

AÑO 1958

Expediente núm.



244160

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE **INVENCION**

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE** **INVENCION** por 20 años, en España

a favor de

la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME , de nacionalidad
suiza domiciliado en BASILEA (SUIZA)
calle de núm.

por:

PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE NUEVOS COLORANTES DISAZOICOS"

Nº 8862

Agente Sr. JAIIE ISEEN MIRALLES



244160

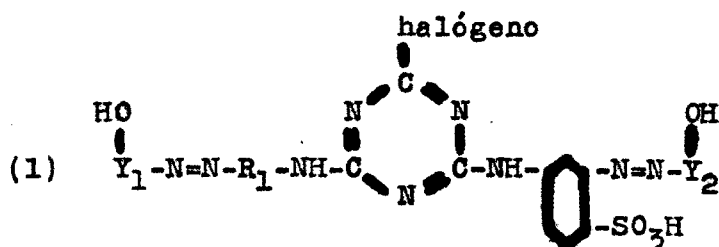
P A T E N T E
D E
I N V E N C I Ó N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE NUEVOS COLORANTES DISAZOICOS", a favor de la firma suiza CIBA SOCIÉTÉ ANONYME, residente en BASILEA (Suiza).

- / -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a nuevos colorantes disazoicos de fórmula general



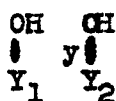
en la que significan:

R_1 un radical benceno que contiene grupos de ácido sulfónico y lleva el grupo $-\text{NH}-$ en posición para, pero pre-



244160¹⁶

ferentemente meta con respecto al grupo azo,



sendos radicales de un componente de copulación enlazados en posición vecina al grupo oxi con el puente azoico, de los que a lo menos uno presenta un grupo ácido hidrodisolvente, es decir, un grupo de sulfonamida o alkilsulfonilo, o particularmente un grupo carboxilo y/o un grupo de ácido sulfónico.

5.

Para la preparación de estos colorantes, según el

invento, se condensa 2,4,6-trihalogeno-1,3,5-triazinas, particularmente cloruro de cianuro, por una parte con un monoazocolorante de fórmula

10.



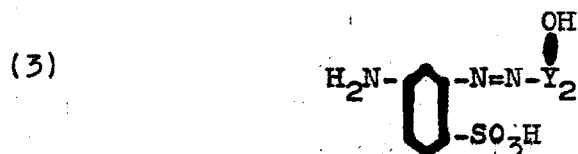
en la que

R significa un radical benceno que contiene grupos de ácido sulfónico, enlazado con el grupo azo en posición para, pero preferentemente meta con respecto al grupo NH₂, y en la que

15.

tiene el significado indicado al dilucidar la fórmula (1), y

por la otra, con un monoazocolorante de fórmula



en la que

tiene la significación indicada en la dilucidación de la fórmula (1).

20.



244160

16

5. Los monoazocolorantes de fórmula (2) a utilizar como materias de partida pueden ser preparados a base de compuestos que copulan en posición vecina a un grupo oxi (entre los que han de contarse igualmente, los grupos ceto enolizables, o bien enolizados), por copulación con ácidos aminobencensulfónicos diazotados que presentan en posición para, o preferentemente meta, con respecto al grupo diazo un grupo amino libre, o un sustituyente transformable en un grupo amino de esta naturaleza después de la copulación mediante reducción o saponificación.

10. Los colorantes monoazoicos de fórmula (3) pueden ser preparados por reducción de colorantes de fórmula



en la que significan

X un grupo NO₂, y

OH el radical de un componente de copulación,
 $\underset{\text{Y}_1}{\text{Y}_2}$

15. o mediante saponificación de los colorantes correspondientes en los que X significa un grupo acilamino. Como componentes de copulación para la preparación de los colorantes de fórmula (2) y (3), o bien (4) entran en consideración por ejemplo fenoles, naftoles, ácidos naftolsulfónicos, ácido barbitúrico, dioxiquinolina, arilidas de ácido beta-cetocarboxílico y, ante

20. todo, 5-pirazolonas que copulan en posición 4, y ácidos amino-naftolsulfónicos, particularmente los ácidos acilaminonaftolsulfónicos que copulan en posición vecina a su grupo oxi.

