

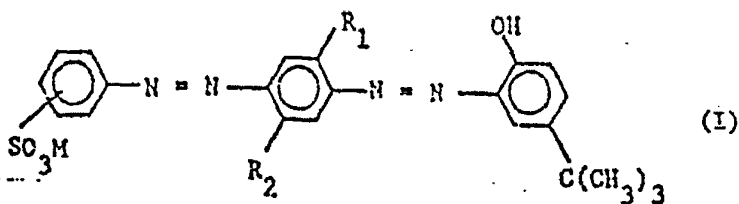
| | | |
|---------|---|---------|
| (19) ES | (11) NUMERO 509.611 | (10) A3 |
| | (21) FECHA DE PRESENTACION 15-2-1982 | |

PATENTE DE INTRODUCCION

| | |
|---|--|
| (47) FECHA DE PUBLICIDAD | (51) CLASIFICACION INTERNACIONAL C09B 3/047 |
| (64) TITULO DE LA INVENCIÓN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR NUEVOS COMPUESTOS DISAZOICOS. | |
| (56) PATENTE EXTRANJERA U OTRA FUENTE DE INFORMACION Patente belga No. 868.292 de 2 ^o de diciembre de 1.978 | |
| (71) SOLICITANTE (S) SANDOZ, A.G. | |
| DOMICILIO DEL SOLICITANTE CH-4002 Basilea Suiza. | |
| (72) INVENTOR (ES) | |
| (73) TITULAR (ES) | |
| (74) REPRESENTANTE D. JOSE MIGUEL GOMEZ-ACEBO Y POMBO. | |

La presente invención tiene por objeto un procedimiento para preparar nuevos compuestos disazoicos, de utilidad como colorantes para la tintura o la estampación de substratos susceptibles de ser teñidos con colorantes aniónicos.

5 El procedimiento de la invención proporciona particularmente compuestos disazóicos que tienen la fórmula I



en la que

R_1 y R_2 representan cada una, independientemente una de otra, un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo o alcoxi que contienen de 1 a 4 átomos de carbono, y

10

M significa un átomo de hidrógeno o el equivalente de un catión no cromofórico,

el resto $-SO_3M$ hallándose en una posición meta o para con relación al grupo azo.

15

Cuando R_1 y/o R_2 representan un grupo alquilo, se trata de preferencia de un grupo metilo o etilo, de preferencia de un grupo metilo. Cuando R_1 y/o R_2 representan un grupo alcoxi, se trata de preferencia de un grupo metoxi o etoxi, de preferencia de un grupo metoxi.

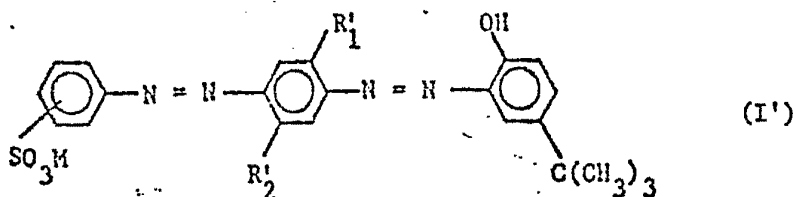
20

El sustituyente R_1 significa de preferencia R_1' , este símbolo R_1' representando un átomo de hidrógeno o un grupo metoxi.

El sustituyente R_2 significa de preferencia R_2' , este símbolo R_2' representando un átomo de hidrógeno o un grupo metilo o un grupo metoxi, en particular un átomo de hidrógeno.

25

Entre los compuestos de fórmula I, los compuestos preferidos son los que tienen la fórmula I'



en la que

M, R_1' y R_2' tienen las significaciones ya definidas, el resto $-SO_3M$ estando situado en la posición meta o para con relación al grupo azo.

5 Los compuestos de fórmula I' preferidos son los en los que por lo menos uno de los símbolos R_1' y R_2' representa un átomo de hidrógeno, más particularmente aquéllos en los que R_1' y R_2' significan, cada una, un átomo de hidrógeno.

