

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 1^{er} août 1983.

③0 Priorité DE, 6 août 1982, n° P 32 29 392.5.

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPi « Brevets » n° 6 du 10 février 1984.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés :

⑦1 Demandeur(s) : Société dite : SANDOZ S.A., société par
actions. — CH.

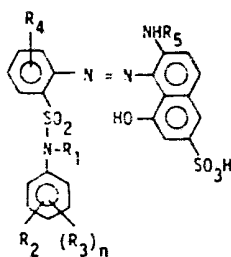
⑦2 Inventeur(s) : François Benguerel.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : Sandoz-Huningue S.A.

⑤4 Nouveaux composés monoazoïques, leur préparation et leur utilisation comme colorants.

⑤7 L'invention concerne les colorants monoazoïques de for-
mule :



R₁ et le groupe phényle éventuellement substitué devant
contenir ensemble de 9 à 15 atomes de carbone,
R₄ signifie un atome d'hydrogène ou d'halogène, un groupe
alkyle en C₁-C₄ ou un alcoxy en C₁-C₄ et
R₅ signifie l'hydrogène ou un groupe alkyle en C₁-C₄, ces
composés se présentant sous forme d'acide libre ou sous
forme de sel,
et leurs mélanges.

dans laquelle :

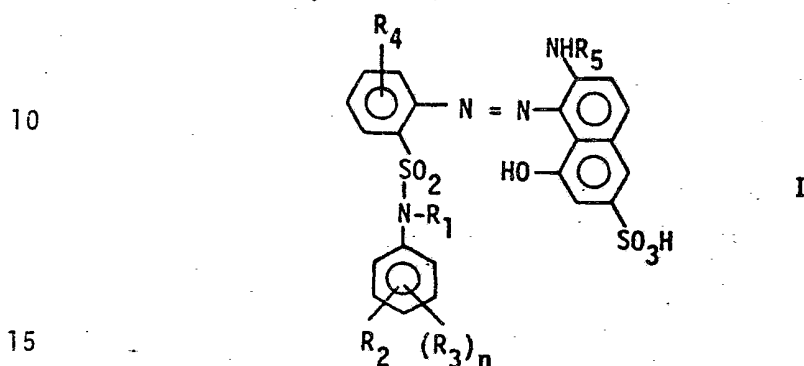
R₁ signifie un groupe alkyle en C₁-C₆ ou un groupe alkyle en
C₃-C₆ monosubstitué,

R₂ signifie l'hydrogène ou un groupe alkyle en C₁-C₄, n signifie
1 ou 2,

les symboles R₃ représentent chacun, indépendamment l'un de
l'autre, l'hydrogène ou un groupe méthyle,

La présente invention a pour objet des composés monoazoïques contenant un seul groupe d'acide sulfonique, leur préparation et leur utilisation comme colorants anioniques.

L'invention concerne plus particulièrement des composés qui, sous forme d'acide libre, correspondent à la formule I,



dans laquelle

R₁ signifie un groupe alkyle en C₁-C₆ ou un groupe alkyle en C₃-C₆ monosubstitué par le chlore, un groupe hydroxy ou cyano,

20 R₂ signifie l'hydrogène ou un groupe alkyle en C₁-C₄,
n signifie 1 ou 2,

chaque R₃, signifie indépendamment l'un de l'autre, l'hydrogène ou le groupe méthyle,

R₁ et le groupe phényle éventuellement substitué devant

25 contenir ensemble de 9 à 15 atomes de carbone,

R₄ signifie un atome d'hydrogène ou d'halogène, un groupe alkyle en C₁-C₄ ou alcoxy en C₁-C₄, et

R₅ signifie l'hydrogène ou un groupe alkyle en C₁-C₄,

ces composés se présentant sous forme d'acide libre

ou sous forme de sel,
et leurs mélanges.

Le nombre total d'atomes de carbone contenu dans R₁ et dans le groupe phényle éventuellement substitué est de préférence compris entre 9 et 12, plus
5 préféablement, il est égal à 9 ou 10, 10 étant tout particulièrement préféré.

Tout groupe alkyle non substitué représenté par R₁ peut être à chaîne linéaire ou ramifiée. Il contient
10 de préférence de 1 à 4 atomes de carbone. Plus préféra-
blement il signifie un groupe méthyle ou éthyle ou un groupe butyle linéaire ou ramifié. Tout particulièrement, il signifie un groupe n-butyle.