25. Las condensaciones según el invento, de colorantes de fórmula (2) y (3) con cloruro de cianuro son llevadas a cabo en

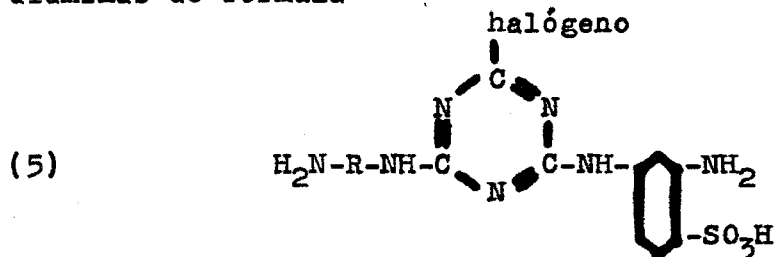


244160¹⁶

orden potestativo, convenientemente en presencia de fijadores de ácidos, como acetato sódico, hidróxido o carbonato sódico, preferentemente en medio acuoso, y de tal manera que se originen colorantes de monoclorotriazina con dos grupos azo.

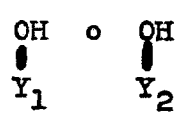
5. Todas las condensaciones tienen lugar, convenientemente, a valores de pH de entre 5 y 7. Según las materias de partida puede ser ventajoso aumentar el pH algo de fase a fase. En general es recomendable mantener en lo posible constante el pH en las fases individuales.

10. Los colorantes de fórmula (1), particularmente los simétricos, también pueden ser preparados según una modificación del procedimiento que se acaba de describir. Esta modificación del procedimiento consiste en copular tetrazocompuestos de las diaminas de fórmula



15. en la que R tiene la significación indicada al dilucidar la fórmula (2), bilateralmente con componentes de copulación que copulan en posición vecina a un grupo oxí, de los cuales por lo menos uno presenta un substituyente ácido hidrodisolvente.

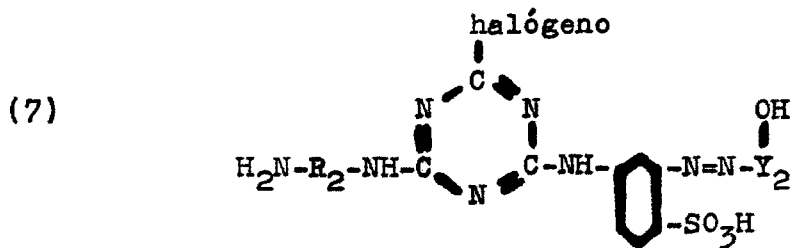
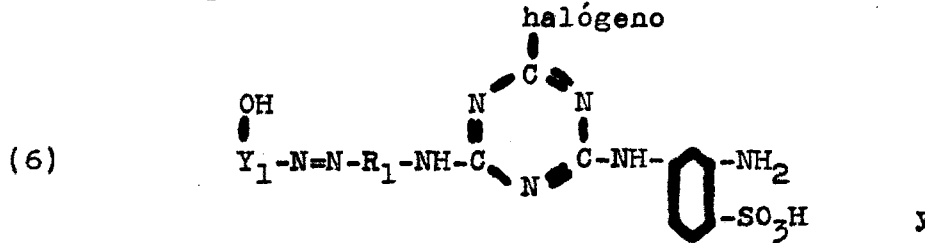
20. Una variante ulterior, particularmente conveniente, del procedimiento indicado que es apropiada, ante todo, para la preparación de colorantes asimétricos de fórmula (1), o que si los colorantes de fórmula (2) y (3) no son fácilmente condensables, o no fácilmente accesibles, o bien, si los colorantes de fórmula (2) o (3) presentan en el radical OH o OH igualmente un grupo





244160

amino acilable, conduce a mejores resultados, consiste en copular diazocompuestos a base de aminas que corresponden a una de las fórmulas



5. en la que Y_1 y Y_2 y R_1 , tienen la significación indicada en la fórmula (1) y R_2 significa un radical benceno que contiene grupos de ácido sulfónico que está enlazado con el grupo $-\text{NH}-$ en posición para, o preferentemente meta, con respecto al grupo $-\text{NH}_2-$, con componentes de copulación que copulan en posición vecina con respecto a un grupo oxi, seleccionando al efecto las

10. materias de partida de tal manera que en el colorante disazoico que se ha formado, por lo menos un radical de un componente de copulación presente un substituyente ácido hidrodisolvente. En otras palabras, si el diazocompuesto de una amina de fórmula (6) o (7) utilizado, aún no contiene ningún grupo ácido hidrodisolvente en el radical OH , o bien OH , entran en consideración

15. Y_1 Y_2 solamente componentes de copulación con grupos hidrodisolventes en esta variante.

Como componentes de copulación que copulan en posición vecina a un grupo oxi, se cita por ejemplo:

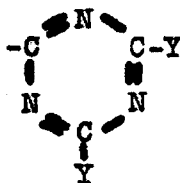


244160

- Ésteres o amidas de ácido beta-cetocarboxílico que pueden copular en posición alfa, por ejemplo arilidas de ácido acetoacético, pirazolonas, particularmente 5-pirazolonas que pueden copular en posición 4, como 3-metil-5-pirazolona, 1-fenil-3-metil-5-pirazolona, ácido 1-fenil-3-metil-5-pirazolon-2'-, -3'- o -4'-sulfónico, ácido 1-fenil-5-pirazolon-3-carboxílico, amidas de ácido 5-pirazolon-3-carboxílico, ácidos barbitúricos, oxiquinolinas, como 2,4-dioxiquinolina y fenoles, como p-cresol, 4-acetilamino-1-oxibenceno, 4-metil-2-acetilamino-1-oxibenceno, naf-
5. toles, como beta-naftol, amidas de ácido 2-oxinaftalinsulfónico, pero ante todo, ácidos oxinaftalinsulfónicos, particularmente ácidos amino-oxinaftalinsulfónicos, o bien sus N-alkil-, N-aril-derivados, como los ácidos 1-oxinaftalin-3-, -4-, -5- u -8-sulfónico, ácidos 2-oxinaftalin-4-, -5-, -6-, -7- u -8-sulfónico,
10. ácido 1,8-dioxinaftalin-3,6-disulfónico, ácidos 2-oxinaftalin-3,6- o bien -6,8-disulfónico, ácidos 1-oxinaftalin-3,6- o -3,8-disulfónico, ácido 2-amino-8-oxinaftalin-6-sulfónico, ácido 2-amino-6-oxinaftalin-8-sulfónico, ácido 2-amino-5-oxinaftalin-7-sulfónico, ácido 2-metilamino-5-oxinaftalin-7-sulfónico, ácido
15. 2-amino-5-oxinaftalin-3,7-disulfónico, ácidos 1-amino-8-oxinaftalin-2,4-, -3,6- o -4,6-disulfónico y los N-acilderivados de ácidos aminonaftolsulfónicos que contienen como radical acilo por ejemplo un radical acetilo, propionilo, butirilo, cloroacetilo, benzoilo, o-, m- o p-clorobenzoilo, butilo terciario-benzoilo, 3'- o 4'-aminobenzoilo, metan- o etansulfonilo, p-toluensulfonilo o clorobencensulfonilo, o un radical carbometoxi o carboetoxi, o bien un radical acilo que se deriva de un ácido cianúrico, como por ejemplo un radical de fórmula
20.
25.



16 S



244160

en la que ambas Y simbolizan átomos de halógeno, grupos oxi o grupos amino, particularmente grupos amino substituídos.

Los compuestos diazoicos a copular con estos componen-
tes de copulación pueden ser obtenidos según métodos conocidos
de por sí mediante diazotación de aminas de fórmula (6) y (7).

5.

Tales aminas pueden ser preparadas por condensación de, por
ejemplo, cloruro de cianuro, por una parte con un colorante de
fórmula (2) y, por la otra, con el ácido 2,4-diaminobencen-1-

10.

-sulfónico o, por una parte, con un colorante de fórmula (3) y
por la otra, con un ácido p-, o preferentemente m-diaminobencen-
sulfónico.

Los colorantes obtenidos con arreglo al presente proce-
dimiento y sus modificaciones son nuevos. Son apropiados para
el teñido y la estampación de los materiales más diversos como
lana, seda, cuero o fibras de superpoliamidas, pero particular-
mente de materiales de estructura fibrosa que contienen celulo-
sa, como lino, celulosa regenerada y, ante todo, el algodón. Se

15.

prestan muy particularmente para teñir según el llamado procedi-
miento tintóreo Pad, según el cual el género es impregnado con
soluciones acuosas de colorante, y eventualmente también salinas,
siendo fijados en caliente los colorantes, después de un trata-
miento alcalino, o en presencia de álcali. Este procedimiento

20.

y el método tintóreo directo que es utilizable asimismo con mu-
chos de los colorantes obtenidos con arreglo a la presente in-
vención, conducen a coloraciones y estampaciones que se distin-
guen, por regla general, por la pureza de sus tonos de color, por

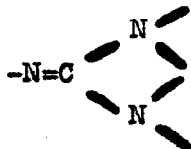
25.



244160⁶ SER

una buena solidez a la luz y, ante todo, por eminentes solidesces al lavado.

