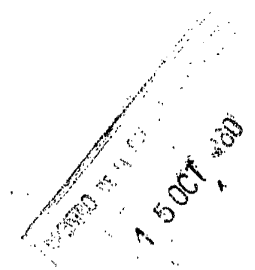


PATENTE DE INVENCION

Case 1237/A.

261690



261690

Memoria Descriptiva

sobre:

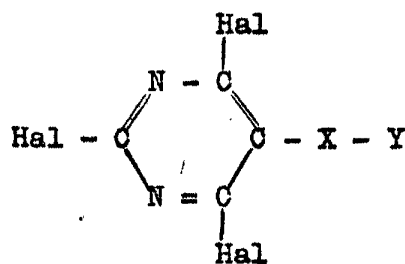
"Procedimiento para la obtención de colorantes reactivos".

=====

Solicitante: SANDOZ, A.G.. entidad suiza, residente en Basilea, Suiza.

=====

El objeto de la presente invención es un procedimiento para la obtención de colorantes reactivos que contienen por lo menos un grupo reactivo de la fórmula



261690

15 OCT. 1966



donde Hal significa un átomo de cloro o bromo, X un resto alquí-
lico, arílico, alquiloarílico o ariloalquílico e Y un grupo
carbonílico o sulfonílico. El procedimiento para su obtención
consiste en que los colorantes orgánicos que por lo menos

5. poseen un átomo de hidrógeno intercambiable, o los compuestos orgánicos, que por lo menos tienen un átomo de hidrógeno intercambiable y además por lo menos un sustituyente que los capacite para la formación de colorantes, se reaccionan con por lo menos 1 mol. de un derivado funcional, por ej. del
10. cloruro, de un ácido 2,4,6-trihalógeno-pirimidilo-5-alquilo-, alquiloarilo-, -ariloalquilo- o -arilo-carbónico o -sulfónico, y los productos de reacción obtenidos, si contienen restos de compuestos orgánicos con sustituyentes que los capaciten para la formación de colorantes, se transforman por reacción
15. adecuada en los colorantes correspondientes.

Los ácidos 2,4,6-trihalógeno-pirimidilo-5-alquilo-, alquiloarilo-ariloalquilo- o -arilo-carbónico- o -sulfó-
nico según la presente invención son, por ejemplo, los

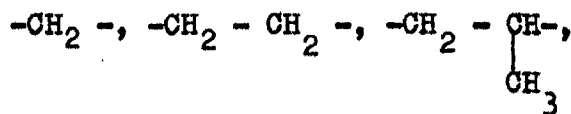
20. ácidos 2,4,6-tricloro resp. 2,4,6-tribromo-pirimidilo-5-
alquilocarbónico y -sulfónico, que contienen de 1 a 5
átomos de carbono en el resto alquílico, tal como ácido
2,4,6-tricloro- resp. 2,4,6-tribromopirimidilo-5-acético,
-5-propiónilo, -5-metil-acético, -5-butírico, -5-etiloe-
cético, -5-valeriánico, -5-(γ -metilo)-butírico, -5-(β ,
25. β -dimetilo)-propiónico, -5-caprónico, -5- (γ -metilo)
-valeriánico, -5-metilo-isopropilo-acético, -5-metanosul-
fónico, -5-etanosulfónico y -5-(metilo)-metanosulfónico,
-5-n-propanosulfónico, -5-(β -metilo)-etanosulfónico y
-5-butanosulfónico, ácidos 2,4,6-tricloro- resp. 2,4, 6 -
30. - tribromopirimidilo- 5 -alquiloarilo- , -ariloalquilo- o



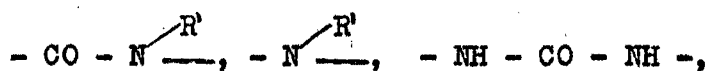
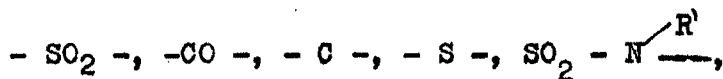
261690

-arilcarbónico y -sulfónico, tal como ácido 2,4,6-tricloro-resp. 2,4,6-tribromopirimidilo -5-fenilcarbónico, -5-fenilmetilo-carbónico y 5-metilfenilo-carbónico.

- El nuevo procedimiento es adecuado para todas las clases de colorantes solubles en agua y colorantes de dispersión de difícil solubilidad en agua. Bajo átomos de hidrógeno intercambiables se han de entender preferentemente los átomos de hidrógeno del grupo amino, en caso dado monosustituído por restos de alquilo, hidroxialquilo, alcoxialquilo o halógeno-alquilo. Por lo tanto, como colorantes orgánicos entran ante todo en consideración aquellos que por lo menos contengan un grupo de amino; aquí el grupo amino puede estar ligado directamente a un núcleo aromático de la molécula del colorante o indirectamente a través de una cadena alifática y en caso dado un miembro puente a la molécula del colorante. Como cadenas alifáticas sean mencionadas las siguientes:



- Como miembros puente entran por ejemplo los siguientes en consideración:



261690



Donde R' puede estar por hidrógeno, alquilo de baja molecularidad o hidroxialquilo, cicloalquilo, arilo o aralquilo, o - N_{R''}—, donde R'' está por un resto acílico.

Ejemplos dignos de mención de esta clase son

5. los colorantes aminomono- y aminopoliazóicos, colorantes aminoestirílicos, colorantes aminonitrosos, colorantes aminohidroxiquinofalónicos, colorantes aminocantraquinónicos y colorantes aminoftalocianínicos. Los colorantes aminomono- y aminopoliazóicos pueden llevar átomos de
10. metal coordinativamente ligados, por ejemplo, cromo, cobalto, níquel o cobre. Pero también se pueden reaccionar aquellos colorantes aminoazoicos con una halogenuro de ácido 2,4,6-trihalógenopirimidilo-5-alquilo-, alquiloarilo-, -ariloalquilo- o -arilocarbónico - o -sulfónico que
15. muestren agrupaciones metalizables. Tales colorantes se metalizan por ejemplo, en substancia después de la condensación o se reaccionan en forma libre de metal según uno de los métodos usuales con la fibra, pudiéndose tratar ulteriormente los tejidos obtenidos con medios cededores
20. de metal.

De acuerdo con la definición también se pueden obtener los colorantes, que por lo menos contienen una vez un grupo 2,4,6-trihalógenopirimidilo-5-alquilo-, alquiloarilo-, -ariloalquilo- o -arilocarbónico o -sulfónico,

25. si se parte de los compuestos orgánicos que contengan por lo menos un átomo de hidrógeno intercambiable y además un sustituyente que los capacite para la formación de colorantes. Para la reacción a los colorantes finales tiene un papel muy importante la copulación azoico. Aquí
30. se puede proceder reaccionando un compuesto, que contenga

261690



- por lo menos un átomo de hidrógeno intercambiable y además de amino diazotable, con un halogenuro del ácido 2,4,6-trihalógenopirimidilo-5-alquilo-, alquiloarilo-, ariloalquilo- o -arilocarbónico o -sulfónico, el producto
5. intermedio se diazoa y el compuesto diazo se copula con un componente de copulación a un colorante soluble en agua o a un colorante de dispersión de difícil solución en agua, o reaccionando un compuesto, que contenga por lo menos un átomo de hidrógeno intercambiable y además un sustituyente
10. transformable en un grupo amino diazotable, con un halogenuro del ácido 2,4,6-trihalogenopirimidilo -5-alquilo-, alquiloarilo-, ariloalquilo- o -arilocarbónico o -sulfónico, en el producto intermedio este sustituyente se transforma en el grupo amino, el cuerpo amínico de diazoa y el compuesto
15. diazo se copula a un colorante soluble en agua o a un colorante de dispersión de difícil solución el agua. Pero también se puede reaccionar un halogenuro del ácido 2,4,5-trihalógenopirimidilo-5-alquilo-, -alquiloarilo-, ariloalquilo, o -arilocarbónico - -sulfónico con un compuesto diamínico,
20. que contenga un grupo amínico reaccionable y uno tardo a la reacción, y a continuación emplear como componente diazo el producto de condensación así obtenido, que contiene un grupo amínico libre y el resto 2,4,6-trihalógenopirimidilo -5-alquilo-, -alquiloarilo-, ariloalquilo - o -arilocarbónico o -sulfónico.
- 25.

Por otra parte, los compuestos con por lo menos un átomo de hidrógeno intercambiable y un átomo de carbono copulable, por ejemplo, los compuestos de amino-hidroxi, se pueden condensar por un halogenuro del ácido 2,4,6-trihalógeno-pirimidilo-5-alquilo-, alquiloarilo-,

... a un producto

261690



intermedio , utilizable como componentes de acoplamiento.

Naturalmente también se puede copular el compuesto diazo de un componente diazo que contenga un resto 2,4,6-trihalogenopirimidilo-5-alquilo, -alquilo-arilo, ariloalquilo

5. o-arilocarbonílico - o -sulfónico, con un componente de copulación que asimismo contenga un resto 2,4,6-trialogenopirimidilo-5-alquilo, alquiloarilo-, -ariloalquilo o -arilocarbonílico- o -sulfónico.

10. Como compuestos orgánicos que pueden emplearse para la síntesis de los colorantes reactivos soluble en agua entran por ejemplo, en consideración: Los ácidos 1,3-resp. 1,4-diaminobenzolsulfónico resp. - carbónico, el ácido 4,4'-diamino-1,1'-difenilo-3-sulfónico, las 1-(3'-resp 4'-amino)-fenilo--3-metilo-5-pirazolonas, las aminohidroxi-
15. naftalinas y, preferentemente, sus ácidos sulfónicos, por ejemplo, el ácido 2-amino-5-hidroxi-naftalin-7-sulfónico, el ácido 2-amino-8-hidroxi-naftalin-6-sulfónico, el ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalino-4,6-disulfónico, el ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico.

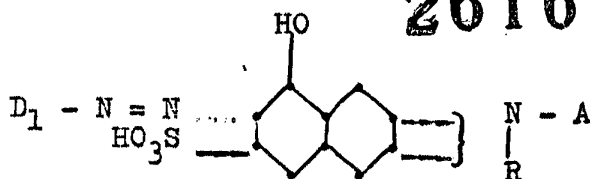
20. A continuación se mencionan algunos sistema de colorantes solubles en agua que caracterizan la invención sin que, sin embargo, se limite a estos sistemas. En la selección de los colorantes de partida, resp, de los componentes diazo y/o de copulación, se ha de prestar
25. siempre atención a que estos contengan un número suficiente de sustituyentes que lo hagan soluble en agua, por ejemplo, grupos de ácidos sulfónico y/o carboxílicos.

I. Colorantes azoicos

30. I) Los colorantes de la fórmula general

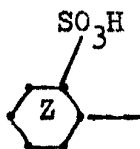


261690

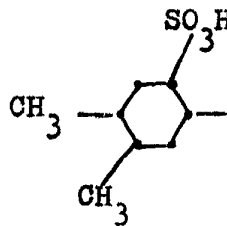
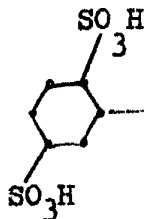
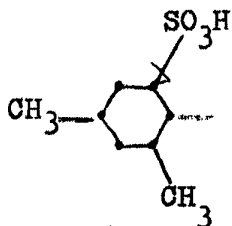
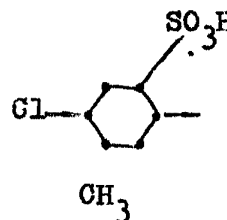
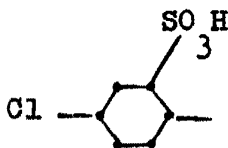
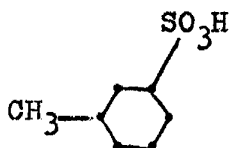


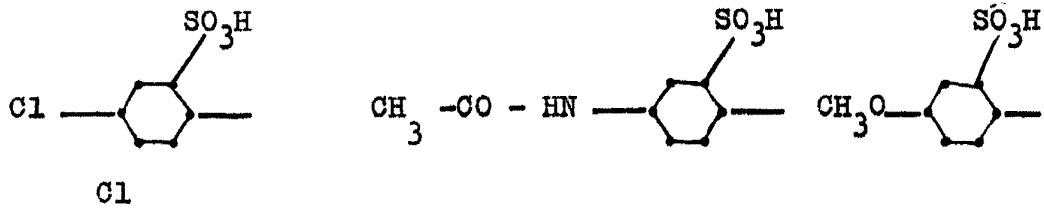
donde A significa un resto 2,4,6-trihalogenopirimidilo-5-alquilo-, -arilo-alquilo-, -alquiloarilo- o -arilocarboonílico o sulfónico.

5. R hidrógeno o unresto alquilíco de baja molecularidad y D_1 el resto de un componente diazoico que lleve por lo menos un grupo ácido, que lo haga soluble en agua y que, en caso dado, puede llevar grupos azo. Especialmente valiosos son los componentes diazoicos, cuyos restos D_1 corresponden a la fórmula

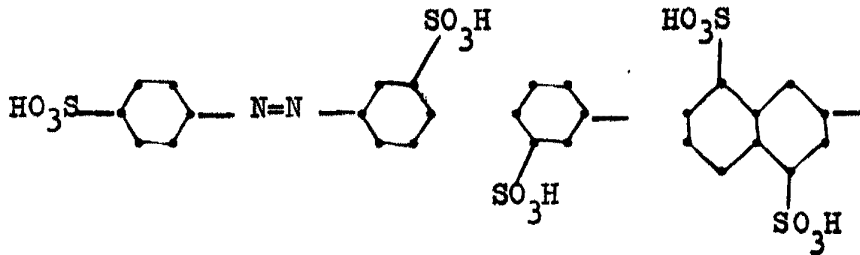


10. donde el núcleo benzólico Z puede llevar otros sustituyentes por ejemplo

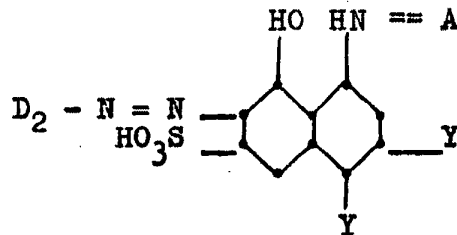




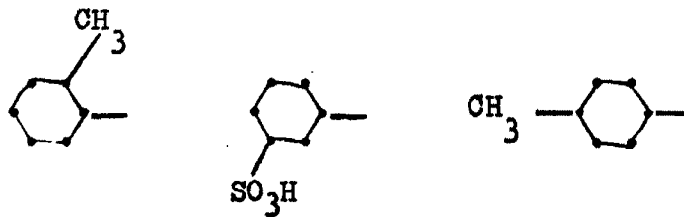
pero también entran en consideración, entre otros, los siguientes restos de componentes diazoicos



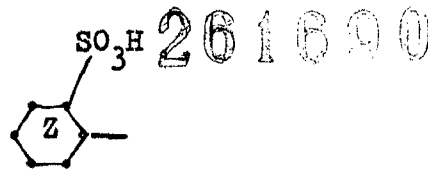
2) Los colorantes de la fórmula general



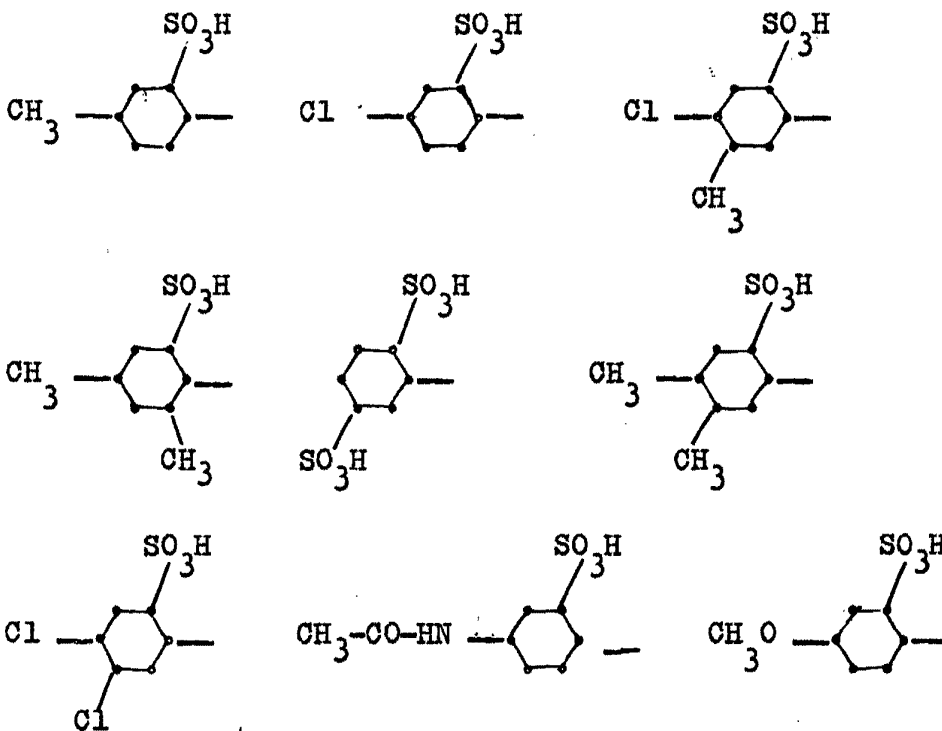
5. donde A tiene el significado indicado más arriba, un Y está por hidrógeno y el otro por un grupo de ácido sulfónico, y D significa el resto de un componente diazoico, que puede llevar grupos azo y grupos que lo hagan soluble en agua, por ejemplo,



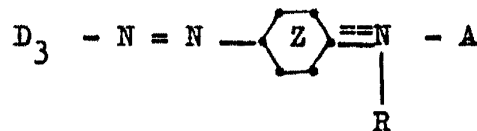
10. especialmente valiosos son los componentes diazoicos, cuyos restos corresponden a la fórmula



DONde el núcleo benzóico Z puede llevar ulteriores sustituyentes, por ejemplo.