Tout groupe alkyle substitué représenté par
15 R₁ peut être un groupe alkyle à chaîne linéaire ou ramifiée portant le substituant sur un atome de carbone autre que l'atome de carbone C₁. Il contient de pré-
férence 3 ou 4 atomes de carbone. Plus préféablement le groupe alkyle est monosubstitué par un groupe hydroxy et
20 signifie alors un groupe 2- ou 3-hydroxypropyle ou 2-,
3- ou 4-hydroxybutyle, dont les restes propyle et butyle peuvent être linéaires ou ramifiés. Encore plus
préféablement, il signifie un groupe 2-hydroxypropyle ou 2-hydroxybutyle linéaire. Tout particulièrement, il
25 signifie un groupe 2-hydroxybutyle linéaire.

R₁ signifie de préférence R_{1a}, R_{1a} signifiant un groupe alkyle en C₁-C₄ linéaire ou ramifié ou un groupe alkyle en C₃-C₄ linéaire ou ramifié, monosubstitué
par le chlore ou un groupe hydroxy ou cyano (le sub-
30 stituant se trouvant en une autre position que la position C₁). Plus préféablement, il signifie R_{1b}, R_{1b} signifiant un groupe méthyle ou éthyle, un groupe butyle

linéaire ou ramifié, ou un groupe 2- ou 3-hydroxypropyle ou 2-,3- ou 4-hydroxybutyle linéaires ou ramifiés. Plus
préféablement, il signifie R_{1c} , R_{1c} signifiant un groupe
méthyle, éthyle, n-butyle, 2-hydroxy-n-propyle ou 2-
5 hydroxy-n-butyle. Tout particulièrement, R_1 signifie
 R_{1d} , R_{1d} signifiant un groupe n-butyle ou 2-hydroxy-
n-butyle. R_1 signifie en particulier n-butyle.

Tout groupe alkyle représenté par R_2 signifie
de préférence un groupe méthyle ou éthyle, en particulier
10 méthyle.

R_2 signifie de préférence R_{2a} , R_{2a} signifiant
l'hydrogène ou un groupe méthyle ou éthyle. Plus
préféablement il signifie R_{2b} , R_{2b} signifiant
l'hydrogène ou un groupe méthyle.

15 Lorsque le groupe phényle lié à l'atome
d'azote du groupe aminosulfonyle est disubstitué, les
deux substituants sont de préférence en position 2,4;
2,5 ou 3,5, particulièrement en position 2,4 ou 2,5.
Lorsque ce groupe phényle est trisubstitué, les sub-
20 stituants sont de préférence en position 2,4,6.

Tout atome d'halogène représenté par R_4
signifie de préférence le chlore ou le brome, de pré-
férence le chlore. Tout groupe alkyle représenté par R_4
signifie de préférence un groupe méthyle ou éthyle, en
25 particulier un groupe méthyle; tout groupe alcoxy
signifie de préférence un groupe méthoxy ou éthoxy, en
particulier un groupe méthoxy.

Le groupe R_4 est de préférence lié à l'atome
de carbone en position 4, 5 ou 6 du groupe phényle; plus
30 préféablement il est en position 4 ou 5.

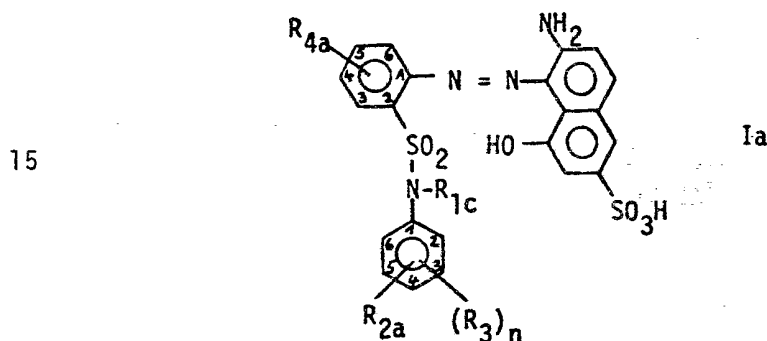
R_4 signifie de préférence R_{4a} , R_{4a} -----

signifiant l'hydrogène, le chlore ou un groupe méthyle ou méthoxy. Il signifie plus préférablement R_{4b} , R_{4b} signifiant l'hydrogène ou un groupe méthyle. Tout particulièrement, R_4 signifie l'hydrogène.

5 Tout groupe alkyle représenté par R_5 signifie de préférence un groupe méthyle.

R_5 signifie de préférence R_{5a} , R_{5a} signifiant l'hydrogène ou un groupe méthyle. Plus préférablement, R_5 signifie l'hydrogène.

10 Les composés préférés correspondent, sous forme d'acide libre, à la formule Ia,



20 dans laquelle le groupe R_{1c} et le groupe phényle éventuellement substitué par un groupe alkyle, contiennent ensemble un nombre total de 10 atomes de carbone; dans laquelle le groupe R_{4a} est en position 4, 5 ou 6; et dans laquelle lorsque le groupe N-phényle contient 2 substituants, ceux-ci sont en position 2,4; 2,5 ou 3,5, et lorsqu'il contient 3 substituants, ceux-ci sont en position 2, 4, 6.