5. Si los colorantes contienen grupos que forman complejos metálicos, por ejemplo agrupaciones o-oxicarboxi, como ocurren por ejemplo en los radicales de ácido salicílico, entonces las coloraciones obtenidas con los mismos pueden ser tratadas con medios que ceden metal, por ejemplo que ceden cromo, pero preferentemente, medios que ceden níquel y cobre. El tratamiento con los medios que ceden metal puede tener lugar según métodos usuales, conocidos de por sí. Eventualmente pueden ser obtenidas coloraciones muy valiosas, si se opera de acuerdo con el procedimiento según el que las coloraciones producidas con los colorantes exentos de metal son tratadas posteriormente con tales soluciones acuosas que contienen compuestos de cobre hidrosolubles, particularmente complejos, y productos de condensación de formaldehído básicos a base de compuestos que presentan en la molécula, por lo menos una vez, la agrupación atómica
- 10.
- 15.



o que, como la cianamida, pueden transformarse fácilmente en compuestos de esta naturaleza.

20. En los ejemplos siguientes, en tanto que no se indique otra cosa, las partes significan partes en peso, los porcentajes tantos por ciento en peso, y las temperaturas están indicadas en grados Celsius.



16 S

EJEMPLO 1.

5. 18.6 partes de cloruro de cianuro son disueltas por calentamiento en 50 partes de acetona y vertidas bajo buena agitación en 200 partes de agua e hielo. A esta suspensión fina es adicionada la solución ajustada al pH 7 de 18.8 partes de ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico en 300 partes de agua. El ácido clorhídrico que se forma durante la condensación es neutralizado con 4 partes de hidróxido sódico como solución acuosa de tal modo que el pH es constantemente de 6.5. La temperatura no debe exceder de 5°.
10. Una vez terminada la condensación se ajusta mediante adición de solución diluída de hidróxido sódico al pH 7.5, se añade 6.9 partes de nitrito sódico y se vierte sobre 200 partes de hielo y 25 partes de ácido clorhídrico al 30%. Al cabo de 30 minutos queda terminada la diazotación. Se copula a 0-10° con 12.8 partes de ácido barbitúrico que han sido disueltas en 300 partes de agua con adición de 4 partes de hidróxido sódico, añadiendo ulteriormente 20 partes de carbonato sódico.
15. Tan pronto como haya terminado la copulación se gradúa la mezcla al pH 6.5, se mezcla con una solución neutra de 18.8 partes de ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico en 200 partes de agua. Se calienta a 40° y se mantiene el pH en lo posible constante a 6.5 mediante adición a gotas de una solución acuosa de 4 partes de hidróxido sódico. Después de 4 horas se enfría, por adición de hielo, a 20°, se agrega 6.9 partes de nitrito sódico y se vierte sobre 200 partes de agua y 70 partes de ácido alfa-naftalinsulfónico al 30%.
20. Al cabo de 4 horas se copula el diazocompuesto con 36.1 partes de ácido 1-acetilamino-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico en 200 partes de agua y 20 partes de carbonato sódico. La temperatu-
- 25.
- 30.



244 16

ra de copulación es de 10°. Después de 24 horas el colorante es separado y secado. Tiñe la fibra celulósica, según el procedimiento tintóreo Pad, en tonos de un rojo escarlata sólidos.

EJEMPLO 2.

5. El producto de condensación primario preparado a base de 1/10 mol de cloruro de cianuro y 1/10 mol de ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico según el ejemplo 1, párrafo 1, es diazotado de la manera descrita en el ejemplo 1, párrafo 2. Se copula a 0-10° con 36.1 partes de ácido 1-acetilamino-8-oxinaftalín-3,6-disulfónico en 200 partes de agua y 20 partes de carbonato sódico a 10°.
10. Después de terminada la copulación la mezcla es ajustada al pH 6,5 y se mezcla con una solución neutra de 18.8 partes de ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico en 200 partes de agua.
15. Se calienta a 40° y se mantiene el pH lo más constante posible a 6.5 por adición a gotas de una solución acuosa de 4 partes de hidróxido sódico. Al cabo de 4 horas es enfriado por adición de hielo a 20°; se adiciona 6.9 partes de nitrito sódico y se vierte en 200 partes de agua y 70 partes de ácido alfa-naftalinsulfónico al 30%.
20. Después de 4 horas se copula el diazocompuesto con 32.3 partes de 2',5'-dicloro-4'-sulfo-1-fenil-3-metil-5-pirazolona en 300 partes de agua y 20 partes de carbonato sódico. La temperatura de copulación es de 10°. Al cabo de una agitación de 24 horas el colorante es separado y secado.
25. Tiñe la fibra celulósica, según el procedimiento tintóreo Pad, en tonos de un rojo escarlata sólidos.
30. Se llega a un colorante con propiedades similares, si en vez de la 2',5'-dicloro-4'-sulfo-1-fenil-3-metil-5-pirazolona se utiliza la 3-metil-5-pirazolona del ácido 2-aminonaftalina