3) Los colorantes de la fórmula general

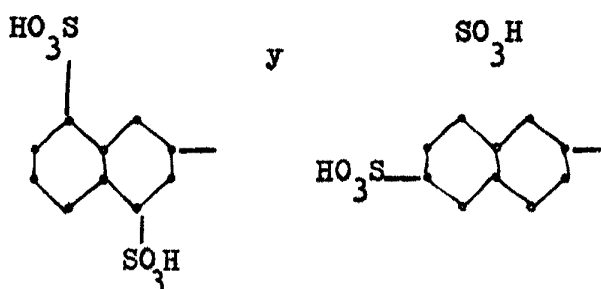


donde A y R tienen el significado arriba indicado.

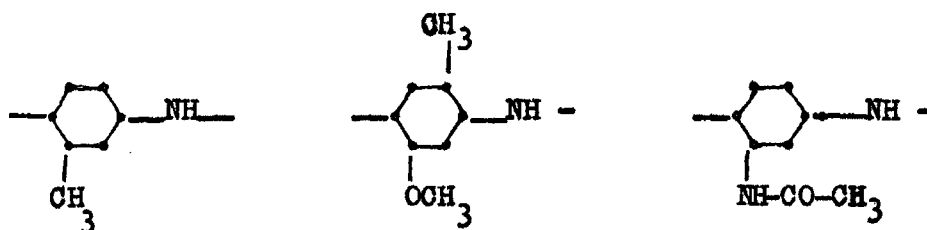
261696



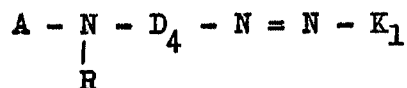
D₃ significa un componente diazoico con por lo menos un grupo ácido que lo haga soluble en agua y en caso dado alteriores sustituyentes, tal como grupos azoicos, especialmente los restos.



5. y el núcleo benzólico Z puede estar ulteriormente sustituidos, por ejemplo,



4) Los colorantes monoazoicos con por lo menos dos grupos ácidos, que los hagas solubles en agua, de la fórmula general.



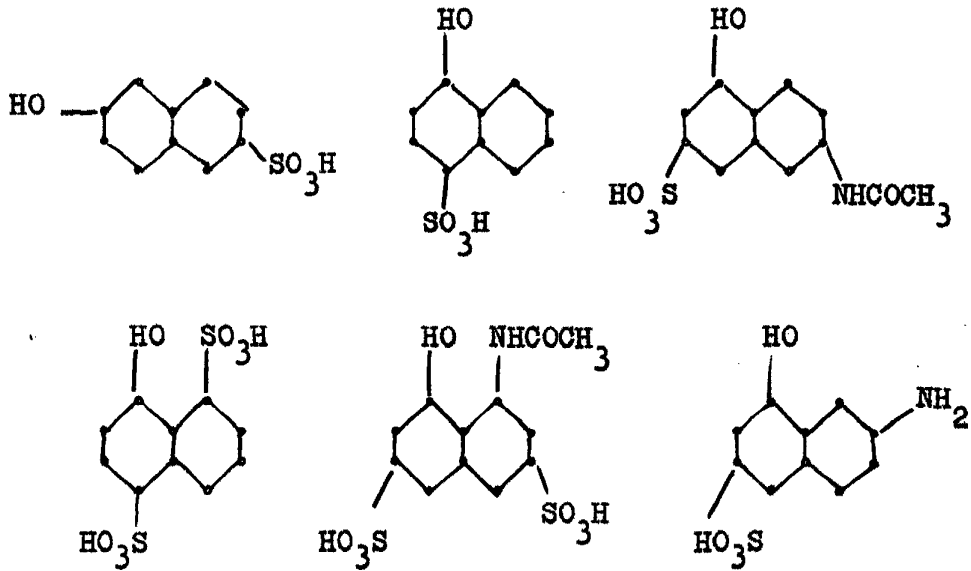
10. donde A y R tienen el significado de arriba, D₄ significa el resto de un componente diazoico, tal como por ejemplo



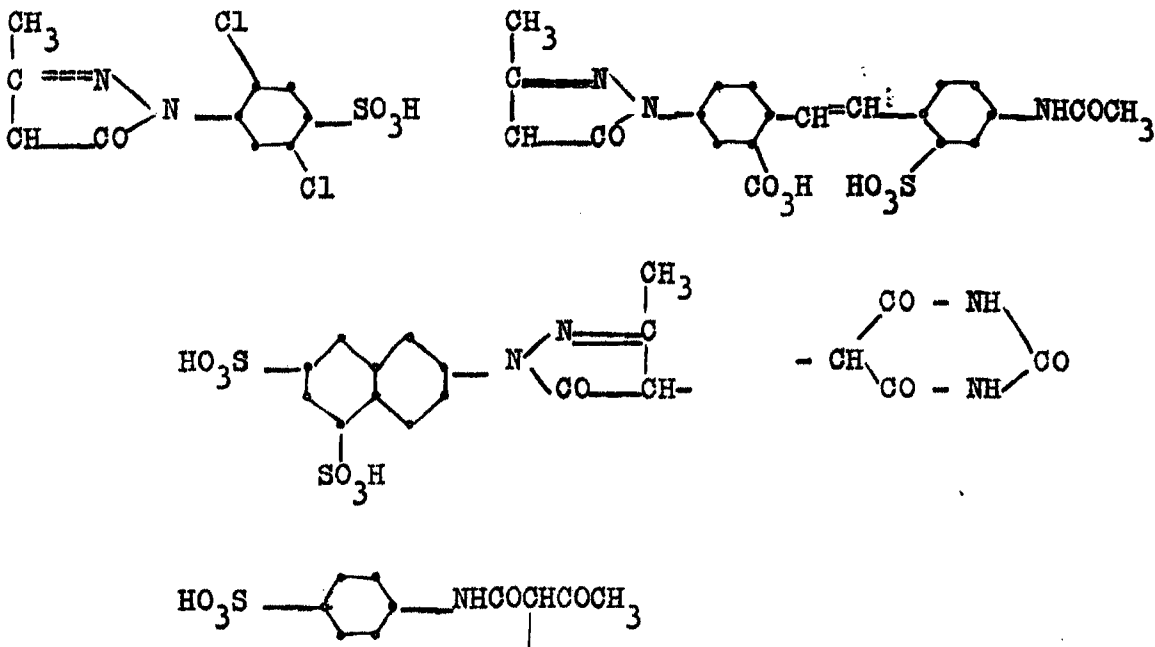


261690

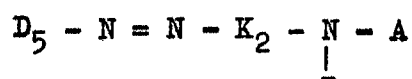
y K_1 el resto de un ácido hidroxinaftalinsulfónico, en caso dado ulteriormente sustituido, tal como por ejemplo



o un compuesto cetometilénico, tal como por ejemplo.



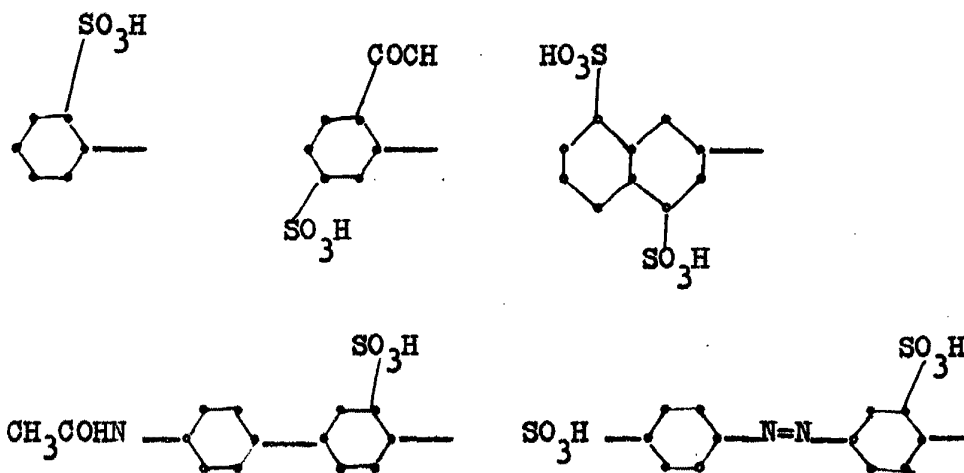
5) Los colorantes de la fórmula general



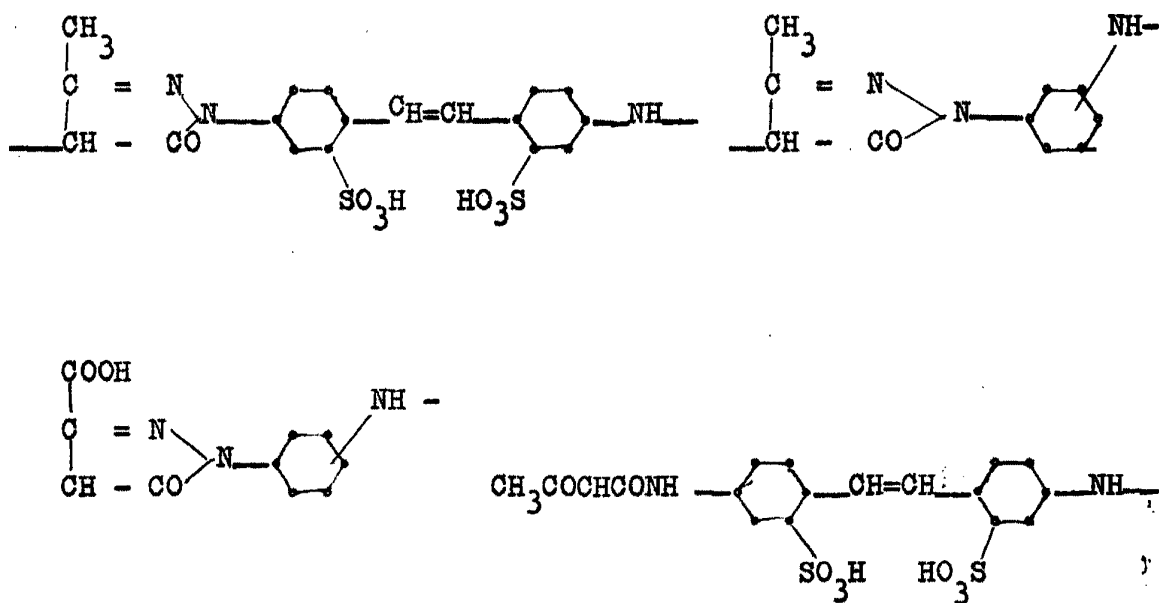
261690



donde A y R tienen el significado arriba indicado, D₅ está por el resto de un componente diazoico, que por lo menos contiene un grupo ácido sulfónico y en caso dado un grupo azoico, por ejemplo



5. y K₂ significa el resto de un componente de copulación, copulante en posición vecina a un grupo cetónico enolizable tal como





6) Los compuestos de complejo de metal de colorantes monoazoicos con por lo menos dos grupos ácidos que lo hagan soluble y por lo menos un resto 2,4,6-trihalógeno-pirimidilico-5-alquilo,-,alquiloarilo-,ariloalquilo- o arilocarbonílico o -sulfónico ligado a través de un puente de nitrógeno.

5.

Como átomos de metal entran en consideración cromo, cobalto, níquel, pero ante todo, sien embargo, cobre.

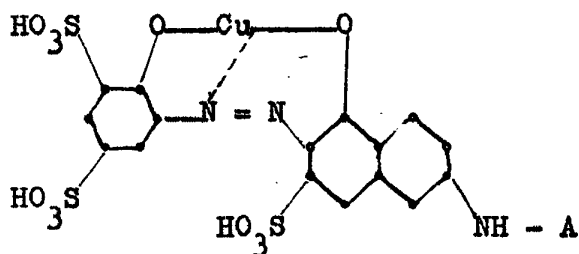
10.

Como componentes diazoicos para la síntesis de estos colorantes entran entre otros em consideración los 2-amino-1-hidroxibenzoles, 2-amino-1-hidroxi- y 1-amino-2-hidroxinaftalinas y ácidos 2-aminobenzol-1-carbónicos, mientras que como componentes de copulación se pueden emplear, por ejemplo, las 1-(amino)-arilo-5-pirazolonas y los ácidos aminohidroxinaftalinsulfónicos.

15.

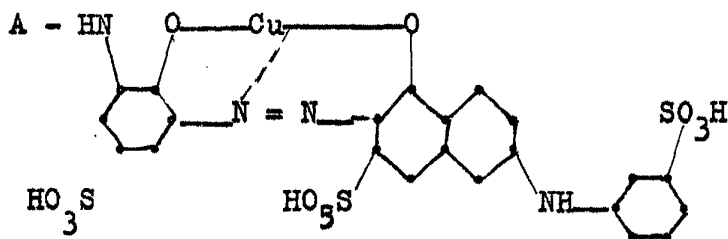
El resto 2,4,6-trihalógeno-pirimidilo-5-alquilo-,alquiloarilo-,ariloalquilo- o-arilocarbonílico puede aquí estar ligado al componente de copulación, tal como por ejemplo, en la siguiente combinación.

20.



o también, sin embargo, al componente diazoico, por ejemplo

261690

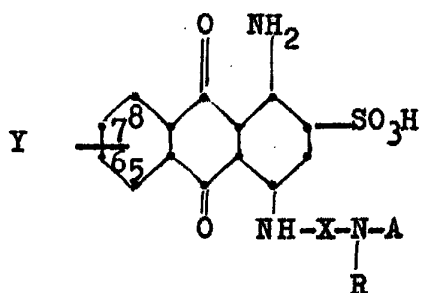


Naturalmente, no solo se pueden obtener complejos de metal 1 : 1, sino también complejos 2 : 1. Estos últimos contienen como átomos de metal preferentemente cromo o cobalto.

