxiacetoxi, alcoxi(C_1-C_4)carboniloxi, alcoxi(C_1-C_4)carbonilo, alcoxi(C_1-C_2)etoxicarbonilo, alcoxi(C_1-C_2)-etoxicarboniloxi, alcoxi(C_1-C_2)alquil(C_1-C_2)carboniloxi, mono- b dialquil(C_1-C_4)-aminocarboniloxi o fenilaminocarboniloxi
- 30 cuyo núcleo bencénico eventualmente está

substituído por uno o dos substituyentes elegidos entre cloro, bromo, metilo y metoxi,

una de R_5 y R'_5 significa hidrógeno y la otra representa metilo,

R_6 significa hidrógeno, cloro, bromo, yodo, nitro o ciano,

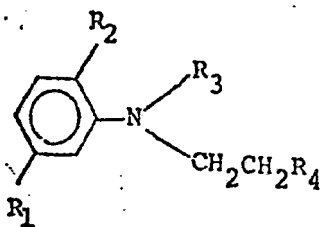
R_7 significa nitro, alquil(C_1-C_2)sulfonilo, aminosulfonilo, mono- o dialquil(C_1-C_2)amino-sulfonilo o fenilazo cuyo ciclo bencénico eventualmente está substituído por uno, dos o tres substituyentes elegidos entre metilo, metoxi, cloro, bromo y nitro,

R_8 significa hidrógeno, cloro o bromo,

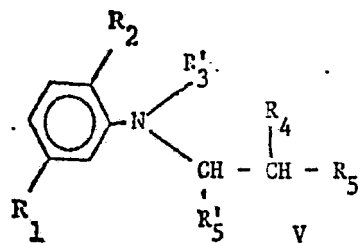
R_9 significa hidrógeno, cloro, bromo, yodo, ciano o alquil(C_1-C_2)sulfonilo, con la condición de que uno de los símbolos R_8 y R_9 signifique hidrógeno,

siendo que en tales mezclas los símbolos D, R_1 , R_2 y R_4 en el compuesto de fórmula I son idénticos a los respectivos símbolos en el compuesto de fórmula II,

caracterizándose el procedimiento por someter a reacción de copulación la sal de diazonio de una amina de fórmula D-NH₂ con por lo menos un compuesto de fórmula IV y por lo menos un compuesto de fórmula V,



IV



V

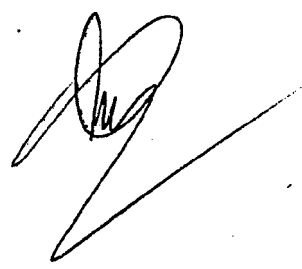
estando presentes por lo menos un 15% molar de un compuesto de fórmula IV y por lo menos un 15% molar de un compuesto de fórmula V.

1 2. Se reivindica por último como objeto sobre
el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita
por: PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES DE DIS-
PERSION.

5 Todo conforme queda descrito y reivindicado en
la presente memoria descriptiva que consta de veintinueve pá-
ginas mecanografiadas.

Madrid, 18 de septiembre 1.979
BERNARDO UNGRIA
p.p.

10



15

20

25