Les composés plus particulièrement préférés sont ceux de formule Ia, dans laquelle

- (1) R_{4a} signifie R_{4b} ;
 30 (2) R_{1c} signifie R_{1d} ;
 (3) R_{2a} signifie R_{2b} ;

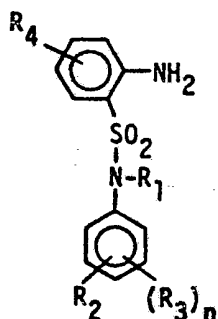
- (4) ceux définis sous (2) ou (3) où R_{4a} signifie l'hydrogène;
 (5) les composés du groupe (4) où R_{1c} signifie un groupe n-butyle et R_{2a} et R_3 représentent chacun un atome d'hydrogène.

Lorsque le composé de formule I est sous forme de sel, la nature du cation du groupe sulfonique n'est pas critique et il peut s'agir de l'un quelconque des cations non chromophores couramment utilisés dans les colorants anioniques. Comme exemples de tels cations, on peut citer les cations de métaux alcalins et les cations ammonium non substitués et substitués, comme par exemple les cations lithium, sodium, potassium, ammonium, mono-, di-, tri- et tétraméthylammonium, triéthylammonium, mono-, di- et triéthanolammonium.

Les cations préférés sont les cations de métaux alcalins et le cation ammonium, le sodium étant tout particulièrement préféré.

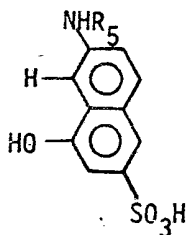
Dans les composés de formule I, le cation du groupe sulfonique peut aussi être présent sous la forme d'un mélange des cations indiqués plus haut, par exemple les composés de formule I peuvent être sous forme de sels mixtes.

Les composés de formule I peuvent être préparés selon un procédé comprenant la copulation du diazoïque d'une amine de formule II



II

avec un composé qui, sous forme d'acide libre, correspond à la formule III



III

ou un sel,

10 en milieu acide à neutre.

La diazotation et la copulation peuvent être effectuées selon les méthodes connues. La copulation est effectuée de préférence dans un milieu de réaction acide, plus préférentiellement à un pH de 3 à 4,5, en utilisant de l'eau ou un mélange d'eau et d'un solvant organique miscible dans l'eau comme milieu de réaction; on opère de préférence à une température comprise entre 0° et 30°C , en particulier entre 0° et 10°C lorsqu'on utilise de l'eau et 0° et 20°C lorsqu'on emploie un mélange d'eau et de solvant, par exemple un mélange d'eau et d'éthanol.

Les produits de départ, les composés de formule II ou III, sont soit connus soit obtenus par des procédés connus en utilisant des produits de départ disponibles.

25 Les composés de formule I peuvent être isolés selon les méthodes habituelles. Avantageusement, l'isolement des composés monoazoïques est effectuée par relargage, filtration subséquente, lavage et séchage sous vide. Suivant les conditions de réaction et d'isolement
30 on obtient les composés de formule I sous forme d'acides libres ou de préférence sous forme de sels ou même sous forme de sels mixtes contenant, par exemple, un ou plusieurs des cations mentionnés plus haut. Ils peuvent

être transformés de la forme d'acide libre en forme de sel ou d'un mélange de sels ou inversement ou encore d'un sel en un autre sel selon les méthodes habituelles.

- Les composés de formule I de l'invention,
- 5 en particulier sous forme de sels ou de sels mixtes, peuvent être utilisés pour teindre et imprimer des substrats susceptibles d'être teints avec des colorants anioniques tels que le cuir, les polyamides naturels ou synthétiques, les polyuréthanes et les polyoléfines
- 10 modifiées par des groupes basiques. Ils sont particulièrement appropriés pour la teinture et l'impression des substrats textiles constitués, en totalité ou en partie, de polyamides naturels ou synthétiques, (spécialement ces derniers), tels que la laine, la soie, et en
- 15 particulier le nylon, par exemple le nylon 6 ou le nylon 66. Les composés conviennent particulièrement pour la teinture ou l'impression des tapis en nylon, en particulier pour les tapis en nylon 6 ou en nylon 66.

- Les composés de formule I de l'invention peuvent être
- 20 mis sous forme de compositions liquides ou solides telles que celles utilisées couramment pour les colorants acides monoazoïques destinés, par exemple, à la teinture ou l'impression de substrats susceptibles d'être teints ou imprimés par des colorants anioniques tels que les tapis
- 25 en nylon. La préparation de telles compositions sous forme de préparations liquides stables, par exemple les préparations aqueuses concentrées, ou sous forme de préparations solides peut être effectuée selon les méthodes habituelles, par exemple par dissolution du
- 30 composé dans des solvants appropriés, par exemple l'eau, éventuellement par addition d'auxiliaires tels que des solubilisants, par exemple l'urée, ou-----

par broyage ou par granulation.