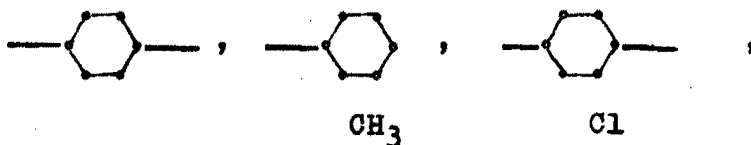
5. II. Colorantes antraquinónicos

Las aminoantraquinonas que se emplean poseen por lo menos dos grupos ácido sulfónicos. Su grupo amínico condensable está unido a través de un miembro puente, por ejemplo, un núcleo aromático, con el radical antraquinónico. A los colorantes antraquinónicos les corresponde por ejemplo, la siguiente fórmula general:

10.



donde A y R tienen los significados arriba indicados, X significa un miembro puente, que puede llevar grupos que lo hagan soluble en agua, por ejemplo





cifras 1, 2 o 3 y \bar{w} -OH o $\dagger\text{NH}_2$.

261690

- Estos colorantes aminoftalocianínicos se obtienen, según métodos conocidos, por reacción de ftalocianina, que en las posiciones 300 4 de los núcleos benzólicos contienen grupos de cloruro del ácido sulfónico, con diaminas adecuadas
5. alifáticas, cicloalifáticas o aromáticas o con monoaminas alifáticas, cicloalifáticas o aromáticas que muestren un sustituyente transformable en el grupo amínico. Aquí se obtienen, en la mayoría de los casos mezclas diferentes de
10. las etapas de condensación.

- La reacción de los compuestos solubles en agua que contienen un grupo amínico, empleados como productos iniciales, o los colorantes solubles en agua con un halogenuro del ácido 2,4,6-trihalógeno-pirimidilo-5-alquilo-, -alquilocarilo-,
15. -ariloalquilo, o -arilcarbónico o -sulfónico se efectúa en medio acuoso o acuoso -orgánico enfriado bien en presencia de medios ligadores de ácido, tal como carbonato sódico, hidróxido, sódico, hidróxido de bario, hidróxido de calcio o acetato sódico.

20. La acilización de los compuestos, que contienen un grupo amínico, que se emplean como productos de partida o los colorantes de dispersión de difícil solución en agua se puede efectuar en suspensión acuosa, en suspensión acuosa-orgánica o solución o en una solución en disolventes orgánicos
25. inertes.

- La reacción en medio acuoso-orgánico o acuoso se efectúa con reacción ligeramente alcalina, neutra hasta ligeramente ácida, preferentemente, sin embargo, dentro del
30. margen de los valores pH 7 hasta 3. La temperatura se adaptará a la capacidad de reacción de los distintos productos de



261690

- partida. Para la neutralización del equivalente de hidrógeno halogénico, que se forma, se le agrega a la solución o suspensión de reacción, bien al principio, un medio ligador de ácido, por ejemplo, acetato sódico, o bien se agrega durante la reacción, en pequeñas porciones carbonato o bicarbonato sódico o potásico, en forma sólida, pulverizada o como solución acuosa concentrada. Como medio de neutralización son también adecuadas las soluciones acuosas de hidróxido de sodio o potasio.
5. La adición a la solución o suspensión de reacción de reducidas cantidades de un medio reticulador o emulsionador puede acelerar la reacción. Si se trabaja en medio puramente orgánico, entonces es ventajoso adicionar a la mezcla de reacción, como medio ligador de ácido, una amina terciaria, tal como por ejemplo, aminobenzol dimetílico o dietílico, piridina o una mezcla de base de piridina.
- 10.
- 15.

- Para la acilización se puede emplear el halogenuro del ácido empleado como tal en forma concentrada. Sin embargo, es ventajoso disolver o suspender el halogenuro de ácido en doble hasta cinco veces la cantidad de dioxano, benzol, clorobenzol, benzol metílico, benzol dimetílico o acetona y gotear ésta solución resp. suspensión a la suspensión o solución del cuerpo que lleve el grupo amínico a una temperatura de por ejemplo, 0 hasta 20°C, preferentemente a unos 2-5°C en presencia de un medio ligador de ácido
- 20.
- 25.

- Terminada la condensación, resp, la copulación se precipitan en forma de sal los colorantes de reacción, solubles en agua, terminados, de sus soluciones o suspensiones en caso dado previamente neutralizadas, con cloruro de
- 30.

261690



sodio o potasio o se precipitan con ácido, a continuación se aspira, se lava y se secan.

El aislamiento de los colorantes de dispersión se efectúa por una de las operaciones fundamentales, tal como por ejemplo, filtración, concentración por evaporación del disolvente, precipitación del disolvente con un medio adecuado.

5.

Los colorantes de reacción solubles en agua,

10.

que llevan por lo menos un resto 2,4,6-trihalogenopirimidilo-5-alquilo-, alquiloarilo-, -ariloalquilo-, o-arilocarbonílico o -sulfónico, son adecuados para el teñido, estampación o impregnación de fibras de origen vegetal y animal, de fibras de celulosa regenerada, de fibras de caseína, de fibras celulósicas animalizadas, de fibras de poliamidas sintéticas, así como de mezclas de estas fibras, y de cuero.

15.

Los teñidos obtenidos, en caso dado sometidos a un ulterior tratamiento alcalino, a temperatura más elevada y a continuación saponificados, poseen buena solidez a la luz, al lavado, al fregado, al sudor, al agua y a la ebullición con sosa. La fijación del colorante sobre la fibra se puede efectuar ya a temperatura de ambiente en un baño alcalino.

20.

Los colorantes de dispersión de difícil solubilidad en agua, según la presente invención, que llevan un resto 2,4,6-trihalógenopirimidilo-5-alquilo-, -alquiloarilo-, -ariloalquilo- o -arilocarbónico o -sulfónico, son adecuados para el teñido, estampación o impregnación de fibras hidrófobas y mezclas de fibras, así como estructuras moldeadas de tales fibras, por ejemplo, de fibras o

25.

30.



261690

estructuras de éteres y ésteres de celulosa y de fibras y estructuras totalmente sintéticas, por ejemplo, aquellas de poliésteres lineales, poliuretanos, nitrilo poliacrílico y polimerizados mixtos, así como mezclas de estas fibras

5. o estructuras, preferentemente, sin embargo, de fibras de poliamida sintética y de fibras de nitrilo poliacrílico básicamente modificado.

Los tñidos poseen buena solidez a la luz, al sudor, al lavado, al fregado, a la sublimación, al plisado, a la termofijación y al agua de mar.

10.

El material a teñir se somete durante o después del teñido a estampación, resp, impregnación, a un tratamiento térmico. Al teñir, estampar o impregnar se pueden utilizar los medios usuales de reticulación

15.

igualación, espesamiento o auxiliares textiles, mientras que el tratamiento térmico se efectúa ventajosamente en presencia de medios ligadores del hidrógeno halogénico.

20.

Como medio de dispersión son ventajosamente adecuados los productos de condensación del ácido naftalinsulfónico y formaldehído, éster del ácido sulfosuccínico, aceite rojo turco, productos de condensación de fenoles alquílicos con óxido atilénico, jabones y otros medios de dispersión similares, en presencia o en ausencia de materiales protectores coloidales, tal como dextrinas, goma inglesa así como proteínas solubles en agua.

25.

La seda artificial de acetato, que a temperaturas superiores a 90°C es muy sensible, se tñe preferentemente a temperaturas entre 60 y 85°, mientras que la seda artificial de triacetato se puede teñir a 95-100°C.

30.

El teñido de las fibras totalmente sintéticas

17500



261690

(poliesteres lineales aromáticos, poliamidas, poliuretanos, nitrilo poliacrílico, cloruro polivinílico) se puede efectuar a temperaturas de 60-100°C. El emplearse temperaturas superiores a los 100°C se trabaja bajo presión.

5. Las fibras teñidas se pueden lavar, en caso dado, con agua caliente o con lavador sintético, después se enjuaga y se seca. En caso dado, el tratamiento se puede realizar con una base orgánica o inorgánica o un jabón alcalino o un limpiador alcalino en una sola operación.

10. Los colorantes de dispersión son también adecuados para la estampación de fibras artificiales con ayuda de medios dispersor. Ventajosamente se emplean pastas de estampación alcalina, por ejemplo, de bicarbonato sódico que también pueden llevar los aditivos usuales, tales como úrea, tiourea ecetera.

15. El mencionado cloruro del ácido 2,4,6-tricloropirimidilo-5-acético se prepara por reacción del aceite libre con cloruro tionílico, preferentemente con claro exceso. Se puede limpiar también en solución benzólica con carbón activo.

20. En los siguientes ejemplos las partes significan partes en peso, los porcentos son porcentos en peso y las temperaturas se indican en grados Celsio..

Ejemplo 1

25. 35,1 partes de ácido 6-(fenilazo)-2-amino-5-hidroxinaftalin-7,2'-disulfónico se disuelve con un valor pH de 7,0 en 2600 partes de agua. Remolinando bien se enfria a 3-5° y se gotea una solución de 38,5 partes de cloruro del ácido 2,4,6-tricloropirimidilo-5-acético en

30. 350 partes de acetona, manteniéndose la temperatura dentro

261690



de los 3-6°. El clorohidrógeno que se forma durante la reacción se neutraliza continuamente mediante la adición de carbonato sódico sólido, manteniéndose el valor pH de 6,5-7,2. Después de unas 6 horas ha terminado la reacción

5. El colorante se precipita mediante adición de cloruro sódico, se le filtra y la torta de filtrado se lava con una solución saturada de sal común. El colorante secado a 60° en un polvo rojo que en agua se disuelve bastante bien con color rojo-naranja.
10. 3 partes del colorante obtenidos según la descripción de arriba se disuelven en 100 partes de agua al que se le adicionan 10 partes de úrea y 0,5 partes de sodio ácido -1-nitrobenzol-3-sulfónico. Directamente antes del empleo se le agregan a la solución fría aún 30
15. partes de una solución al 10% de carbonato sódico. Con esta solución se impregna un tejido de celulosa, de manera que recoja 75% de su peso en solución de colorante. Después de secar se vaporiza el tejido en húmedo durante 1 hasta 3 minutos a 100-120°, a continuación se enjuaga
20. y se jabona hirviendo durante 15 minutos. Después de secar se obtiene un teñido naranja y de muy buena solidez al lavado y a la luz.

Por otra parte, el algodón se puede teñir también según el siguiente procedimiento con el colorante
25. arriba descrito. 30 partes del colorante se disuelven en 500 partes de agua. A continuación se prepara una solución de carbonato sódico mediante solución de 30 partes de carbonado sódico anhidro en 500 partes de agua y las dos soluciones se reúnen inmediatamente antes de la
30. impregnación del tejido de algodón. El tejido se impregna

261690



con esta solución de manera que recoja 75% de su peso en solución de colorantes. La mercancía teñida se envuelve en un folio de plástico y se almacena durante 1 hasta 4 horas a temperatura de ambiente. Después se enjuaga el tejido,

5. se jabona hirviendo durante 15 minutos a 100° con una solución que contenga 5 g de jabón y 2 g de carbonato sódico por litro, se vuelve a enjuagar y se seca.

- Colorantes análogos se obtienen si, en lugar del cloruro del ácido 2,4,6-tricloropirimidilo-5-acético, se emplea en cloruro del ácido 2,4,6-tricloropirimidilo-5-propionico resp. -5-etanosulfónico, el cloruro del ácido 4-(2',4',6'-tricloropirimidilo-5'metilo)-benzol-1-carbónico o el cloruro del ácido 4-(2',4',6'-tricloropirimidilo-5')-benzol-1-carbónico resp. -1-sulfónico o el cloruro del ácido 4-(2',4',6'-tricloropirimidilo-5')-fenilacético.
- 10.
- 15.

Ejemplo 2.

- 94 partes de ácido 1,3-diaminobenzol-6-sulfónico se disuelve neutro en 1500 partes de agua bajo adición de solución acuosa al 30% de hidroxido sódico. Con hielo se enfria a 0-3°, se agregan 200 partes de acetato sódico cristalizado y entonces, agitando muy bien, se gotea en el plazo de 30 minutos una solución de 200 partes de cloruro del ácido 2,4,6-tricloropirimidilo-5-acético en 800 partes de acetona anhidra. Simultáneamente se mantiene el valor pH en aproximadamente 6 mediante el goteo de una solución acuosa al 20% de carbonato sódico. Terminada la reacción se pone, con ácido clorhídrico concentrado, ácido al congo y el producto de reacción cristalino se filtra después de aproximadamente una hora más.
- 20.
- 25.

30. La cantidad filtrada en vacío, que corresponde



261690

- a 41.2 partes de material seco, del ácido 1-amino-(2',4',-6'-tricloropirimidilo-5-acetilo-amino)-benzol-6-sulfónico se suspende en 500 partes de agua y con hielo se enfria a 0-5°. Se agregan 30 partes de ácido clohídrico al 30% y
5. se diazoa directamente mediante lenta adición de una solución de nitrito sódico 4-n. La suspensión diazoica se vierte lentamente a una solución neutra de 32,3 partes de ácido -1(2',5'-dicloro)-fenilo-3-metilo-5-pirazolon-4'-sulfónico en 300 partes de agua. Goteando una solución
10. acuosa al 20% de carbonato sódico se pone a un valor pH de aproximación 7. Después de agitar durante la noche el colorante se separa totalmente con cloruro sódico, se filtra y se seca en vacio a unos 70°. El colorante molido es un polvo amarillo que se disuelve en agua con color
15. amarillo.

- Un tejido de celulosa se trata al Foulard con una solución calentada a 35 hasta 50° de 15 partes del colorante obtenido según los datos de más arriba, 20 partes de sulfato sódico calcinado y 30 partes de carbonato
20. potásico en 1000 partes de agua con un efecto exprimidor de 70 hasta 90%. El material textil así impregnado se enrolla y se mueve enrollado y durante 5 hasta 8 horas a temperatura de ambiente en una caja cerrada, adecuada para esto y que permita el mantenimiento de una humedad
25. constante. A continuación se enjuaga a fondo el tejido en agua fría y caliente, se jabona ahora hirviendo durante unos 20 minutos, se vuelve a enjuagar y después se seca.

El teñido amarillo tirando a verde, así obtenido, es excelente sólido al mojado y a la luz.

30. Colorantes análogos se obtienen si, en lugar del



261690

cloruro del ácido 2,4,6-tricloropirimidilo-5-acético, se emplea el bromuro del ácido 2,4,6-tribromopirimidilo-5-acético.

5. En forma totalmente análoga se puede en lugar del ácido 1,3-diaminobenzol-6-sulfónico, acilar el ácido 1,4-diaminobenzol-6-sulfónico con cloruro del ácido 2,4,6-tricloropirimidilo-5-acético. El colorante obtenido por diazoación y copulación a ácido 1-(2',5'-dicloro)-fenilo-3-metilo-5-pirazolon-4'-sulfónico, da una estampación amarilla tirando a rojo con excelente solidez a la luz y al mojado.
- 10.

Ejemplo 3

- 24,5 partes del colorante ácido 1-amino-4-(4'-amino)-fenilamino-antraquinona-2,7-disulfónicos se disuelven neutro en 1000 partes de agua y unas 15 partes de solución al 30% de hidróxido sódico. Se enfría con hielo a 0°. Agitando muy fuerte se gotean en el plazo de unos 40 minutos 40 partes de cloruro del ácido 2,4,6-tricloropirimidilo-5-acético que se ha disuelto en 200 partes de acetona anhidra. Goteando cuidadosamente solución acuosa al 30% de hidróxido sódico se mantiene el colorante disuelto durante la acilización. La temperatura se mantiene con hielo a 0°. Terminada la acilización se separa el colorante mediante la adición de cloruro sódico.
- 15.
- 20.
25. Este se filtra y el vacío se seca a unos 60°. El polvo oscuro obtenido se disuelve en agua con color azul. Mediante la impregnación de fibras de celulosa con una solución acuosa de este colorante y ulterior tratamiento alcalino o tratamiento térmico en presencia de medios de reacción alcalina se obtienen teñidos azules sólidos a la
- 30.