16 SE

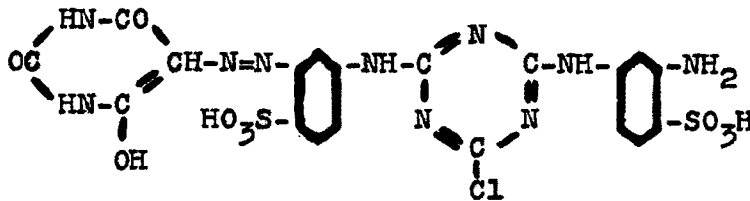
244160

-4,8-disulfónico.

El empleo de bromuro de cianuro en lugar del cloruro de cianuro conduce a colorantes con propiedades semejantes.

E J E M P L O 3.

- 5. 1/10 mol del diazocompuesto preparado según el ejemplo 1, párrafos 1 a 3, de la amina de fórmula



- 10. es copulado con 32.3 partes de ácido 1-(2',5'-dicloro-fenil)-3-metil-5-pirazolon-4'-sulfónico en 300 partes de agua y 20 partes de carbonato sódico, a 10°. Al cabo de 24 horas el colorante es separado y secado. Tiñe la fibra celulósica, según el procedimiento tintóreo Pad, en puros tonos amarillos que tiran a verde, de excelente solidez a la luz.

- 15. Si en lugar del colorante de fórmula indicada se utiliza los de la columna I de la Tabla siguiente y en vez del ácido 1-(2',5'-diclorofenil)-3-metil-5-pirazolon-4'-sulfónico los componentes de copulación mencionados en la columna II, entonces son obtenidos colorantes similares que tiñen sólidamente el algodón, según el llamado procedimiento tintóreo Pad en los tonos indicados en la columna III.

2441618 S

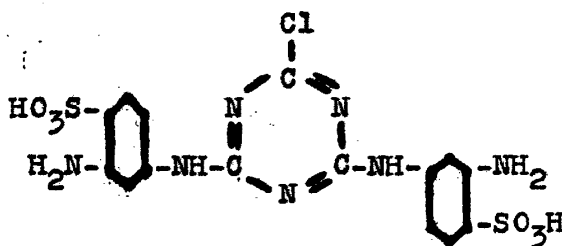


	I	II	III
1		<p>ácido 1-oxi- naftalin-4- -sulfónico</p>	<p>rojo</p>
2		<p>ácido 2-acetil- amino-8-oxinaft- alin-6-sulfó- nico</p>	<p>escar- lata</p>
3		<p>ácido 1-n-bu- tirilamino-8- -oxinaftalin- -3,6-disulfó- nico</p>	<p>rojo que tira a azul</p>
4	<p>"</p>	<p>ácido 2-me- tilamino-5- -oxinafta- lin-7-sulfó- nico</p>	<p>rojo</p>



1160

El tercer colorante de la Tabla anterior también puede ser preparado mediante copulación bilateral de un tetrazocompuesto a base de la diamina de fórmula



con ácido 1-n-butirilamino-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico.

EJEMPLO 4.

5.

El producto intermedio preparado según el ejemplo 1, párrafo 1, a base de 1/10 mol de cloruro de cianuro y 1/10 mol de ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico es diazotado del modo indicado en el ejemplo 1, párrafo 2. Se copula con 38.9 partes de ácido 1-n-butirilamino-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico en 200 partes de agua y 20 partes de carbonato sódico a 10°.

10.

Después de terminada la copulación se ajusta al pH 6.5 y se mezcla con una solución neutra de 18.8 partes de ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico en 200 partes de agua. Se calienta a 40° y se mantiene el pH lo más constante posible a 6.5 mediante adición a gotas de una solución acuosa de 4 partes de hidróxido sódico. Después de 4 horas se enfría por adición de hielo a 20°, se adiciona 6.9 partes de nitrito sódico y se vierte en 200 partes de agua y 70 partes de ácido alfa-naftalinsulfónico al 30%.

15.

Al cabo de 4 horas se copula el diazocompuesto así obtenido de esta manera con 38.4 partes de 5',7'-disulfo-1-naftil-(2')-3-metil-5-pirazolona en 200 partes de agua y 20 partes de carbonato sódico. La temperatura de copulación es de 10°. Al ca-

20.



44160 SEP 6

bo de una agitación de 24 horas el colorante es segregado, aislado por filtración y secado.

Tiñe la fibra celulósica, según el procedimiento tintórico Pad, en sólidos tonos de rojo escarlata.