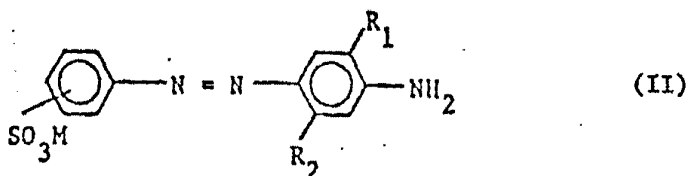
10 Cuando M representa el equivalente de un catión, se trata de uno de los cationes habitualmente presentes en las sales de colorantes aniónicos. La naturaleza del catión M no es determinante y M puede representar por ejemplo un catión de metal alcalino, el catión amonio o un catión amonio substituído que tiene la fórmula $N^+(R_3)_4$ en la que los símbolos R_3 representan, cada uno, independientemente unos de otros, un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono o un grupo 2-, 3- o 4-hidroalquilo en el que el resto alquilo contiene de 2 a 4 átomos de carbono. Los cationes inestables tales como el catión tetraalcanolamonio, están excluidos.

20 Como cationes M apropiados, se pueden citar por ejemplo los cationes del litio, del sodio o del potasio, el catión amonio, y los cationes mono-, di-, tri- y tetrametilamonio, trietilamonio, mono-, di- y trietanolamonio y mono-, di- y triisopropanolamonio. Los cationes M preferidos son los cationes de metales alcalinos, en particular el sodio.

25

La presente invención abarca, asimismo, las mezclas de los compuestos de fórmula I.

De acuerdo con el procedimiento de la invención, para preparar los compuestos de fórmula I y sus mezclas se copula el diazoico de una o de varias aminas de fórmula II



en la que M, R₁ y R₂ tienen las significaciones arriba definidas, el resto -SO₃M hallándose en la posición meta o para con relación al grupo azo, con p-butil terc.-fenol.

La copulación se efectúa de acuerdo con métodos conocidos, ventajosamente en medio alcalino.

Los compuestos de fórmula I pueden aislarse seguidamente y purificarse según métodos conocidos. De una manera general, se obtienen los compuestos de fórmula I en forma de sales. En caso dado, se pueden convertir dichas sales en ácidos libres o en otras sales, procediendo de acuerdo con métodos conocidos.

La diazoación de las aminas de fórmula II puede efectuarse según métodos habituales. Las aminas de fórmula II son conocidas o pueden prepararse de acuerdo con métodos conocidos, a partir de productos conocidos.

Los compuestos de fórmula I y sus mezclas pueden utilizarse como colorantes para la tintura, el fulardado o la estampación de substratos susceptibles de ser teñidos con colorantes aniónicos. Como ejemplos de tales substratos, se pueden citar las poliamidas naturales y sintéticas, los poliuretanos, las poliolefinas modificadas por grupos básicos y el cuero. Los substratos particularmente apropiados son los substratos textiles que se con-

stituyen, totalmente o en parte, de poliamidas naturales o sintéticas tales como la lana, la seda o, en particular, el nylon. Los nuevos colorantes son particularmente indicados para la estampación de alfombras.

5 Los compuestos de fórmula I y sus mezclas pueden utilizarse tales cuales o en forma de una preparación tintórea estable, líquida o sólida. Para transformar los compuestos disazoicos de fórmula I en preparaciones tintóreas líquidas, por ejemplo en forma de preparaciones concentradas acuosas, o en preparaciones tintóreas sólidas, se procede de acuerdo con métodos conocidos, por ejemplo mediante disolución de los colorantes en disolventes apropiados como el agua, eventualmente con adición de auxiliares habituales tales como los agentes solubilizantes, como por ejemplo la urea, o mediante molturación o granulación. Tales preparaciones tintóreas pueden obtenerse, por ejemplo, según descrito en las patentes francesas N^{os} 1 572 030 y 1 581 900.

20 Los nuevos colorantes disazoicos de fórmula I y sus mezclas pueden transformarse, asimismo, en preparaciones tintóreas dispersables en agua fría. Se moltura el o los colorantes, en estado húmedo o seco, en presencia de uno o de varios agentes de dispersión aniónicos usuales y eventualmente otros aditivos habituales, luego se seca esta mezcla por pulverización. Las preparaciones de tintura así obtenidas ofrecen finas dispersiones en agua fría, y de este modo su manipulación queda facilitada.

25 En ciertos casos, cuando el colorante es soluble o dispersable en agua fría, se puede evitar la utilización de un agente de dispersión, obteniendo, sin embargo, un resultado idéntico al logrado con una preparación tintórea dispersable en agua fría; en este caso, se utilizará el colorante mezclándolo sencillamente con un agente de copaje habitual.