261690

luz y al mojado.

En forma análoga se obtiene un colorante por condensación de cloruro del ácido 2,4,6-tricloropirimidilo-5-butítico en lugar del cloruro del ácido 2,4,6-tricloropirimidilo-5-acético.

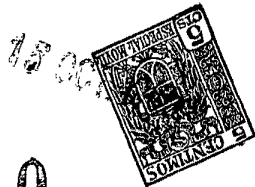
5.

Ejemplo 4

- 57,6 partes de ftalocianina de cobre se introducen en 270 partes de ácido clorosulfónico y la solución se calienta durante 3 horas a 140 hasta 145°. Después de enfriar a temperatura de ambiente se vierte sobre una mezcla de hielo-agua, la precipitación se filtra a 0° y se lava con ácido clorhidrogénico frío como el hielo y diluido. La torta de prensado se mezcla con 300 partes de hielo y 300 partes de agua y a continuación se pone, mediante la adición de sosa caustica diluída, a un vapor pH de 5. A continuación se esparcen 15 partes de 1-amino-4-acetilo-aminobenzol y a la solución se calienta lentamente a 45 hasta 50°, manteniéndose, mediante adición de sosa caustica diluída, el valor pH a 5,0. Después de 3 horas se pone la solución ligeramente alcalina mediante la adición de sosa cáustica y se calienta durante una hora a 80°. A esta temperatura se agregan 200 partes de ácido clorhidrogénico al 30% y la mezcla se mantiene a 70-80° hasta que el grupo acetílico esté totalmente dissociado. Después se filtra el compuesto amínico libre precipitado y se le lava con ácido clorhídrico diluído.

- La torta de filtrado se disuelve neutro en 1000 partes de agua, mediante adición de solución acuosa al 30% de hidróxido sodico. La solución se enfría con hielo a 0°. Agitando muy fuertemente se gotean en unos 40 minutos 60

30.



261690

partes de cloruro del ácido 2,4,6-tricloropirimidilo
5-acético que se disolvió en 200 partes de acetona anhidro.
Mediante el cuidadoso goteo de solución acuosa al 30% de
hidróxido sódico se mantiene, durante la acilización,

5. disuelto el colorante. La temperatura se mantiene a 0°
mediante la adición de hielo.

Terminada la acilización se separa el colorante
mediante la adición de cloruro sódico. El colorante
filtrado se seca y después se muele. Es un polvo azul

10. oscuro que, en agua, se disuelve con color azul turquesa.

Satén de algodón se estampa con una pasta de
estampación de la siguiente composición:

30 partes del colorante obtenido según los datos
de arriba.

15. 100 partes de úrea
490 partes de agua
350 partes de un espesante de alginato sódico al
(%.

30 partes de carbonato sódico

20. 1000 partes

El material textil secado se vaporiza durante 10 hasta
15 minutos a 102 hasta 104° y a continuación se enjuaga
a fondo en frío y caliente. Después de jabonar hirviendo
y volver a enjuagar y secar se obtiene una estampación

25. brillante, azul turquesa de buena solidez al mojado y a la
luz.

Ejemplo 5

42,1 partes del colorante ácido 2-(a' amino-2'-
metilo)-fenilo-azonaftalina-4,8-disulfónico se disuelve

30. neutro en 1200 partes de agua mediante adición de solución



261690

- al 30% de hidróxido sódico. A la solución se le agregan 54,5 partes de acetato sódico cristalizado y entonces se enfría con hielo a 0 - 5°. Agitando muy fuertemente se gotea, en el plazo de una hora, una solución de 54 partes
5. de cloruro del ácido 2,4,6-tricloropirimidilo-5-acético y 120 partes de clorobenzol, Terminada la condensación se pone ligeramente alcalino con carbonato sódico y el colorante se precipita en forma de sal mediante la adición de cloruro sódico. El colorante filtrado se seda y después
10. se muele. Es un polvo amarillo que, en agua, se disuelve con color amarillo.

- Satén de algodón se trata al Foulard con una solución neutra al 3% fría o caliente, del colorante obtenido según los datos de arriba, con un efecto exprimidor
15. de aproximadamente, un 75%. El material así impregnado se enrolla y se seca. Para fijar el material textil durante aproximadamente una hora en un baño revelador de unos 20 hasta 90° de calor, que contenga 250 partes de sulfato de sodio o 250 partes de cloruro sódico y 15 partes de fosfato
20. trisódico por cada 1000 partes de solución. La proporción de baño seleccionada para la fijación es de aproximadamente 1:15 hasta 1:50. En lugar del fosfato trisódico puede contener el baño de revelado también 2 cm/L de sosa caústica al 30% o 40 g/L de carbonato potásico. El material
25. así tratado se enjuaga a fondo en agua fría, a continuación se jabona hirviendo durante 20 minutos, se vuelve a enjuagar y después se seca. El teñido amarillo tirando a rojo así obtenido, es excelentemente sólido al mojado, a la luz y al hervor con sosa. Se caracteriza además por su
30. aptitud para el apresto inarrugable.



261690

Ejemplo 6

- 43,8 partes del colorante aminoazoico, obtenido por copulación ácida de 1-amino-4-nitrobenzol diazocado con ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico y reducción del grupo nitro con sodio sulfúrico, se disuelve en 400 partes de agua con sosa caústica al 30%. La solución se enfría con hielo desde el exterior a 0°. En el plazo de unos 60 minutos se gotea una solución de 50 partes de cloruro del ácido 2,4,6-tricloropirimidilo-5-acético en 200 partes de acetona y simultáneamente se mantiene con bicarbonato sódico el pH a 7. El colorante acilado se precipita y se filtra directamente. La pasta de colorante obtenida se disuelve neutro en 500 partes de agua y la solución se enfría a 5°. A la solución se le agrega la suspensión del compuesto diazoico de 29,0 partes de ácido 1-amino-3-(2',4',5' -tricloropirimidilo-5' -acetilamino)-benzol-6-sulfónico y a continuación aún acetato sódico cristalizado, de manera que valor pH suba a aproximadamente 6. Al día siguiente se calienta a 60° y el colorante diazoico se aísla directamente por filtración. Secado es un polvo negro.

Las fibras de celulosa se tiñen según el proceso de agotamiento, según la concentración de colorante empleada, en tonalidades gris verdes hasta negras. El rendimiento en colorante fijado asciende particularmente al 100%. Los tintes son sólidos a la ebullición con sosa, al lavado, al sudor y a la luz. Un colorante similar se obtiene si para la copulación ácida se emplea el ácido 1-amino-4-nitrobenzol-2-sulfónico en lugar del 1-amino-4-nitrobenzol.

Igual de valiosos son los colorantes diazoicos



261690

que se obtienen en forma análoga mediante copulación de 2 moléculas de ácido 1-amino-3-(2',4',6'-tricloropirimidilo-5'-acetiloamino)-benzol-6-sulfónico diazoado con 1 molécula de ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-resp. -4,6 -

5. disulfónico.

Ejemplo 7

La cantidad de material filtrado correspondiente a 41,2 partes de material seco del ácido 1-amino-3-(2',4'-6'-tricloropirimidilo-5-acetilamino)-benzol-6-sulfónico, obtenido según el ejemplo 2, se suspende en 500 partes de agua y con hielo se enfría a 0-5°. Se agregan 30 partes de ácido clorhídrico al 30% y se diazoa directamente mediante la lenta adición de solución de nitrito sódico 4-n.

El compuesto diazótico se filtra y se introduce lentamente en una solución neutra de 30,4 partes de ácido 1-hidroxinaftalin-4,7-disulfónico. Mediante adición de bicarbonato sódico se pone alcalino el valor pH de la masa de copulación.

El colorante formado se separa mediante adición de cloruro sódico y después se filtra. Después de secar y moler se obtiene un polvo rojo.

1,5 partes del colorante obtenido según los datos de arriba se disuelven en 3000 partes de agua desendurecida de 40°, en este baño se introducen 100 partes de satén de algodón mercerizado, se calienta después de agregar 75 partes de sulfato sódico calcinado en el plazo de 15 minutos a 90° y a continuación se vuelven a agregar 75 partes de sulfato sódico calcinado y 60 partes de carbonato sódico calcinado. Después de haberse seguido tificando durante 1 hora a 90°, se enjuaga bien el material en frío y caliente,

261690



se jabona hirviendo durante 10 - 20 minutos con una solución de 2g/L de un sulfato del éter alquilo-poliglicólico, después se vuelve a enjuagar y finalmente se seca. Se obtiene así un tejido sólido a la luz y al mojado.

5. Ejemplo 8

- 32 partes de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico se disuelven en 100 partes de agua mediante adición de solución de hidróxido sódico con un valor pH de 6,5. A la solución se le agregan 100 partes de hielo machacado y 50 partes de acetato sódico cristalizado y después en el transcurso de unos 30 minutos, se gotea una solución de 40 partes de cloruro del ácido 2,4,6-tricloropirimidilo-5-acético. Simultáneamente se mantiene el valor pH a aproximadamente 6 mediante el goteo de una solución acuosa al 20% de carbonato sódico. El producto de condensación se precipita parcialmente en forma de cristalina y después se puede separar totalmente con sal común. El producto se filtra.

20. Para la obtención del colorante de diazoan directamente, en la forma usual, 17,3 partes de ácido 1-aminobenzol-2-sulfónico y la suspensión diazoica obtenida se deja fluir en la solución fría del material filtrado en 400 partes de agua.

25. A continuación se ajusta el valor pH a 5 hasta 6 mediante la adición de acetato sódico cristalizado. El colorante se aísla mediante precipitación en forma de sal y filtración, después se seca y se muele. Es un polvo rojo.

30. Un tejido de algodón mercerizado se estampa con una pasta de estampación de la siguiente composición:



20 partes del colorante obtenido según los datos de arriba.

100 partes de úrea.

360 partes de agua

261690

5. 500 partes de espesante tragant al 6%

20 partes de carbonato sódico

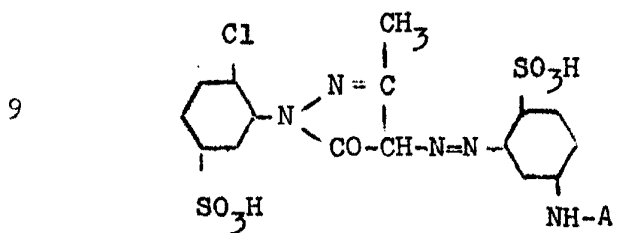
1000 partes

10. El tejido se seca y se vaporiza durante 10 minutos. A continuación se enjuaga en frío o hirviendo y se seca, Se obtiene una estampación rojo viva con excelente solidez al mojado.

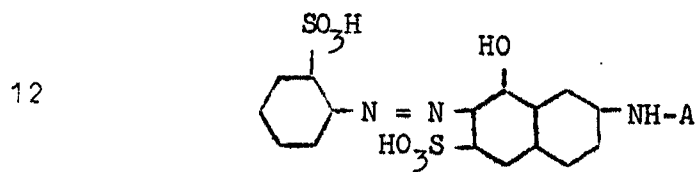
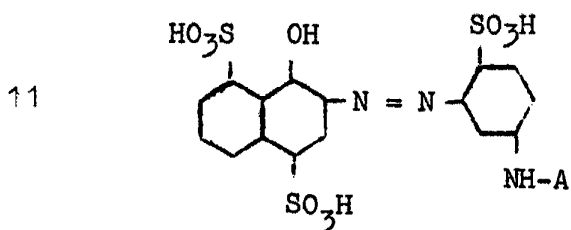
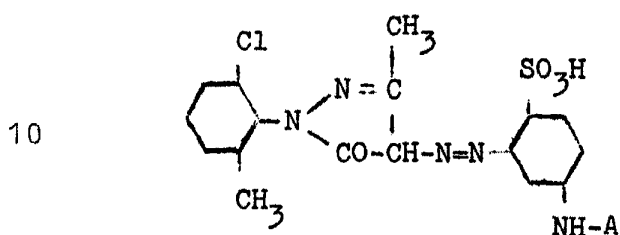
15. Mediante el empleo de ácido 1-amino-4-metilbenzol-2-sulfónico, en lugar del ácido 1-aminobenzol-2-sulfónico, se obtiene un colorante con el que se logran estampaciones rojas vivas, tirando más a azul.

20. En forma análoga se puede, en lugar de l ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico, acilar el ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-4,6-disulfónico, con cloruro del ácido 2,4,6-tricloropirimidilo-5-acético. El colorante obtenido de esto con ácido 1-aminobenzol-2-sulfónico diazoado da una estampación de color escarlata con excelente solidez a la luz y al mojado.

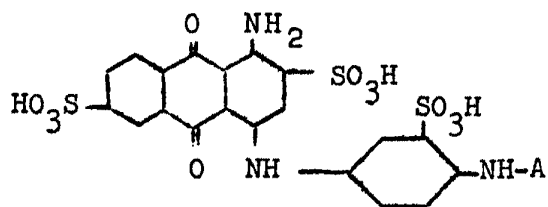
25. En la siguiente tabla se mencionan otros colorantes reactivos que se obtienen según las indicaciones de los ejemplos 1 hasta 8. En esta tabla significa A el resto 2,4,6-tricloropirimidilo-5-acético, B el resto 2,4,6-tricloropirimidilo-5-propionílico y PC el resto ftalocianínico de cobre.