5. EJEMPLO 5.

18.6 partes de cloruro de cianuro son disueltas por calentamiento en 50 partes de acetona y vertidas bajo buena agitación en 200 partes de agua y hielo. A la fina suspensión formada se añade la solución ajustada al pH 7. de 18.8 partes de ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico en 300 partes de agua. El ácido clorhídrico que se forma durante la condensación es neutralizado de tal modo, con 4 partes de hidróxido sódico como solución acuosa, que el pH es constantemente de 6.5. La temperatura no ha de rebasar 5°.

15. Después de terminada la condensación se ajusta al pH 7.5 por adición de solución diluida de hidróxido sódico, se adiciona 6.9 partes de nitrito sódico y se vierte en 200 partes de hielo y 25 partes de ácido clorhídrico al 30%. Al cabo de 30 minutos está terminada la diazotación. Se copula a 0-10° con 28.2 partes de ácido 2-ureido-5-oxinaftalin-7-sulfónico que han sido disueltas en 400 partes de agua bajo adición de 30 partes de carbonato sódico.

20. Aparte se prepara de modo conocido de por sí un colorante aminomonoazoico amarillo, diazotando 23.0 partes de ácido 1-amino-3-acetaminobencen-6-sulfónico, copulando con 32.3 partes de 2',5'-dicloro-4'-sulfo-1-fenil-3-metil-5-pirazolona, y saponificando subsiguientemente el grupo acetamino en solución sulfúrica.

25. 52.2 partes del colorante aminomonoazoico así preparado son disueltas como sal sódica en 300 partes de agua y (después

30.



244160

- de que la copulación del colorante que contiene cloruro de cianuro, mencionado en el penúltimo párrafo, haya quedado terminada) son adicionadas al mismo, siendo ajustada la mezcla a un pH de 6.5. Se calienta a 40°, se mantiene bajo agitación durante
5. 4-5 horas a esta temperatura y mediante adición a gotas de una solución acuosa de 4 partes de hidróxido sódico se mantiene el pH en lo posible constante a 6.5. Después de terminada la copulación se aumenta el pH a aproximadamente 8 y se precipita el colorante mediante adición de cloruro sódico, se lo filtra y
10. seca. Tíñe la fibra celulósica, según el procedimiento tintóreo Pad, en tonos de color naranja amarillento sólidos.
- Se obtiene un colorante similar que tíñe en tonos de un anaranjado algo más rojo, si en el ejemplo anterior se substituye, por una parte, la 2',5'-dicloro-4'-sulfo-1-fenil-3-metil-5-
15. -pirazolona por el ácido 5-pirazolón-3-carboxílico, por la otra el ácido 2-ureido-5-oxinaftalin-7-sulfónico por el ácido 2-acetamino-5-oxinaftalin-7-sulfónico, o por el ácido 2-amino-5-oxinaftalin-3,7-disulfónico.
- E J E M P L O 6.
20. Se diazota de modo conocido 18.8 partes de ácido 1,4-diaminobencen-3-sulfónico con un equivalente de ácido nitroso de tal manera que quede diazotado sólo el grupo amino en posición 1. El compuesto diazoico obtenido es copulado en solución acuosa alcalina que contiene carbonato sódico con 42.3 partes
25. de ácido 1-benzoilamino-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico.
- 62.2 partes del aminomonoazocolorante violeta así producido son disueltas como sal sódica en 400 partes de agua y esta solución es adicionada a una fina suspensión acuosa de 18.6 partes de cloruro de cianuro. Se mantiene la temperatura bajo
30. agitación entre 0 y 5° y se neutraliza el ácido clorhídrico que



16 S
244160

se forma durante la condensación, mediante adición a gotas de una solución acuosa diluída de 4 partes de hidróxido sódico de tal manera que el pH oscile siempre entre 6.0 y 6.5. La condensación está terminada después de 1 a 2 horas.

5. Para la segunda condensación son utilizadas, exactamente como en el ejemplo 5, 52.2 partes del aminomonoazocolorante amarillo que ha sido preparado a base de ácido 1-amino-3-acetoaminobencen-6-sulfónico diazotado, copulación alcalina con 2',5'-dicloro-4'-sulfo-1-fenil-3-metil-5-pirazolona y subsiguiente saponificación sulfúrica.

10. El producto de condensación secundario formado es segregado mediante sal de la solución ligeramente alcalina, filtrado y secado. Suministra sobre la fibra celulósica, según el procedimiento tintóreo Pad, una coloración sólida al lavado.