Par ailleurs, les composés de formule I de l'invention peuvent être mis sous forme de préparations capables de se disperser dans l'eau froide. De telles
5 dispersions peuvent être préparées, par exemple, en broyant le mélange de colorants à l'état sec ou humide dans un milieu de dispersion aqueux en présence d'un ou de plusieurs agents de dispersion anioniques habituels et éventuellement en présence d'autres
10 additifs conventionnels, éventuellement avec séchage par pulvérisation subséquent. Les préparations ainsi obtenues donnent de fines dispersions dans l'eau froide.

La teinture et l'impression peuvent être
15 effectuées selon les méthodes connues, par exemple par foulardage ou épuisement, en particulier ce dernier, d'autant que les composés de formule I montent en bain aqueux essentiellement neutre, c'est à dire en bain aqueux faiblement alcalin à faiblement acide. De plus,
20 les composés de formule I peuvent être utilisés pour la teinture "space-dyeing" (teinture par espacement). Les composés sont aussi appropriés pour la teinture des tapis selon la technique de déplacement par viscosité.

Les composés de formule I de l'invention
25 sous forme de sel sont bien solubles dans l'eau. Ils montent bien, possèdent un pouvoir tinctorial élevé, migrent bien et donnent des teintures unies, spécialement sur le nylon sensible aux barrures. Les
teintures obtenues, par exemple, sur le nylon présentent
30 de bonnes solidités à la lumière. De plus, les composés de formule I donnent des teintures présentant de bonnes solidités, telles que des solidités au mouillé, spécia-

lement des solidités au lavage, à l'eau froide, au foulage, à la transpiration, ou autres solidités, telles que la solidité au frottement à sec et humide et la solidité à l'ozone. De plus, les composés ont
5 une bonne intensité tinctoriale.

Les composés de formule I de l'invention peuvent également être utilisés en mélange avec d'autres colorants anioniques qui montent en bain neutre. Ils conviennent en particulier pour les mélanges ternaires
10 de colorants, en donnant des teintures ton sur ton ayant les propriétés avantageuses mentionnées ci-dessus. En outre, de telles teintures ne présentent pas de virage catalytique.

Les exemples suivants illustrent la présente
15 invention sans aucunement en limiter la portée. Les parties sont indiquées en poids et les températures en degrés Celcius.

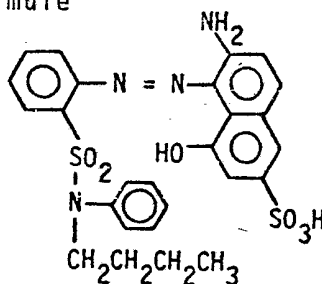
EXEMPLE 1

On dissout à 45° 30,4 parties de N-n-butyl-
20 N-phénylamide de l'acide 2-aminobenzène-sulfonique dans 80 parties d'éthanol par addition de 56 parties d'acide chlorhydrique à 30%. Puis on refroidit la solution à -5° dans un bain glacé. Pendant 20 minutes, on ajoute goutte à goutte une solution de 7,0 parties de nitrite de sodium
25 à 25 parties d'eau tout en maintenant la température entre -5 et 0°. Après 30 minutes sous agitation, la diazotation est terminée. On décompose l'excès d'acide nitreux, en ajoutant une petite quantité d'acide amido-sulfonique.

30 On dissout 23,9 parties d'acide 2-amino-8-hydroxynaphtalène-6-sulfonique dans 150 parties d'eau

en ajoutant 12 parties d'une solution d'hydroxyde de sodium à 30%. Le pH de la solution résultante est ajusté à environ 8. On ajoute cette solution lentement, goutte à goutte, et en l'espace d'une heure, à la solution du sel de diazonium préparée ci-dessus, tout en maintenant le pH entre 3,0 et 3,5 par addition d'une solution d'acétate de sodium à 50%. Après 2 heures 1/2 sous agitation, la réaction de copulation est terminée. On ajuste le pH à 9 par addition d'une solution d'hydroxyde de sodium à 30%. On filtre le colorant qui a précipité, on lave le résidu avec 200 parties d'une solution de chlorure de sodium à 10% et on le sèche sous vide à 100°. On obtient un colorant qui, sous forme d'acide libre, correspond à la formule

15



20

qui sous forme de sel de sodium teint les fibres de polyamides naturels et synthétiques en nuances rouge bleuâtre. Ces teintures présentent de bonnes solidités au mouillé et à la lumière.