261690

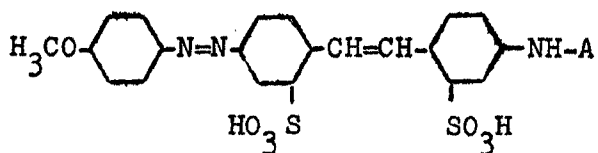


13

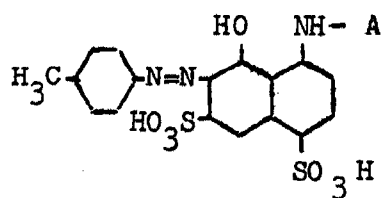


261690

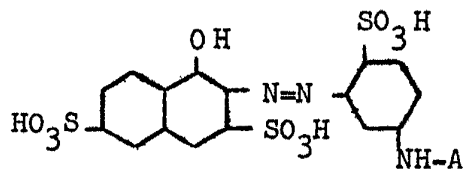
14

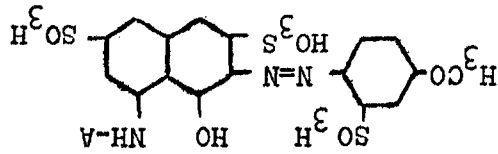


15

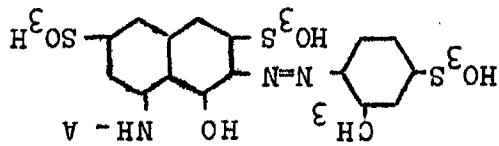


16

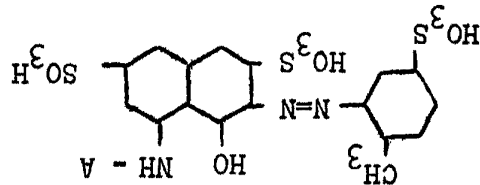




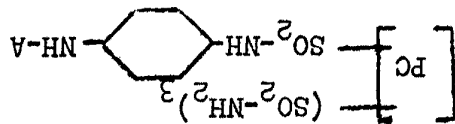
21



20

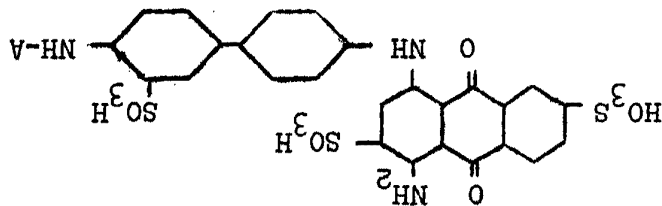


19



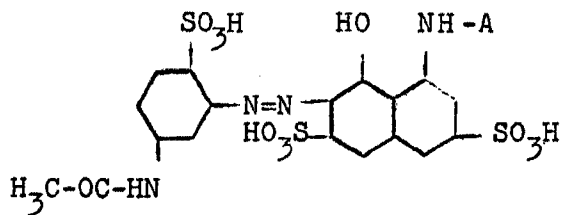
18

261690



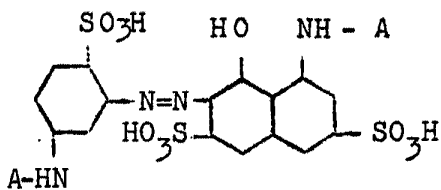
17

22

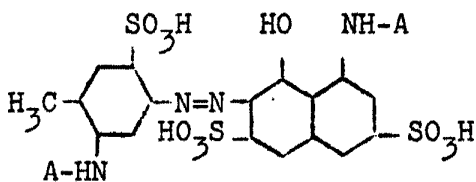


261690

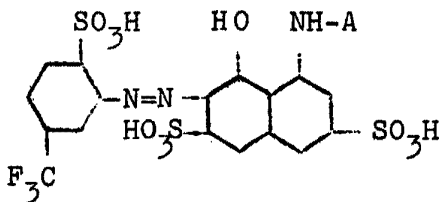
23



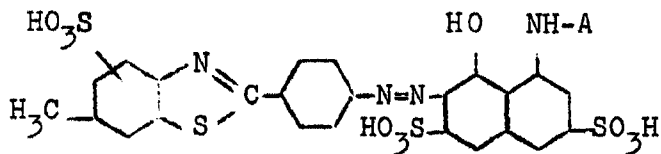
24



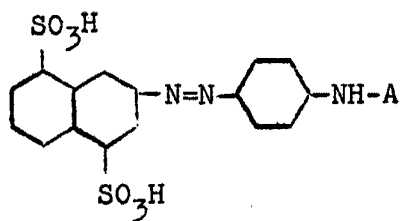
25



26

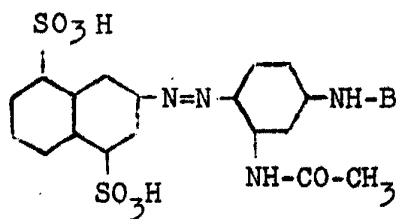


27

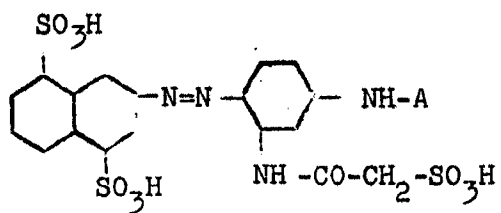


261690

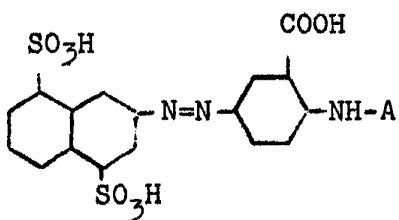
28



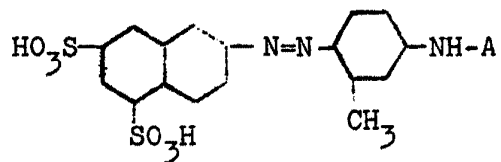
29

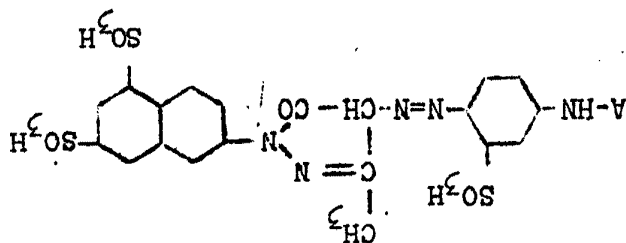


30

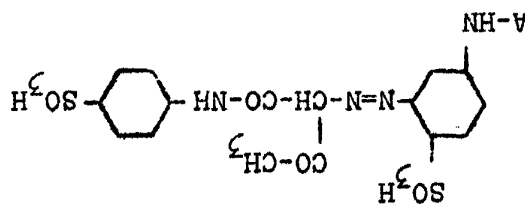


31

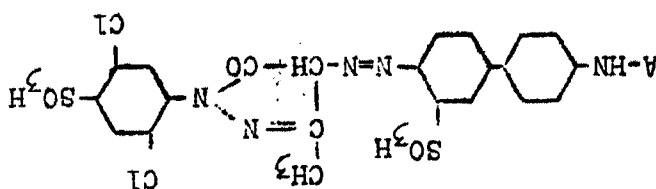




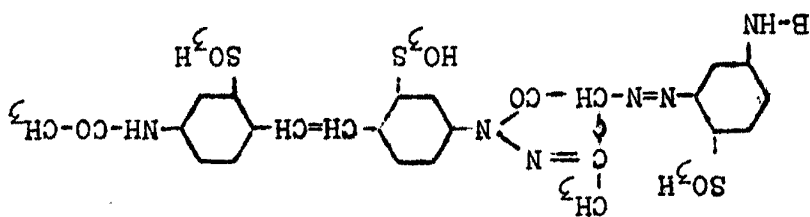
36



35

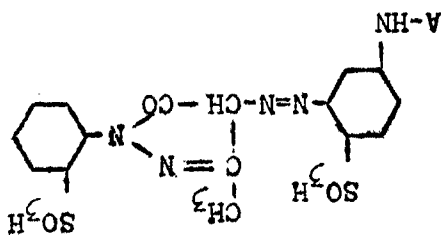


34



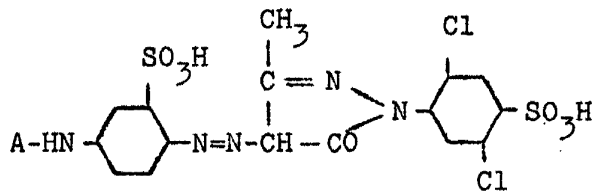
33

261690



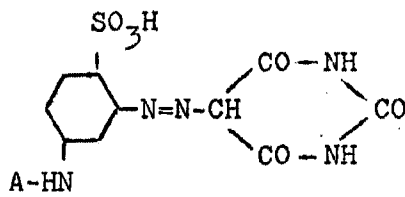
32

37

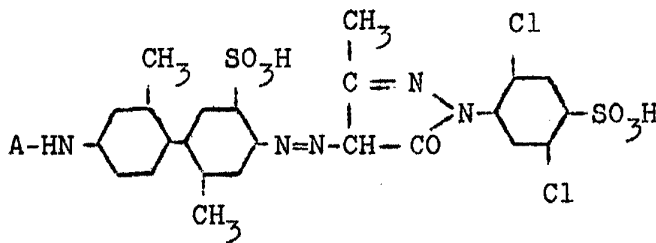


261690

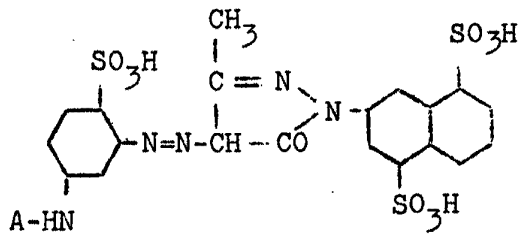
38



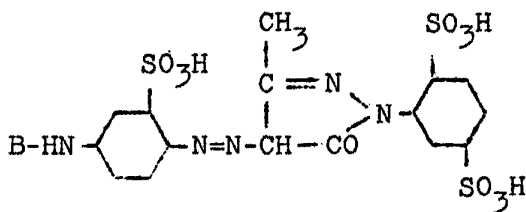
39



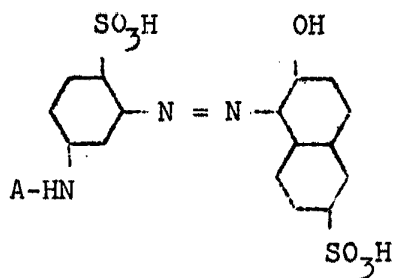
40



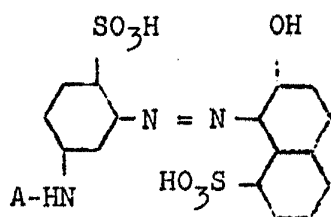
41



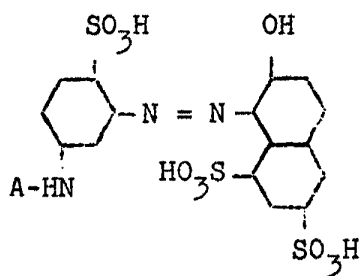
42



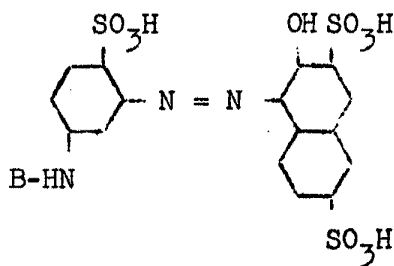
43



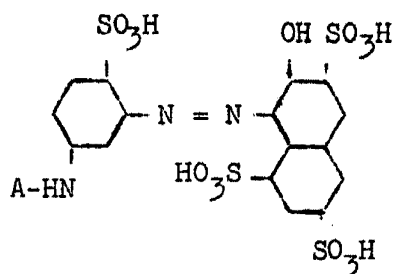
44



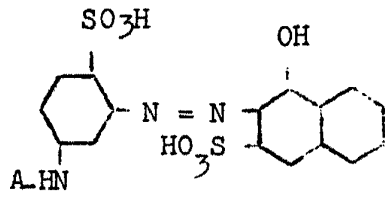
45



46

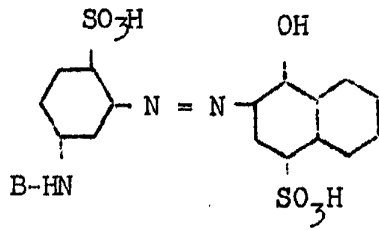


47

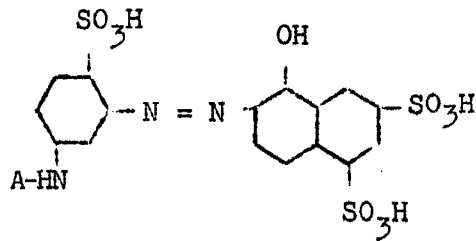


261690

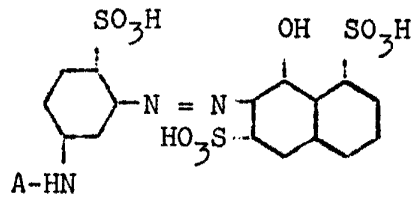
48



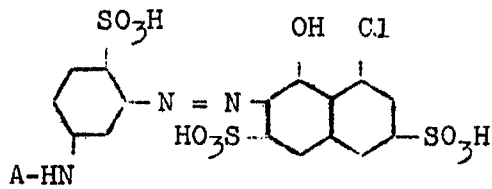
49

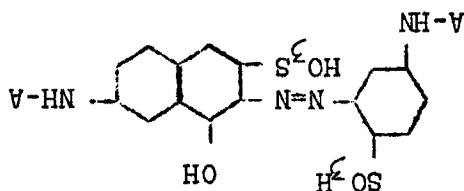


50

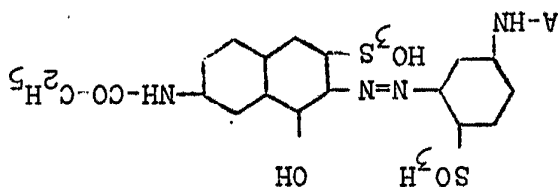


51

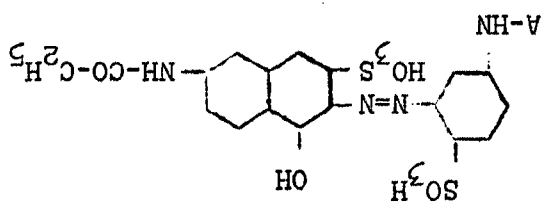




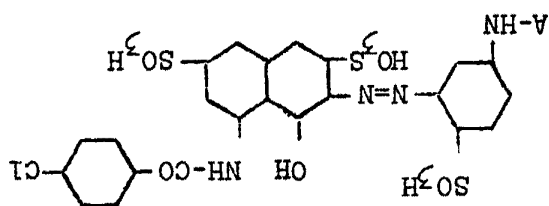
56



55

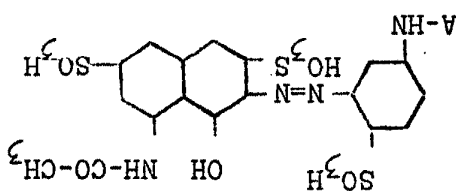


54

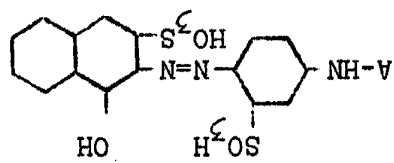


53

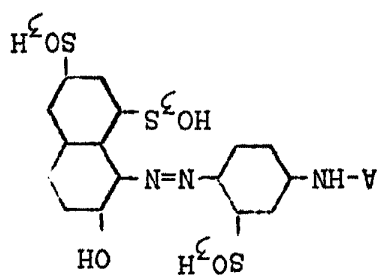
261690



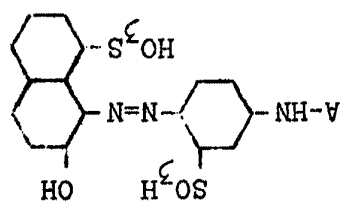
52



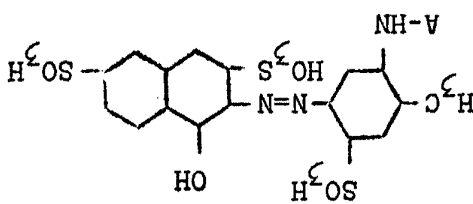