15. EJEMPLO 7.

20. 18.6 partes de cloruro de cianuro son disueltas por calentamiento en 50 partes de acetona y vertidas bajo buena agitación sobre 200 partes de agua y hielo. A esta suspensión fina es adicionada la solución ajustada al pH 7 de 18.8 partes de ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico en 300 partes de agua. El ácido clorhídrico que se forma durante la condensación es neutralizado con 4 partes de hidróxido sódico como solución acuosa de tal manera que el pH es constantemente de 6.5. La temperatura no ha de exceder de 5°.

25. Una vez terminada la primera condensación se añade ulteriores 18.8 partes de ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico en 300 partes de agua, se calienta a 40° y se cuida, por adición paulatina a gotas de una solución acuosa de 4 partes de hidróxido sódico, de que el pH siempre oscile entre 6.0 y 6.5. Después de una agitación de dos horas a 40° está terminada la segunda con-
- 30.



16

densación.

244160

5. Se enfría a 15-20° por adición de un poco de hielo y se tetrazota con adición de 50 partes de ácido clorhídrico al 30% y 14 partes de nitrito sódico en solución acuosa diluída. Después de una agitación de una hora la formación del compuesto tetrazoico está terminada.

10. Para la copulación se disuelve 65 partes de 2',5'-dicloro-4'-sulfo-1-fenil-3-metil-5-pirazolona en 400 partes de agua bajo adición de 50 partes de carbonato sódico. Se enfría esta solución a 10° y se deja afluir paulatinamente el compuesto tetrazoico.

15. El disazocolorante simétrico, así formado, puede ser precipitado mediante sal, filtrado y secado. Tiñe las fibras celulósicas según el procedimiento sintóreo Pad, en puros tonos amarillos que tiran a verde, muy sólidos.

20. El colorante simétrico No. 3 de la Tabla según el ejemplo 3, que contiene 2 moles del ácido 1-butirilamino-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico como componente de copulación, puede ser preparado igualmente con arreglo al procedimiento del presente ejemplo.

E J E M P L O 8.

22. 18.6 partes de cloruro de cianuro finamente dispersado son amasadas con hielo y se adiciona una solución neutra de 18.8 partes de ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico a una temperatura que no excede de 0°. Mediante adición a gotas de álcali se mantiene el pH a alrededor de 5-6. Tan pronto como quede terminada la condensación, se diazota por adición de 6.9 partes de nitrito sódico y 25 partes de ácido clorhídrico al 30%, a 0°. Se copula con 42.3 partes de ácido 1-benzoilamino-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico, disuelto con 30 partes de carbonato sódico en 400

30.



16 S
244160

partes de agua a 0°. Después de dos horas se ajusta con ácido clorhídrico al pH 5.5, y se mezcla con la solución ajustada al pH 7.5 de 32.1 partes de ácido 4-amino-2'-oxi-3',5'-dimetil-1,1'-azobencen-2-sulfónico en 400 partes de agua. La temperatura es graduada a 40° y se condensa por adición de álcali, ventajosamente a un pH de 6. Tan pronto como esté terminada la condensación, se ajusta al pH 8.5, se precipita por adición de cloruro sódico y se seca. El nuevo colorante tiñe la fibra celulósica en tonos rojos escarlata sólidos al lavado.

10. EJEMPLO 9.

1 parte del colorante obtenido según el ejemplo 1 es disuelta en 100 partes de agua.

15. Con esta solución se impregna a 80° en el Foulard un tejido de algodón, exprimiendo el líquido en exceso de tal manera que el género retenga 75% de su peso en solución de colorante.

20. El género así impregnado es secado, seguidamente impregnado a temperatura ambiente en una solución que contiene 10 g de hidróxido sódico y 300 g de cloruro sódico por litro, exprimido a 75% de absorción de líquido y vaporizado durante 60 segundos a 100-101°. Entonces es enjuagado, tratado en solución de bicarbonato sódico al 0.5%, enjuagado, enjabonado a temperatura de ebullición durante 1/4 de hora en una solución al 0.3% de un producto de lavar exento de iones, enjuagado y secado.

25. Resulta una coloración rojo escarlata fijada sólidamente a la ebullición. Si en vez de un tejido de algodón se utiliza un tejido de lana celulósica, entonces se obtiene un buen resultado similar.

30. De llevar a cabo la impregnación con la solución de colorante a 30° en vez de a 80° como se ha descrito, entonces se



obtiene un buen resultado semejante.

244160

16 SE

5.

La invención, dentro de su esencialidad, puede ser desarrollada en otras formas de realización que difieran en detalle de la indicada a título de ejemplo, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, realizarse con los medios y aparatos más adecuados, por quedar todo ello comprendido dentro del espíritu de las reivindicaciones.