25

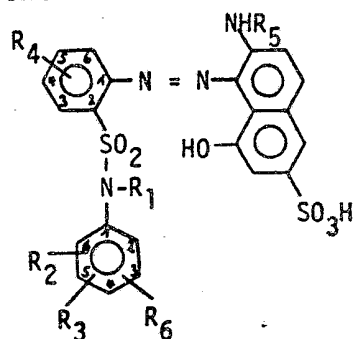
En outre, le colorant est approprié pour la teinture en combinaison avec d'autres colorants, sous la forme de mélanges binaires ou ternaires.

EXEMPLES 2 à 47

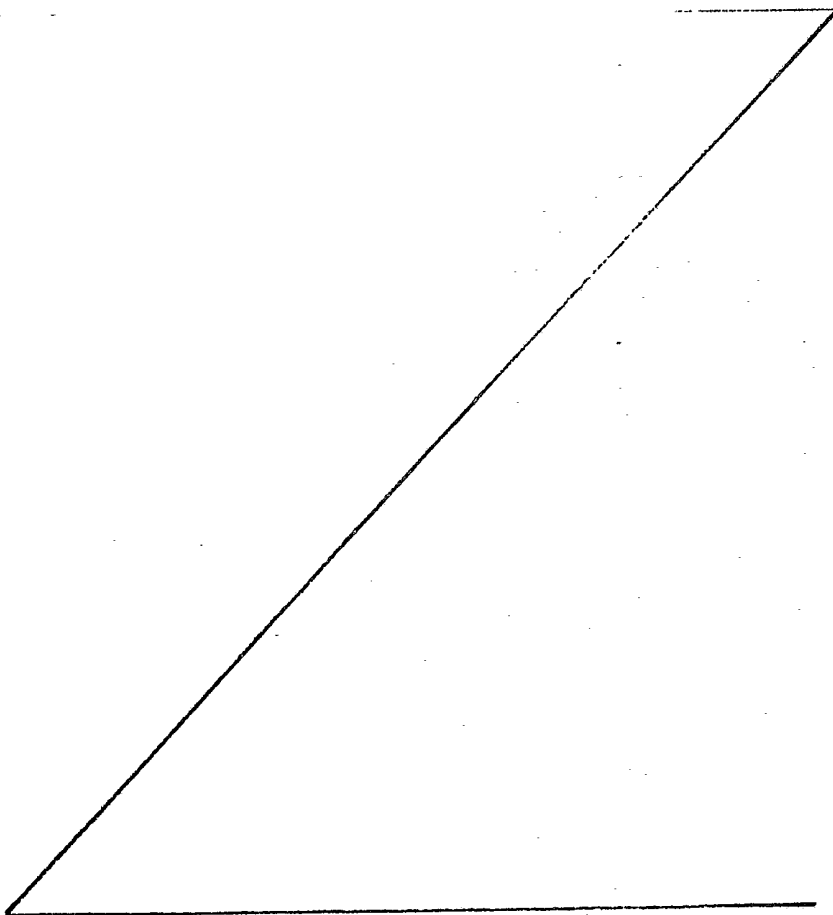
D'autres composés qui, sous forme d'acide

libre correspondent à la formule

5



10 sont indiqués dans le tableau suivant. Ils peuvent être préparés selon la méthode décrite à l'exemple 1 à partir des produits de départ appropriés.



Tableau

Ex. No.	R ₁	R ₂	R ₃	R ₆	R ₄	R ₅
2	C ₂ H ₅	2-CH ₃	4-CH ₃	H	H	H
3	do.	do.	do.	H	H	CH ₃
4	do.	do.	do.	H	5-CH ₃	H
5	do.	do.	do.	H	do.	CH ₃
6	do.	do.	5-CH ₃	H	H	H
7	do.	do.	do.	H	6-OCH ₃	H
8	do.	do.	do.	H	4-CH ₃	H
9	do.	2-C ₂ H ₅	H	H	do.	H
10	do.	do.	H	H	H	H
11	CH ₃	2-CH ₃	4-CH ₃	6-CH ₃	H	H
12	do.	do.	5-CH ₃	H	4-CH ₃	H
13	do.	2-C ₂ H ₅	H	H	H	H
14	do.	3-C ₂ H ₅	H	H	5-CH ₃	H
15	do.	2-CH ₃	4-CH ₃	6-CH ₃	H	CH ₃
16	-CH ₂ CHCH ₃ CH ₃	H	H	H	H	H
17	do.	H	H	H	5-CH ₃	H
18	C ₃ H ₇ (n)	3-CH ₃	H	H	H	H
19	do.	do.	H	H	4-C1	H
20	do.	do.	H	H	5-CH ₃	H
21	do.	2-CH ₃	5-CH ₃	H	H	CH ₃
22	C ₃ H ₇ (i)	4-CH ₃	H	H	H	H
23	C ₄ H ₉ (n)	H	H	H	H	CH ₃
24	do.	2-CH ₃	H	H	H	H
25	do.	2-C ₂ H ₅	H	H	H	H
26	do.	H	H	H	4-C1	H
27	do.	H	H	H	6-OCH ₃	H
28	do.	H	H	H	4-CH ₃	H
29	do.	H	H	H	5-CH ₃	H
30	do.	H	H	H	do.	CH ₃
31	do.	H	H	H	6-OCH ₃	do.