59



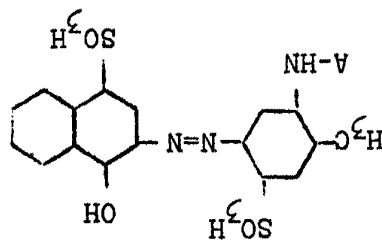
60



58



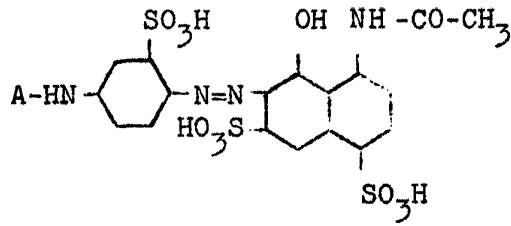
57



56

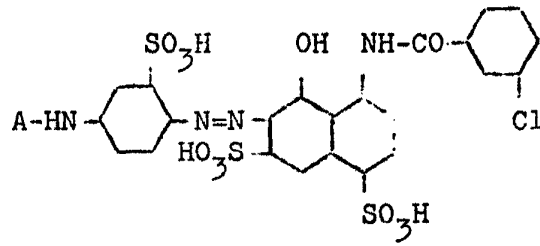
261690

62

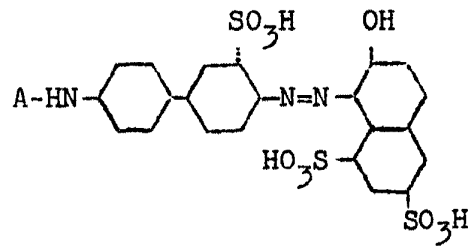


261690

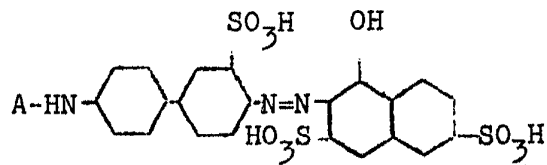
63



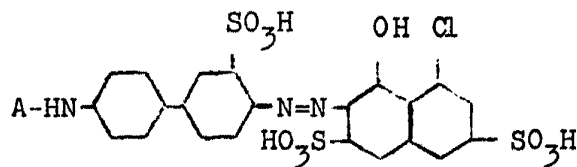
64



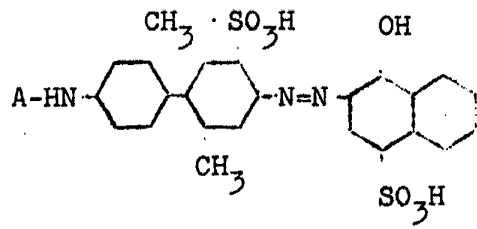
65



66

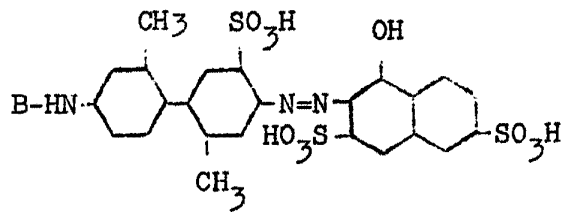


67

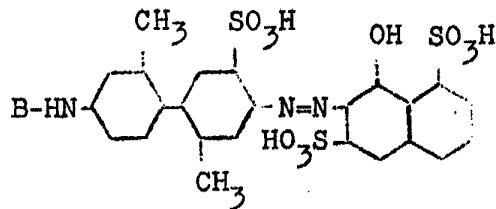


261690

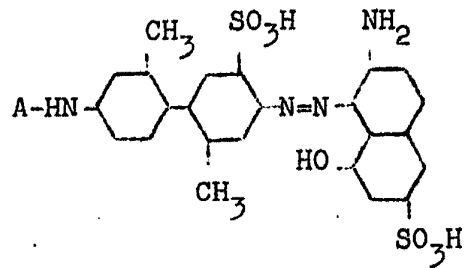
68



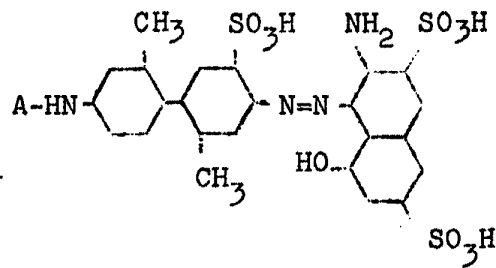
69



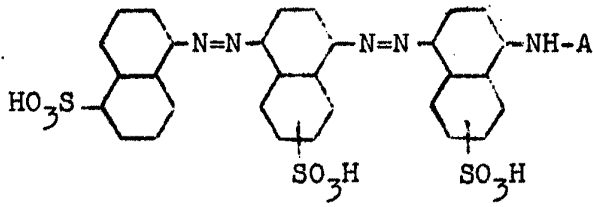
70



71

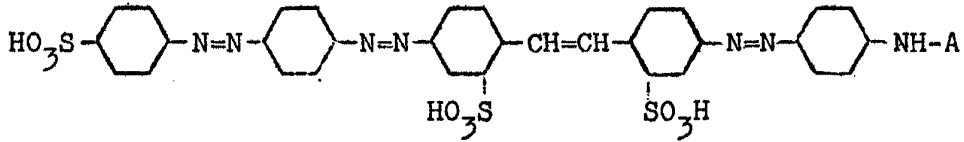


72

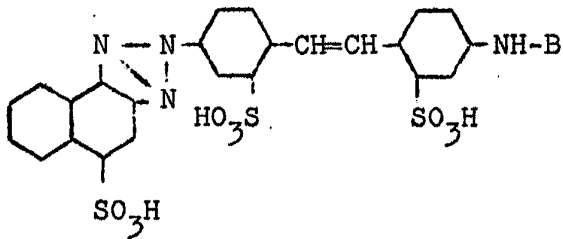


261690

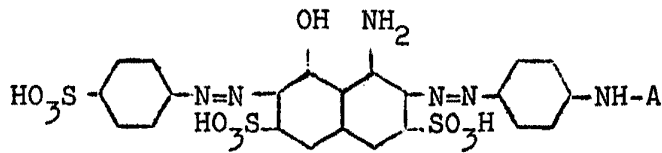
73



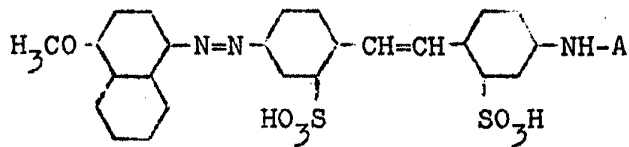
74



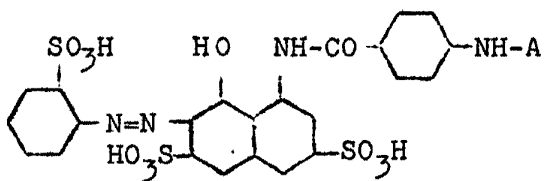
75



76

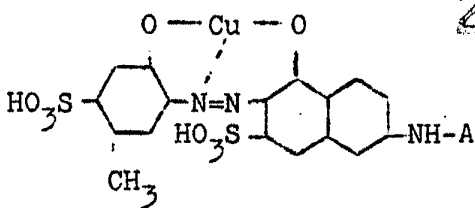


77

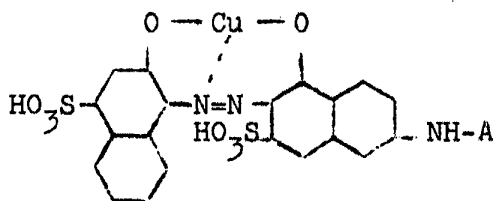


261690

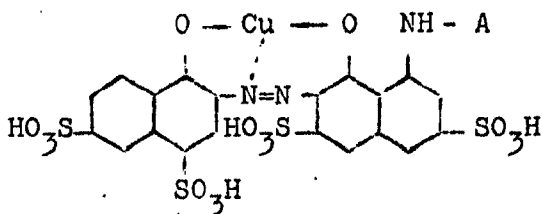
78



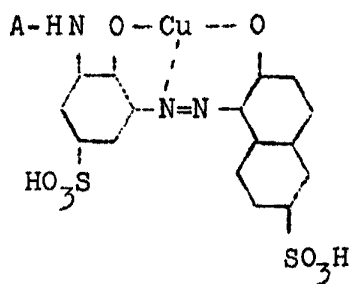
79



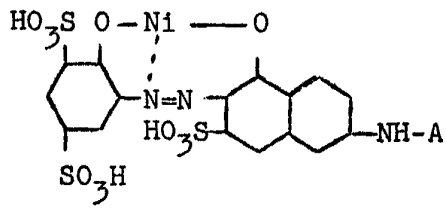
80



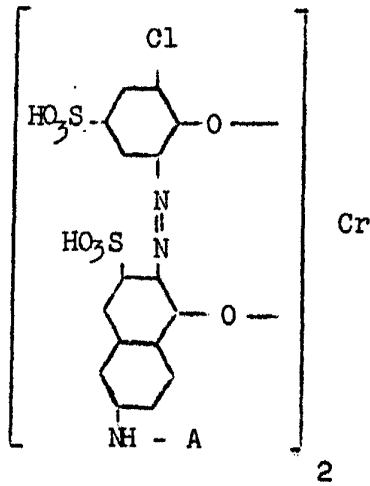
81



82

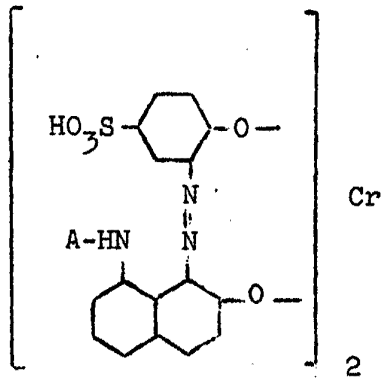


83

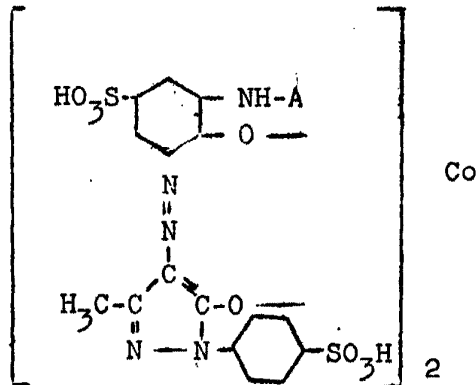


261690

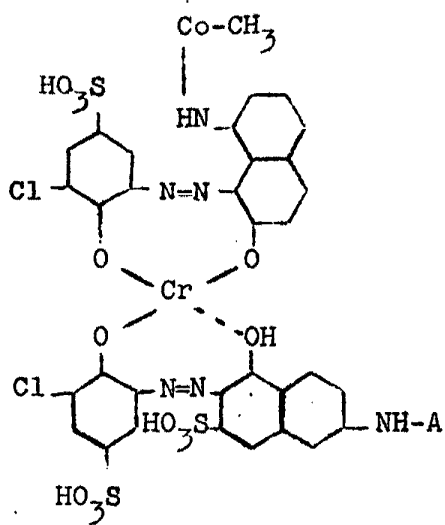
84



85

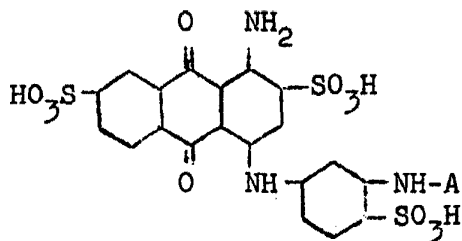


86

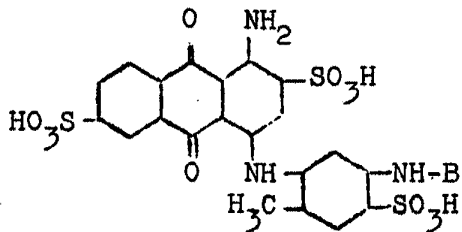


261690

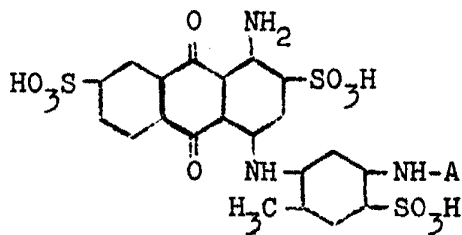
87

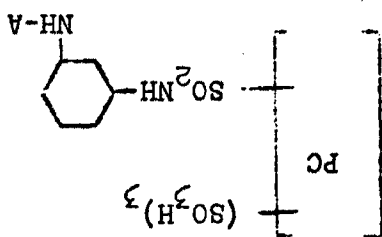


88

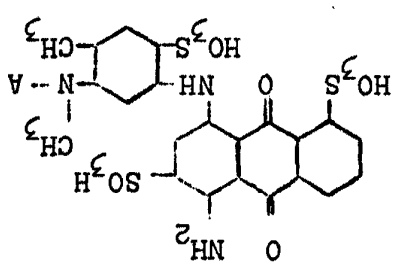


89

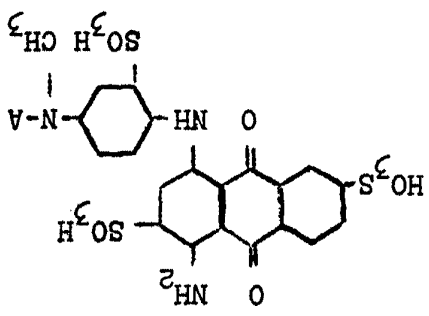




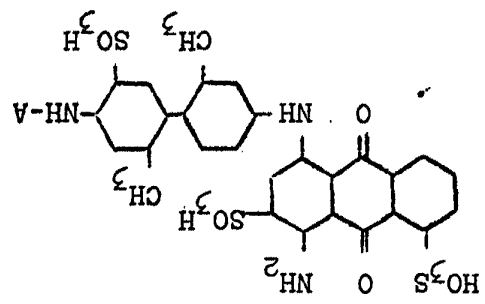
93



92

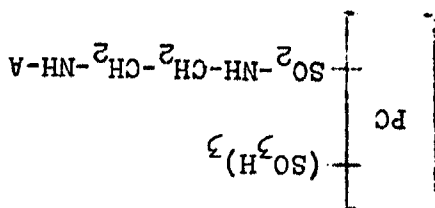


91

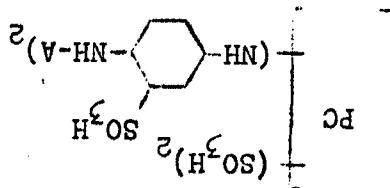


90

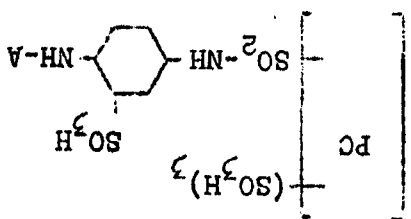
261690



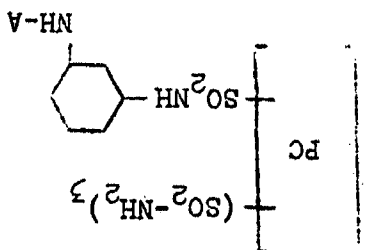
97



96



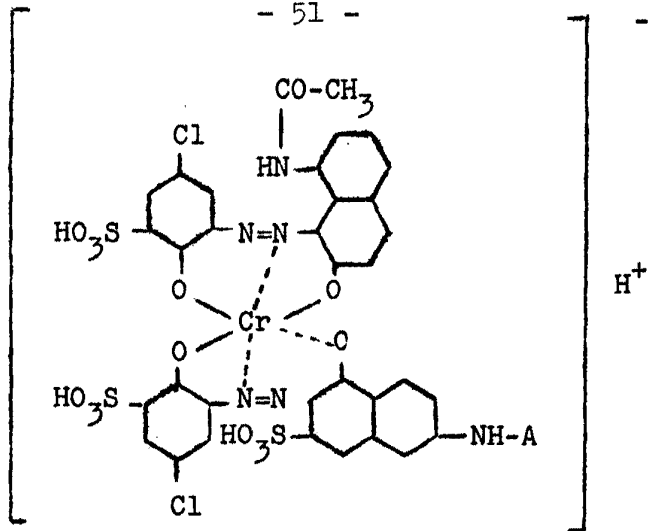
95



94

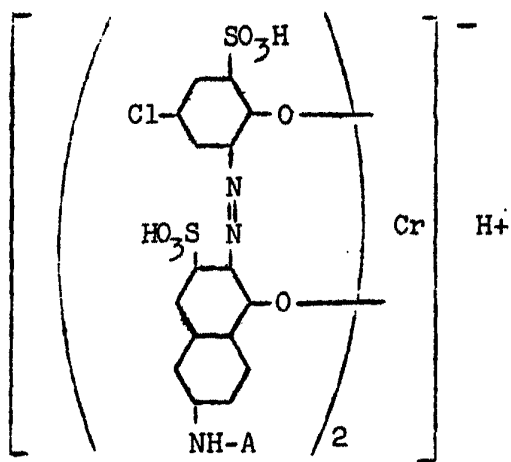
261690

98

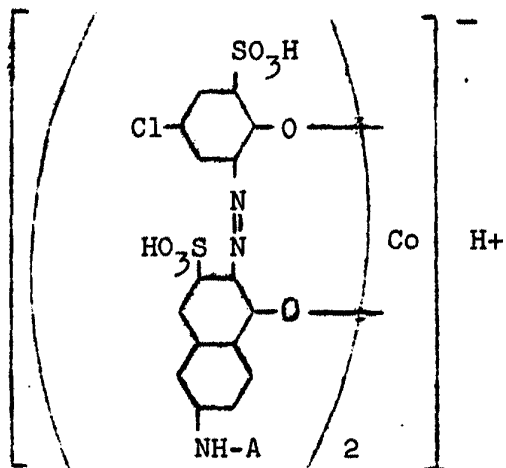


261690

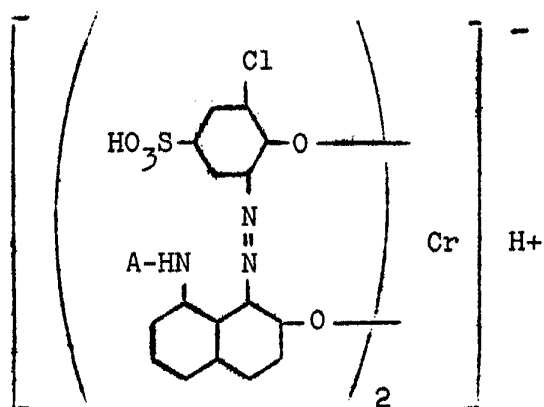
99



100

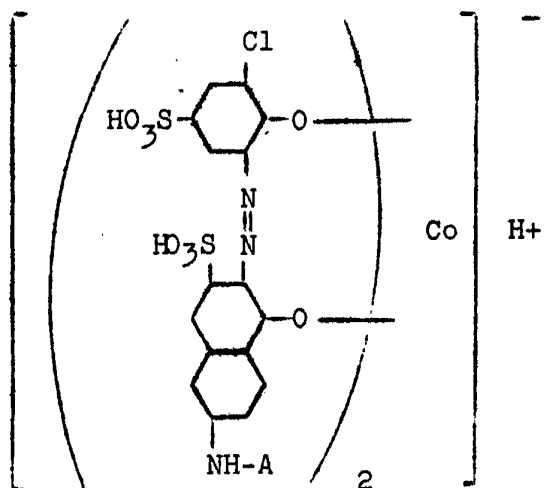


101

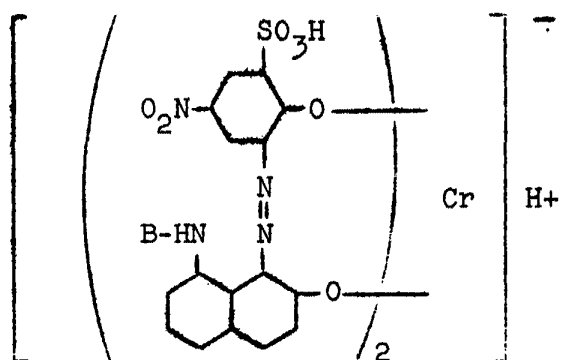


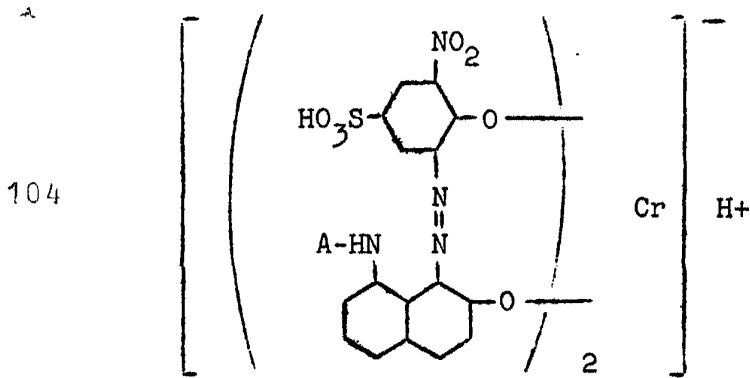
261690

102

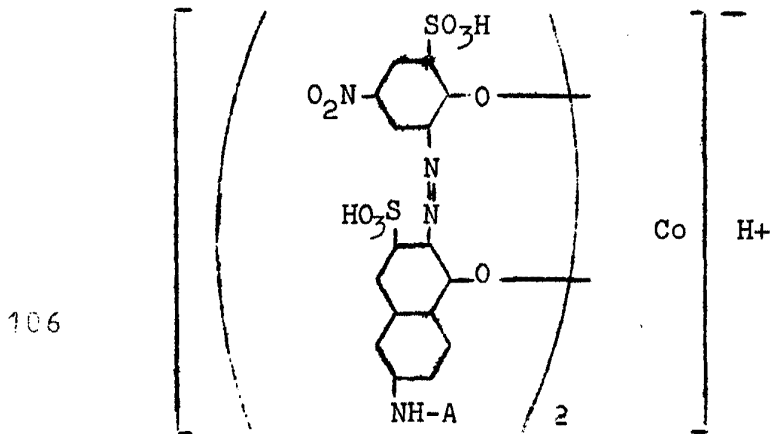
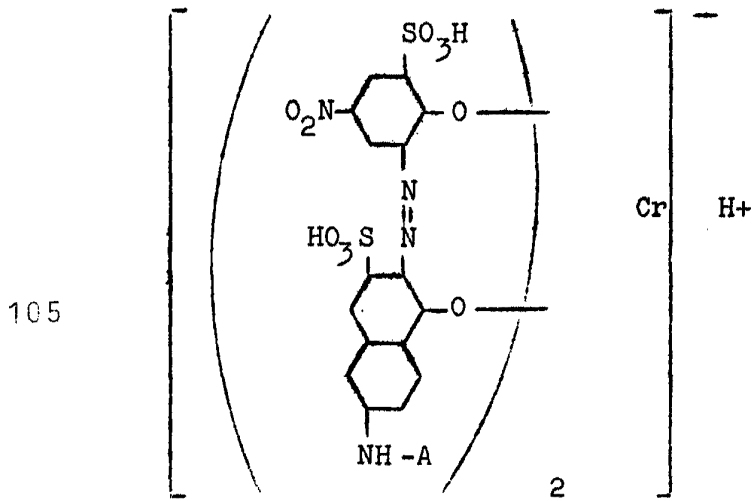