30 La tintura con los compuestos de la invención se puede realizar según métodos conocidos, por ejemplo según el procedimiento por fulardado o por agotamiento. Los nuevos compuestos

de fórmula I y sus mezclas son particularmente apropiados para la tintura por agotamiento en medio neutro ya que presentan un buen poder de subida en medio neutro. Están, asimismo, indicados para la tintura por "espaciado" (Space-dyeing).

5 La estampación con los nuevos colorantes puede efectuarse según los métodos habituales.

Los compuestos disazoicos de fórmula I y sus mezclas tienen buena solubilidad en agua y presentan un buen poder de subida.

10 Las tinturas y las estampaciones obtenidas con los nuevos colorantes poseen buenas solidez generales, en particular al frote, a la luz y al mojado, en especial al lavado, al agua y al sudor; proporcionan tinturas uniformes, en particular sobre el nylon rayado.

15 Los compuestos disazoicos de fórmula I y sus mezclas pueden utilizarse en asociación con otros colorantes con propiedades tintóreas idénticas. Las tinturas así conseguidas poseen las mismas buenas propiedades como las citadas. Además, dichas tinturas no presentan ningún viraje catalítico.

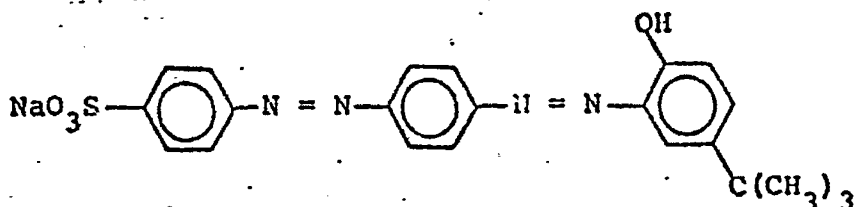
20 La invención comprende, asimismo, las materias textiles, en particular las poliamidas naturales y sintéticas, los poliuretanos, las poliolefinas modificadas por grupos básicos y el cuero, teñidos, fulardados o estampados con ayuda de uno por lo menos de los compuestos disazoicos de fórmula I.

25 Los ejemplos siguientes ilustran la presente invención sin limitar de modo alguno el alcance de la misma. Las partes se entienden en peso y los grados están indicados en grados centígrados.

Ejemplo 1

Se disuelven, a 35-40° y a pH 9-10, 27,7 partes de ácido 4-amino-1,1'-azobenceno-4'-sulfónico en 200 partes de agua, con adición simultánea de una solución acuosa al 30% de hidróxido de sodio. Después de la adición de 6,9 partes de nitrito de sodio disuelto en 25 partes de agua, se añade gota a gota, por espacio de 15 minutos y a 0-5°, una mezcla formada de 35 partes de ácido clorhídrico al 30%, de 50 partes de agua y de 100 partes de hielo.

Se disuelven 15,2 partes de p-butil terc.-fenol en 100 partes de acetona y 200 partes de agua en presencia de una solución al 30% de hidróxido de sodio y se enfría el conjunto a 0-4°. A esta mezcla se le añade gota a gota, por espacio de 30 minutos, la suspensión del diazoico arriba preparada, manteniendo el pH entre 8,5 y 9 mediante adición de una solución al 10% de hidróxido de sodio. Después de haber agitado esta mezcla durante una hora, se la acidifica y se precipita el producto de la reacción mediante adición de cloruro de sodio. Se filtra seguidamente el producto que ha precipitado, se lo lava con una solución al 10% de cloruro de sodio y se lo seca. El colorante así obtenido tiene la fórmula



Tiñe la lana, así como las poliamidas sintéticas en matices amarillos puros. Las tinturas presentan buenas solideces a la luz y al mojado.

Procediendo tal como descrito en el ejemplo 1, se pueden preparar los compuestos de fórmula I especificados en la tabla más adelante; estos compuestos se presentan en forma de sales de sodio. Las tinturas obtenidas con estos colorantes poseen buenas solideces a la luz y al mojado.