Tableau (suite)

Ex. No.	R ₁	R ₂	R ₃	R ₆	R ₄	R ₅
32	C ₄ H ₉ (n)	2-CH ₃	4-CH ₃	H	H	H
33	do.	do.	do.	H	5-CH ₃	H
34	do.	H	H	H	4-Cl	CH ₃
35	-CH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	H	H	H	H	H
36	do.	2-CH ₃	H	H	H	H
37	$\begin{array}{c} \text{OH} \\ \\ -\text{CH}_2\text{CHCH}_3 \end{array}$	do.	H	H	H	H
38	do.	do.	H	H	H	CH ₃
39	do.	H	H	H	4-CH ₃	H
40	do.	H	H	H	do.	CH ₃
41	-CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₂ OH	H	H	H	H	H
42	do.	H	H	H	H	CH ₃
43	$\begin{array}{c} \text{OH} \\ \\ -\text{CH}_2\text{CHCH}_2\text{CH}_3 \end{array}$	H	H	H	H	H
44	do.	H	H	H	H	CH ₃
45	do.	H	H	H	6-OCH ₃	H
46	do.	H	H	H	5-CH ₃	H
47	do.	3-CH ₃	H	H	H	H

Les colorants des exemples 2 à 47 teignent les fibres de polyamides naturels et synthétiques en nuances rouge bleuâtre. Ces teintures de polyamides présentent de bonnes solidités à la lumière et au
5 mouillé.

Conformément aux conditions de réaction et d'isolement, comme décrit plus haut, les colorants des exemples 2 à 47 sont obtenus sous forme de sel de sodium. Ils peuvent aussi, selon les conditions de ré-
10 action/d'isolement, ou par réaction des sels de sodium selon des méthodes connues, être obtenus sous forme d'acide libre ou sous forme d'autres sels, par exemple sous forme de sels contenant un ou plusieurs cations tels qu'indiqués précédemment dans la description.

15 Les exemples suivants illustrent les exemples d'application des colorants de la présente invention.

Exemple d'application A

On introduit 100 parties d'un tissu en polyamide synthétique préalablement mouillé, par exemple
20 en nylon 66, dans un bain de teinture à 40° contenant:

2 parties du colorant de l'exemple 1,
10 parties de sulfate de sodium anhydre, et
4000 parties d'eau.

En l'espace de 30 minutes, on chauffe le bain
25 de teinture à la température d'ébullition et on le maintient à cette température pendant 1 heure. On y ajoute ensuite 4 parties d'acide acétique glacial et on continue de teindre en chauffant pendant encore 30 minutes à ébullition. On remplace continuellement l'eau qui
30 s'évapore pendant la teinture. On retire du bain le tissu de nylon teint en rouge bleuâtre, on le lave à

l'eau et on le sèche. En procédant de la même manière, on peut également teindre la laine.

Exemple d'application B

On ajoute 100 parties d'un fil de nylon 66
5 préalablement mouillé à un bain de teinture à 26-27°, contenant:

1 partie du colorant de l'exemple 1,
1-2 parties d'oléylamine (un agent d'unisson),
1 partie de phosphate monosodique et
10 3000 parties d'eau.

On chauffe le bain de teinture à la température d'ébullition, on y ajoute 1 partie d'acide acétique glacial et on maintient le bain à cette température pendant 45 minutes. On remplace continuellement
15 l'eau qui s'évapore pendant la teinture. On sort du bain de teinture le fil de nylon 66 teint en rouge bleuâtre, on le lave à l'eau chaude et on le sèche.

On peut utiliser de manière similaire les colorants des exemples 2 à 47 ou des mélanges de deux
20 ou plusieurs colorants des exemples 1 à 47 pour teindre les polyamides selon la méthode décrite à l'exemple d'application A ou B.

Les teintures obtenues présentent de bonnes solidités à la lumière et au mouillé.

25 Exemple d'application C

On imprime un tissu en polyamide avec une pâte d'impression ayant la composition suivante:

30 parties du colorant de l'exemple 1,
50 parties d'urée,
30 50 parties d'un solubilisant (par exemple le thiodiéthylèneglycol)

- 290 parties d'eau,
500 parties d'un épaississant (par exemple
à base de farine de caroube),
20 parties d'un générateur d'acide (par
5 exemple le tartrate d'ammonium) et
60 parties de thiourée.