103

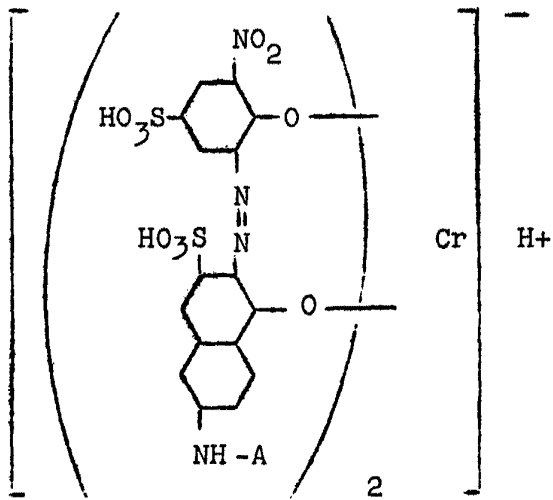




261690

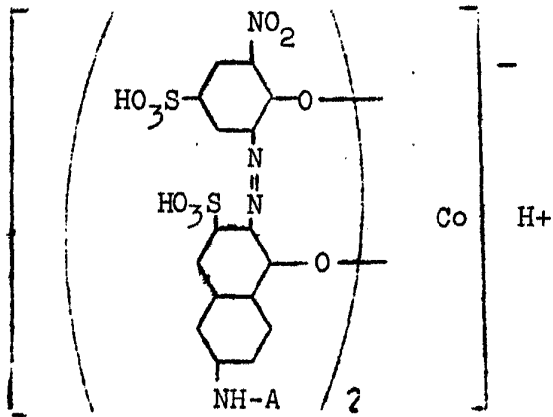


107

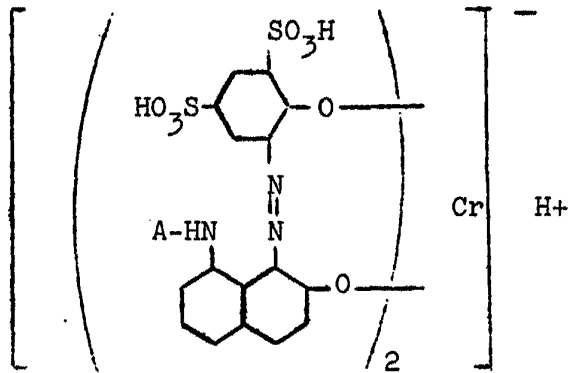


261690

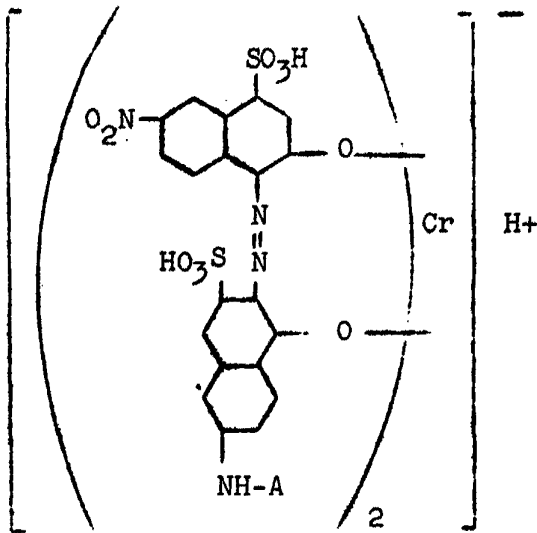
108



109

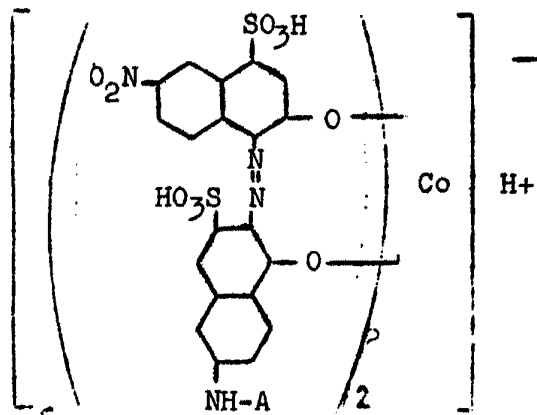


110

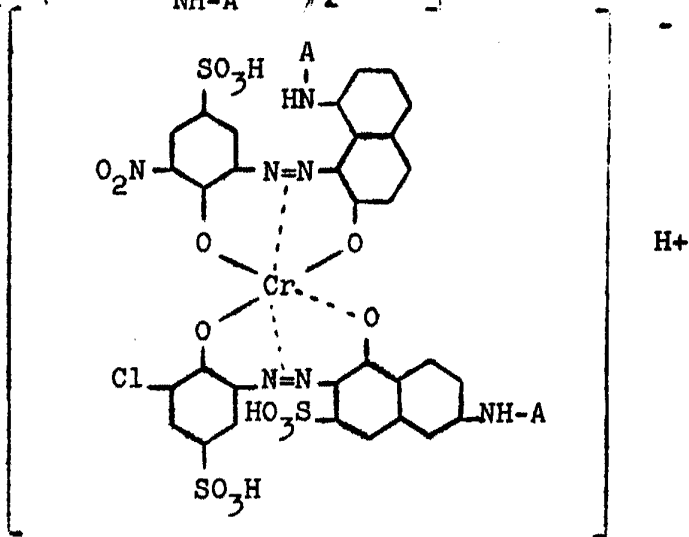


261690

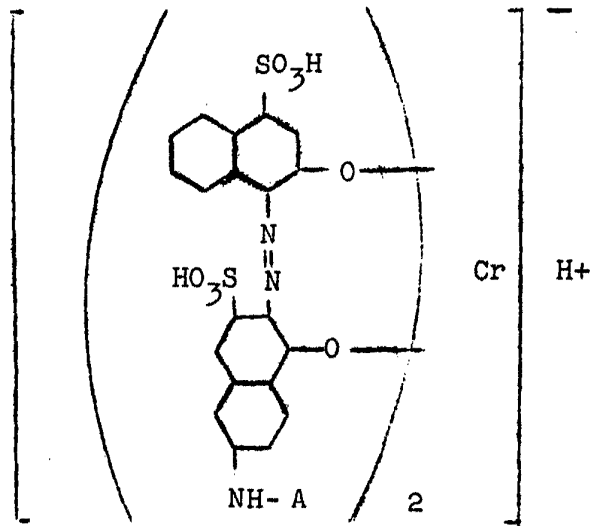
111



112

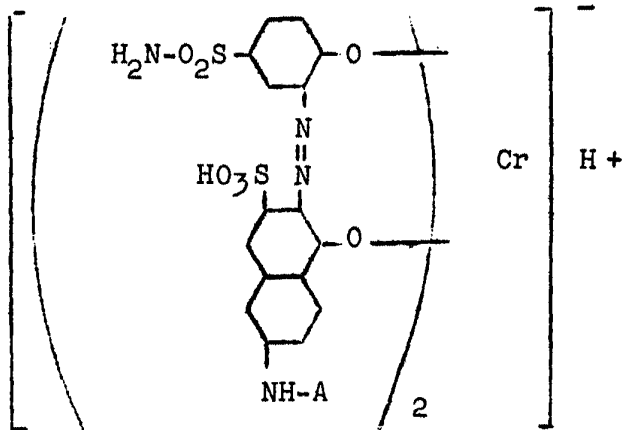


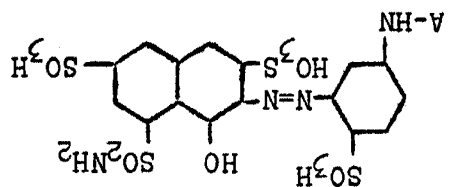
113



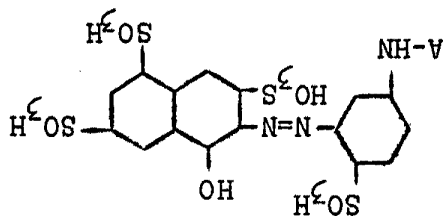
261690

114

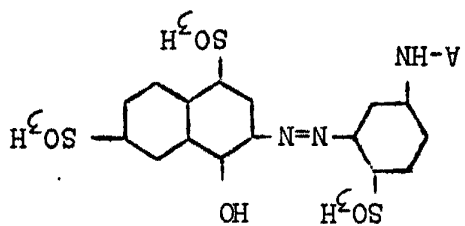




118

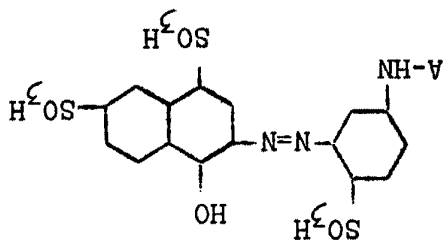


117

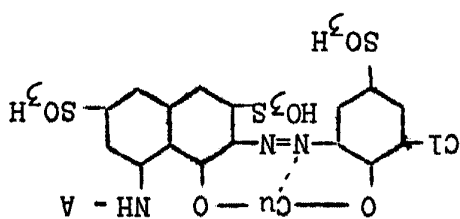


116

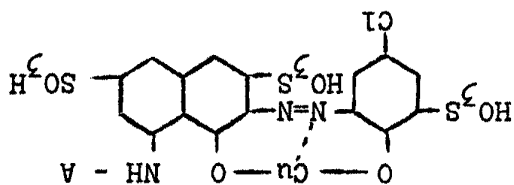
261690



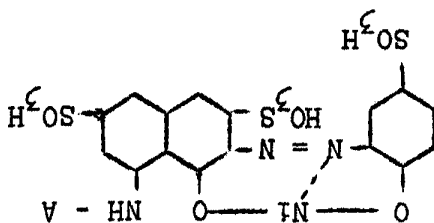
115



122

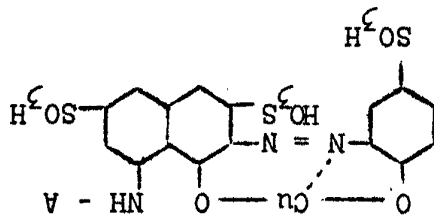


121



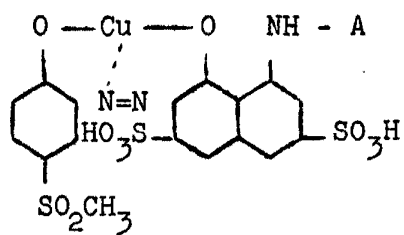
120

261690

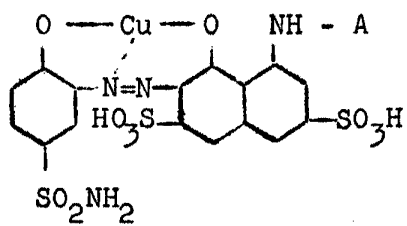


119

123

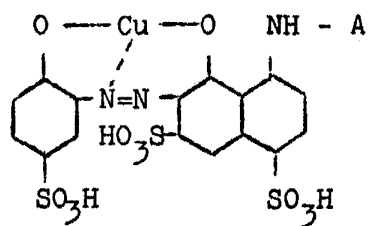


124

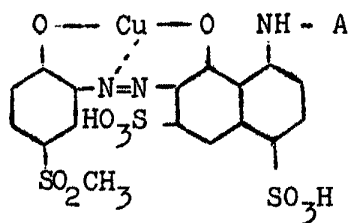


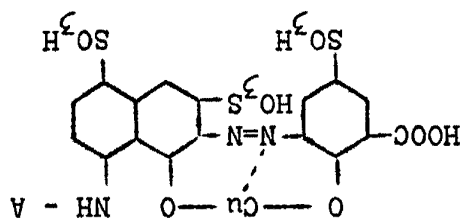
261690

125

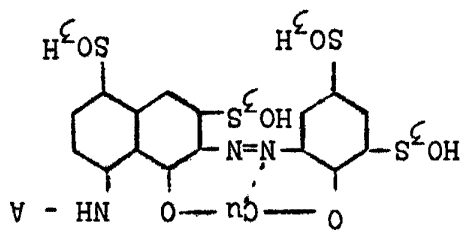


126

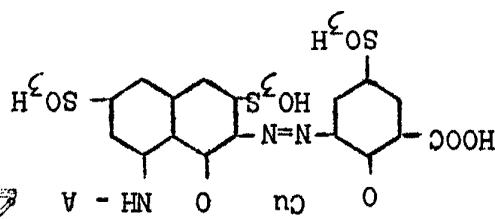




128

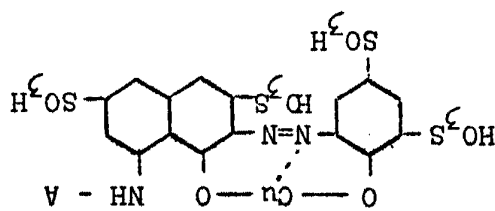


129



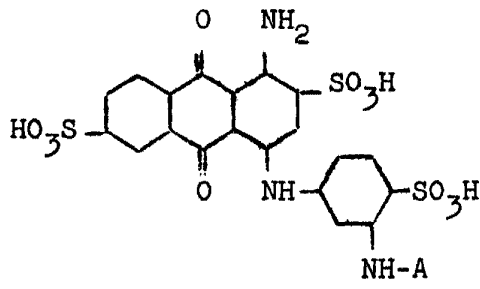
127

261690



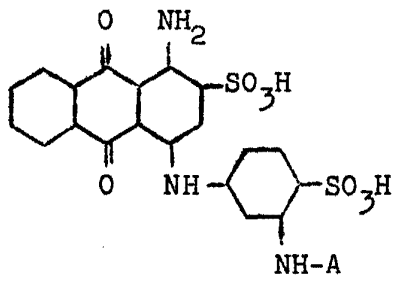
129

131



261690

132





261690

Los teñidos sobre algodón, que se obtienen con los colorantes de los ejemplos N^o. 9 hasta 132, tienen las siguientes tonalidades de color:

	<u>No. del colorante</u>	<u>Tonalidad</u>
5.	9	amarillo tirando a verde
	10	idem.
	11	rojo
	12	rojo tirando a amarillo
	13	azul
10.	14	amarillo tirando a rojo
	15	rojo tirando azul
	16	naranja tirando a rojo
	17	azul
	18	azul turquesa
15.	19	rojo tirando a azul
	20	idem.
	21	idem.
	22	rojo tirando a azul
	23	idem.
20.	24	rubí
	25	rojo
	26	violeta
	27	amarillo
	28	amarillo tirando a rojo
25.	29	idem.
	30	idem.
	31	amarillo tirando a rojo
	32	amarillo tirando a verde
	33	amarillo
30.	34	naranja tirando a amarillo

261690



	35	amarillo tirando a verde
	36	amarillo tirando a rojo
	37	amarillo oro
	38	amarillo tirando a verde
5.	39	idem.
	40	amarillo
	41	amarillo tirando a rojo
	42	naranja
	43	idem.
10.	44	idem.
	45	idem.
	46	rojo naranja
	47	naranja
	48	rojo naranja
15.	49	rojo tirando a amarillo
	50	rojo
	51	escarlata
	52	rojo tirando a azul
	53	idem.
20.	54	naranja
	55	rojo tirando a amarillo
	56	rojo tirando a amarillo
	57	escarlata
	58	rojo
25.	59	idem.
	60	idem.
	61	idem.
	62	burdeos
	63	idem.
30.	64	rojo

15 227

261690



- | | | |
|-----|----|----------------------------|
| | 65 | rojo tirando a azul |
| | 66 | idem. |
| | 67 | escarlata |
| | 68 | rojo |
| 5. | 69 | idem. |
| | 70 | idem. |
| | 71 | idem. |
| | 72 | marrón rojizo |
| | 73 | naranja tirando a marrón |
| 10. | 74 | amarillo tirando a verde |
| | 75 | verde oscuro |
| | 76 | amarillo tirando a rojo |
| | 77 | rojo |
| | 78 | rojo violeta |
| 15. | 79 | azul violeta |
| | 80 | violeta |
| | 81 | rojo azulado |
| | 82 | marrón rojizo |
| | 83 | azul marino tirando a rojo |
| 20. | 84 | gris |
| | 85 | verde oliva |
| | 86 | azul marino tirando a rojo |
| | 87 | azul tirando a rojo |
| | 88 | idem. |
| | 89 | idem. |
| 25. | 90 | idem. |
| | 91 | idem. |
| | 92 | azul tirando a rojo |
| | 93 | azul turquesa |
| 30. | 94 | idem. |



- idem. 261690
- 96 idem.
- 97 idem.
- 98 azul marino tirando a rojo
5. 99 azul marino
- 100 violeta tirando a marrón
- 101 gris
- 102 violeta tirando a marrón
- 103 gris tirando a verde
10. 104 gris
- 105 azul marino tirando a rojo
- 106 marrón
- 107 azul marino tirando a rojo
- 108 violeta tirando a marrón
15. 109 gris
- 110 azul marino
- 111 violeta tirando a marrón
- 112 azul marino tirando a rojo
- 113 azul marino
20. 114 azul marino tirando a rojo
- 115 rojo tirando a amarillo
- 116 idem.
- 117 naranja rojo
- 118 rojo
25. 119 violeta
- 120 violeta tirando a rojo
- 121 violeta tirando a azul
- 122 violeta
- 123 violeta tirando a rojo
30. 124. violeta

261690



- | | | |
|----|-----|------------------------|
| | 125 | violeta tirando a rojo |
| | 126 | idem. |
| | 127 | violeta |
| | 128 | idem. |
| 5. | 129 | violeta tirando a rojo |
| | 130 | idem. |
| | 131 | azul |
| | 132 | azul tirando a rojo |

Ejemplo 133

10. 22,7 partes de 2-hidroxi-5-metilo-4'-amino-1,1'-azobenzol se disuelve en 200 partes de dioxano y 200 partes de agua. La solución amarilla obtenida se enfría a 0° y agitando la mezcla lentamente con una solución de 38 partes de cloruro del ácido 2,4,6-tricloro-pirimidilo-5-acético
15. en 250 partes de acetona. Agregando simultáneamente bicarbonato sódico se mantiene el valor pH 6,0. Al final se agita la masa de reacción durante 2 horas a 0-2° y a continuación se diluye el preparado con 500 partes de agua. El colorante precipitado se filtra y la torta de prensado
20. se seca cuidadosamente, después de lavar ulteriormente en vacío a 40°.

- El nuevo colorante, que es un polvo amarillo y se puede reocrystalizar con ácido acético glacial, tinte las fibras de poliamida sintética, tales como nylon y "perlon" (marca registrada) en una suspensión acuosa fina, en tonalidades amarillas que se destacan por su buena solidez a la luz y al mojado. Para mejorar la dispersión se matura el colorante seco, antes de su empleo, por ejemplo, con la misma cantidad de fosfato monosódico y sal sódica del ácido dinaftilometano-disulfónico o se mezcla como torta
- 25.
- 30.

15 Oct



261690

de prensado, con un dispersador adecuado y se muele húmedo, secándose entonces la pasta obtenida con tal cuidado, que quede mantenido el grado de dispersión.

5. 1 parte del preparado de tñido así obtenido se dispersa en 20 partes de agua. La dispersión se introduce en 4000 partes de agua, que contiene 1,5 partes de un aceite de ricino altamente sulfonizado y 6 partes de ácido acético al 40%. Después se agregan 100 partes de tejido de nylon, el baño de tñido se calienta a 95° hasta 100° y ésta
10. temperatura se mantiene durante 30 minutos. A continuación se le agregan al baño de tñido 10 partes de sosa calcinada como solución concentrada y en ello se trata el material durante 1 hora a temperatura de ebullición. El nylon tñido se enjuaga con agua y se trata con una solución de 1,5