T A B L A

| Ej. | R ₁ | R ₂ | Posición del grupo SO ₃ N _a | Matiz sobre poliamida |
|-----|------------------|------------------|--|--------------------------|
| 2 | H | H | 3 | amarillo |
| 3 | OCH ₃ | H | 3 | " |
| 4 | " | H | 4 | " |
| 5 | " | CH ₃ | 4 | anaranjado pardo |
| 6 | " | " | 3 | " " |
| 7 | " | OCH ₃ | 4 | rojo tirando al pardo |
| 8 | " | " | 3 | " " |

Ejemplo de aplicación A

En un baño de tintura que se constituye de 4000 partes de agua, de 10 partes de sulfato de sodio anhidro y de 2 partes del colorante del ejemplo 1, se introducen, a 40°, 100 partes de un tejido de poliamida sintética previamente remojado, por ejemplo nylon 66. Se lleva la temperatura del baño de tintura a ebullición por espacio de 30 minutos, se mantiene el baño a esta temperatura durante una hora, se añaden 4 partes de ácido acético glacial y se termina la tintura calentando durante otros 30 minutos a ebullición. Durante la operación de tintura, se reemplaza continuamente el agua que se pierde por evaporación. Seguidamente se recoge el tejido de nylon del baño, se lo enjuaga con agua y se lo seca. Se obtiene así una tintura amarilla. Según el mismo procedimiento se puede teñir también lana.

Procediendo de manera análoga, se puede teñir igualmente nylon o lana utilizando los colorantes de los ejemplos 2 a 8, o una mezcla de dos o de varios colorantes de los ejemplos 1 a 8. Las tinturas obtenidas presentan buenas solidez al mojado y a la luz.

Ejemplo de aplicación B

Se estampa un tejido de poliamida con una pasta de estampación que tiene la composición siguiente:

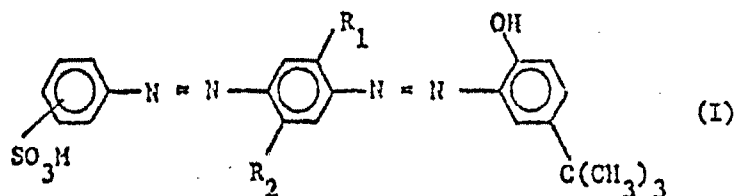
- 5 30 partes del colorante del ejemplo 1,
- 50 partes de urea,
- 50 partes de un solubilizante (por ejemplo tiodietileno-
 glicol),
- 300 partes de agua,
- 10 500 partes de un espesante apropiado (por ejemplo a base de
 harina de semilla de algarrobo),
- 60 partes de un generador de ácido (por ejemplo tartrato
 de amonio), y
- 60 partes de tiourea.

15 Se trata seguidamente el textil así estampado durante
40 minutos a 102° con vapor saturado. Se enjuaga luego el tejido
con agua fría, se lo lava a 60° con una solución diluída de un
detergente del comercio y se lo enjuaga de nuevo con agua fría.
Se obtiene así un estampado amarillo tirando al rojo que presen-
ta una buena solidez a la luz y al mojado.

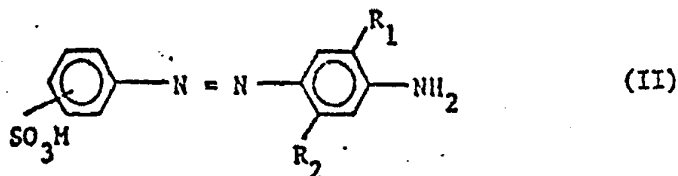
20 Procediendo de manera análoga, se pueden preparar,
asimismo, pastas de estampación que contienen los colorantes de
los ejemplos 1 a 8. Con estas pastas, se puede estampar según el
procedimiento arriba descrito.

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para preparar nuevos compuestos disazoicos, de fórmula I



en la que R_1 y R_2 representan cada una, independientemente una de otra, un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo o alcoxi que contienen de 1 a 4 átomos de carbono, y M significa un átomo de hidrógeno o el equivalente de un catión no cromofórico, hallándose el resto $-SO_3M$ en la posición meta o para con relación al grupo azo; y sus mezclas; caracterizado porque se copula el diazoico de una o de varias aminas de fórmula II



en la que M, R_1 y R_2 tienen las significaciones ya indicadas, hallándose el resto $-SO_3M$ en la posición meta o para con relación al grupo azo, con p-butil-terc.-fenol.

2.- Procedimiento para preparar nuevos compuestos disazoicos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 10 hojas escritas a
máquina por una sola cara.

Madrid, 15 DIC. 1982

SANDOZ, A.G.

J. M. GONZÁLEZ AGUIRRE Y CAJAL

u. n. Firmado: J. Suarez Diaz