On soumet le substrat textile imprimé à un traitement à la vapeur à 102° (vapeur saturée) pendant 40 minutes, on le rince à froid, on le lave à 60°
10 pendant 5 minutes avec une solution diluée d'un détergent courant et on le rince à nouveau à l'eau froide. On obtient une impression rouge bleuâtre présentant de bonnes solidités à la lumière et au mouillé.

De manière analogue, on peut préparer des
15 pâtes d'impression en utilisant les colorants des exemples 2 à 47, ou des mélanges de 2 ou de plusieurs colorants des exemples 1 à 47. On peut utiliser de telles pâtes d'impression pour imprimer selon le procédé décrit ci-dessus.

20 Exemple d'application D

On imprègne un tapis en polyamide (par exemple en nylon 6 normal ou en nylon 66 normal) avec une composition contenant 1 ou 2 parties d'alcool décylque éthoxylé avec 4 moles d'oxyde d'éthylène par mole
25 d'alcool, ou tout autre agent tensio-actif analogue, et 998-999 parties d'eau, puis on exprime le substrat afin d'atteindre une imprégnation et un taux d'expression de 80-100% en agent mouillant.

On applique au tapis mouillé un bain de

teinture ayant la composition suivante:

- 0,5 - 5 parties du colorant de l'exemple 1,
1 - 2 parties d'un épaississant à la farine de guar
(par exemple Celca Gum D-49-D),
5 1 - 2 parties d'alcool décylrique éthoxylé avec 4 moles
d'oxyde d'éthylène par mole d'alcool (ou un
agent tensio-actif analogue),
91-97,5 parties d'eau, et
suffisamment de phosphate trisodique ou d'acide
10 acétique pour ajuster le pH à 5, par exemple
pour le nylon 6 normal et pour le nylon 66
normal,

- en utilisant un applicateur continu (par exemple Kuster)
pour obtenir un taux d'exprimage humide de 300-600%. On
15 soumet ensuite le tapis en polyamide teint en rouge
bleuâtre à un traitement à la vapeur, dans un vaporis-
sateur vertical ou horizontal pendant 4 à 10 minutes, on
le rince à l'eau chaude et on le sèche.

Exemple d'application E

- 20 On applique sur un tapis en polyamide (par
exemple en nylon 6 normal ou en nylon 66 normal) mouillé
et exprimé comme décrit à l'exemple d'application D, une
couche de gomme ayant la composition suivante:

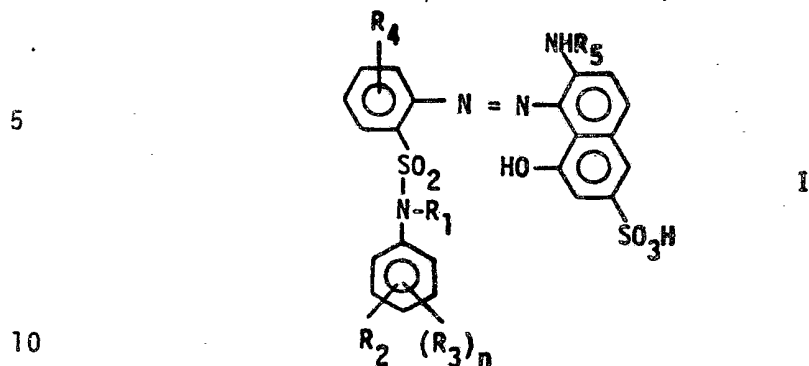
- 10 parties d'un épaississant à la farine de
25 guar (par exemple Celca Gum D-49-D),
0,25 partie d'acide acétique glacial, et
989,75 parties d'eau.

Au moyen d'un applicateur continu (par exemple
Kuster), on teint le tapis en polyamide ainsi traité,

avec un bain de teinture tel que décrit à l'exemple
d'application D ci-dessus, pour obtenir un taux d'ex-
primage de 300-600%. On vaporise ensuite le tapis en
polyamide teint en rouge bleuâtre dans un vaporisateur
5 vertical ou horizontal pendant 4 à 10 minutes, on le
rince à l'eau chaude et on le sèche.

REVENDICATIONS

1. Les composés monoazoïques de formule I



dans laquelle

R₁ signifie un groupe alkyle en C₁-C₆ ou un groupe alkyle en C₃-C₆ monosubstitué par le chlore, un groupe hydroxy ou cyano,

15 R₂ signifie l'hydrogène ou un groupe alkyle en C₁-C₄,
n signifie 1 ou 2,

chaque R₃, signifie indépendamment l'un de l'autre, l'hydrogène ou le groupe méthyle,

R₁ et le groupe phényle éventuellement substitué devant

20 contenir ensemble de 9 à 15 atomes de carbone,

R₄ signifie un atome d'hydrogène ou d'halogène, un groupe alkyle en C₁-C₄ ou alcoxy en C₁-C₄, et