16 SE

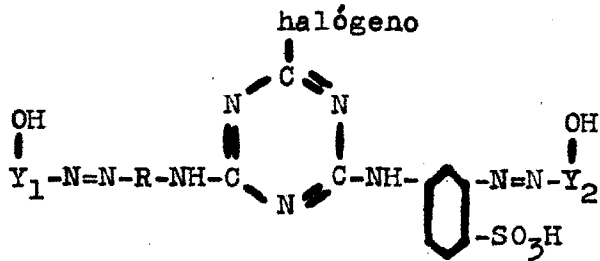


N O T A

244160

Descrito el objeto de la invención, se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridades suizas números 50.692 del 17 de Septiembre de 1957 y No. 62.824 del 12 de Agosto de 1958, existiendo en ambas unidad de invención.

- 5. 1. Procedimiento para la preparación de nuevos colorantes disazoicos, caracterizado porque se prepara colorantes de fórmula

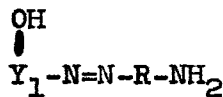


en la que significa

- 10. R un radical benceno que contiene grupos de ácido sulfónico y lleva el grupo -NH- en posición para, pero preferentemente meta con respecto al grupo azo, y

- 15. OH y OH sendos radicales de un componente de copulación enlazado con el grupo azo en posición vecina al grupo oxi de los que por lo menos uno presenta un grupo ácido de poder hidrodisolvente, mediante copulación o condensación.

- 20. 2. Procedimiento para la preparación de nuevos disazocolorantes, caracterizado porque se condensa 2,4,6-trihalogeno-1,3,5-triazinas, por una parte, con un monoazocolorante de fórmula



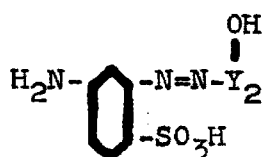
244160⁶



en la que significa

R un radical benceno que contiene grupos de ácido sulfónico, enlazado con el grupo azo en posición para, pero preferentemente meta, y

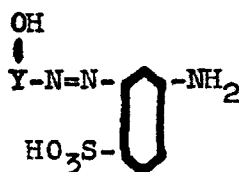
5. $\begin{matrix} \text{OH} \\ | \\ \text{Y}_1 \end{matrix}$ el radical de un componente de copulación que está enlazado con el puente azoico en posición vecina al grupo oxi y, por la otra, con un colorante monoazoico de fórmula



en la que significa

10. $\begin{matrix} \text{OH} \\ | \\ \text{Y}_2 \end{matrix}$ el radical de un componente de copulación enlazado con el puente azoico en posición vecina al grupo oxi, el cual tiene que presentar un grupo ácido de poder hidrodisolvente, siempre que OH no contenga ningún grupo de esta naturaleza. $\begin{matrix} | \\ \text{Y}_1 \end{matrix}$

15. 3. Procedimiento según la reivindicación 1 y 2, caracterizado porque se condensa cloruro de cianuro con dos monoazocolorantes, iguales o distintos, de fórmula



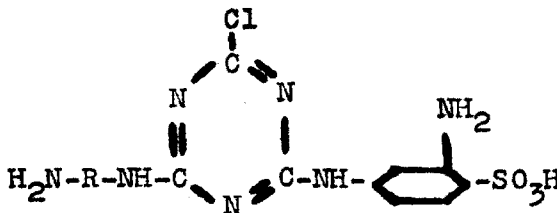
en la que significa

20. $\begin{matrix} \text{OH} \\ | \\ \text{Y} \end{matrix}$ el radical de un componente de copulación que contiene grupos de ácido sulfónico, que está enlazado con el puente azoico en posición vecina al grupo oxi.

244160¹⁶



5. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se copula tetrazocompuestos de diaminas de fórmula



en la que representa

5. R un radical benceno que contiene grupos de ácido sulfónico que está enlazado con el grupo -NH- en posición para o, preferentemente, en posición meta con respecto al grupo NH₂,

con dos componentes de copulación, iguales o distintos, enlazados en posición vecina al grupo oxi con el grupo azo, de los cuales por lo menos uno presenta un sustituyente ácido de poder hidrodisolvente.

10.

6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 a 5, caracterizado porque se selecciona las materias de partida de manera que se originan colorantes que presentan un radical de triazina que contiene cloro y por lo menos tres grupos de ácido sulfónico.

15.

7. Procedimiento para la preparación de nuevos colorantes disazoicos.

20.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de veintitrés hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 16 de Septiembre de 1958

CIEBA SOCIÉTÉ ANONYME

p.a.

JAIMESERN MIRALLES
P. P.
Jaime Sern Miralles

25.