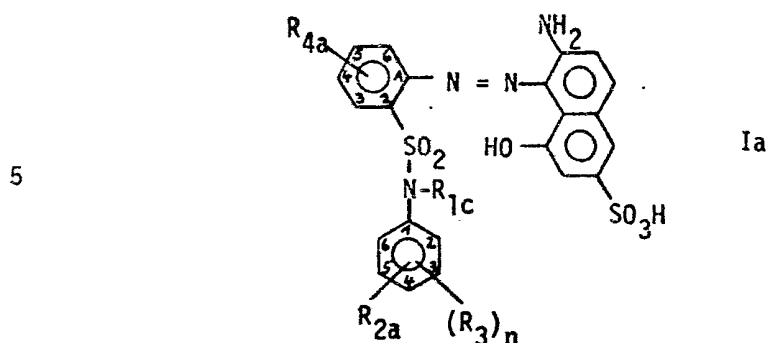
R₅ signifie l'hydrogène ou un groupe alkyle en C₁-C₄,
ces composés se présentant sous forme d'acide libre

25 ou sous forme de sel,

et leurs mélanges.

2. Les composés monoazoïques de formule Ia

(voir formule page suivante)



10 dans laquelle

R_{1c} signifie un groupe méthyle, éthyle, n-butyle,
2-hydroxy-n-propyle ou 2-hydroxy-n-butyle,

R_{2a} signifie l'hydrogène ou un groupe méthyle ou éthyle,
chaque R_3 signifie indépendamment l'un de l'autre, un

15 atome d'hydrogène ou un groupe méthyle,

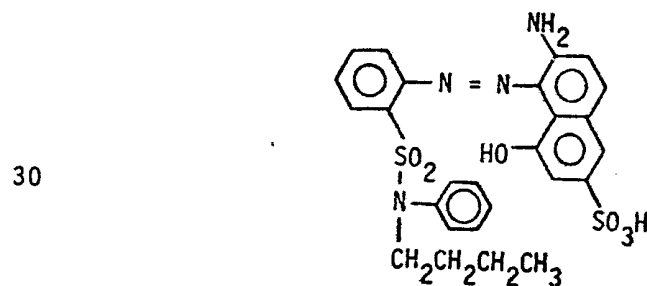
n signifie 1 ou 2, et

R_{4a} signifie un atome d'hydrogène ou de chlore ou un
groupe méthyle ou méthoxy,

R_{1c} et le groupe phényle éventuellement substitué par un
20 groupe alkyle, devant contenir ensemble un nombre total
de 10 atomes de carbone,

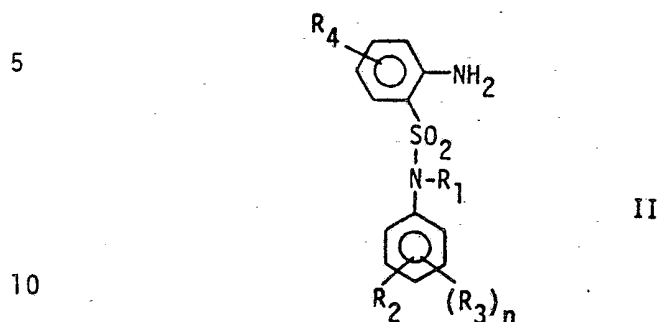
ces composés se présentant sous forme d'acide
libre ou sous forme de sel,
et leurs mélanges.

25 3. Le composé monoazoïque de formule

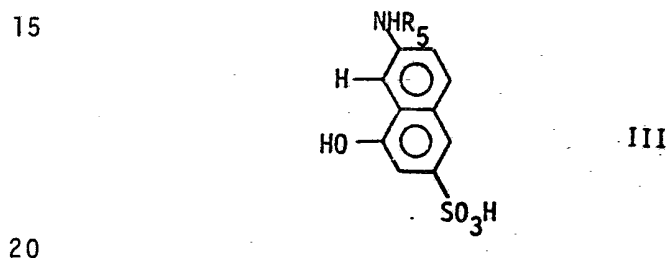


et ses sels.

4. Procédé de préparation des composés monoazoïques spécifiés à la revendication 1, caractérisé en ce qu'on copule le diazoïque d'une amine de formule II



avec un composé qui, sous forme d'acide libre, correspond à la formule III



ou l'un de ses sels,
en milieu acide à neutre.

5. Utilisation des composés monoazoïques
25 spécifiés à l'une quelconque des revendications 1 à 3,
pour la teinture ou l'impression des substrats susceptibles
d'être teints avec des colorants anioniques.

6. Les substrats susceptibles d'être teints
avec des colorants anioniques, caractérisés en ce qu'ils
30 ont été teints ou imprimés avec l'un des colorants
monoazoïques spécifiés à l'une quelconque des revendications 1 à 3.