15. partes de éter octilofenildecaglicólico en 4000 partes de agua, durante 15 minutos a 70°; se enjuaga de nuevo y el tejido tñido se seca. Está tñido de amarillo y posee buena solidez a la luz y al lavado.

20. Si se tñe sin la adición del ácido acético, entonces el material a tñir se trata durante 60 minutos a 95-100° y después de enjuagar, sin tratamiento con sosa, se introduce en la solución arriba descrita del éter octilofenildecaglicólico.

25. El tejido de nylon se puede tñir con el preparado de tñir obtenido según las instrucciones de arriba dispersando 1 parte del colorante en 20 partes de agua a introduciendo esta dispersión en 3000 partes de agua a 60° bajo adición de 1 parte de un aceite de ricino altamente sulfonado. Se agregan 100 partes de un tejido de nylón y el
30. baño de tñir se calienta regularmente en el plazo de 45-60

261690



minutos a 120°. Después se mantiene esta temperatura durante 30 minutos.

- Después de enfriar a unos 60° se retira el material del baño, se enjuaga con agua, se trata y posteriormente
5. durante 15 minutos a 70° con 0,3 cm³/L de un detergente no iónico, se enjuaga y se seca.

- La tabla a continuación contiene otros colorantes valiosos que contienen un resto 2,46-tricloropirimidilo-5-acetílico o -5-propionílico. Están caracterizados por los
10. colorantes amínicos empleados para su obtención en la columna (II) estando subrayados los grupos amínicos a reaccionar. La columna (III) indica la tonalidad de los teñidos y estampaciones sobre fibra de poliámidia sintética.



T A B L A 261690

(I)	(II)	(III)
Ejem- plo N ^o .		
134	4- <u>amino</u> -3-hidroxi-4'-metoxi 1,1'-azobenzol	amarillo
135	3-metil-4-(4'- <u>amino</u> -2' -nitro) fenilazo-5-pirazolon	amarillo
136	4- <u>amino</u> -2',5' -dimetoxi-4'- fenilazo-1,1'-azobenzol	naranja
137	4- \sqrt{N} -(2' <u>amino</u>)-etil-N-etil/ amino-2-metil-2' -cloro-4' metilsulfonil-1,1' -azobenzol	naranja
138	1- $\sqrt{4}$ -N-(2' <u>amino</u>)-etil-N-(2'- ciano)-etil- <u>amino</u> /-fenilazo- 4-metilsulfonilnaftalina	escarlata
139	2- <u>amino</u> -4-di- $\sqrt{}$ (2'-hidroxi)-etil/ amino-2' -ciano-4'-metilsulfonil- 1,1'-azobenzol	rojo
140	1-metilamino-4-(2'- <u>amino</u>)- etilaminoantraquinona	azul
141	1-(2'-hidroxi)-etilamino-4- (2'- <u>amino</u>)-etilamino-5,8- -dihidroxi-antraquinona.	verde azulado
142	1-hidroxi-4- $\sqrt{4}$ ' -(2''- <u>amino</u> -etil/ fenilaminoantraquinona	violeta
143	amida fenilica del ácido 1- $\sqrt{4}$ ' -(2''- <u>amino</u>)-etoxi/ amino-2-nitrobenzol-4-sulfonica	amarillo



261690

(I)	(II)	(III)
144	4- <u>amino</u> -2-metilsulfonil-2'hidroxi-5'-metil-1,1'-azobenzol	amarillo tirando a rojo.
145	4- <u>amino</u> -2-metoxi-2'hidroxi-5'-metil-1,1'-azobenzol	amarillo
146	1-(4'- <u>amino</u>)-fenilazo-2-metil-4-(4''-hidroxi)-fenilazo-benzol	naranja
147	4- <u>amino</u> -2-acetilamino-2'-cloro-1,1'-azobenzol	amarillo
148	4- <u>amino</u> -2-acetilamino-4'-cloro-1,1'-azobenzol	amarillo
149	ester etílico del ácido 4- <u>amino</u> -2-acetilamino-1,1'-azobenzol-4'-carbónico	amarillo
150	4- <u>amino</u> -2-acetilamino-4'-dimetilaminosulfo-nilamino-1,1'-azobenzol	amarillo tirando a rojo.

261690



Instrucciones para la estampación:

- Una pasta de estampación se prepara de 10 partes de una dispersión acuosa al 7,5% del colorante nº 141 de la Tabla, 41 partes de agua, 2 partes de una solución acuosa de aceite de pino sulfonizado y aceite espermacético,
5. una parte de sal sódica del ácido 3-nitrobenzol-1-sulfónico 5 partes de solución etánolico-acuosa al 50%, 40 partes de solución de alginato sódico al 5%, 1 parte de bicarbonato sódico y con ella se estampa un tejido de acetato celulósico.
10. Después de secar se vaporiza durante 30 minutos, se enjuaga en agua y se saponiza a 50° con una solución de jabón al 0,2%, se enjuaga de nuevo y se seca. El tejido teñido de verde azulado es sólido al lavado y a la luz.

NOTA

15. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También
20. se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente presentada en Suiza, con fecha 26 de agosto de 1960 y otra el 16 de octubre de 1959 Nos. 9682, y 79496 respectivamente, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y
25. siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COLORANTES REACTIVOS"; caracterizándose por lo siguiente:
- 1º.- Procedimiento para la obtención de colorantes
30. reactivos, caracterizado, porque los colorantes orgánicos,

15 OCT 1950



261690

que por lo menos poseen un átomo de hidrógeno intercambiable o los compuestos orgánicos, que por lo menos tienen un átomo de hidrógeno intercambiable y además por lo menos su sustituyente que los capacite para la formación de colorantes, se reaccionan con por lo menos una molécula de un derivado de un ácido 2,4,6-trihalógeno-pirimidilo-5-alquilo, -alquiloarilo-, ariloalquilo- o -arilocarbónico o -sulfónico, y los productos de reacción obtenidos, si contienen restos de compuestos orgánicos con sustituyentes que los capacite para la formación de colorantes, se transforman, por reacción adecuada, en los colorantes correspondientes.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª caracterizado porque como derivado de un ácido 2,4,6-trihalógenopirimidilo-5-alquilo-, -alquiloarilo-, -ariloalquilo- o -arilocarbónico o -sulfónico se emplea el cloruro.

3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª caracterizado porque los colorantes orgánicos solubles en agua, que por lo menos contienen un grupo amínico, se reaccionan con un cloruro del ácido 2,4,6-trihalógeno-pirimidilo-5-alquilo-alquiloarilo-, ariloalquilo- o -arilocarbónico o -sulfónico.

4ª.- Procedimiento según la reivindicación 3ª caracterizado porque los colorantes aminomonos- y -poliazóicos se reaccionan con un cloruro del ácido 2,4,6-trihalógenopirimidilo-5-alquilo-, -alquiloarilo-, -ariloalquilo- o arilocarbónico o sulfónico.

5ª.- Procedimiento según la reivindicación 4ª caracterizado porque los colorantes amino-mono- y poliazóicos, que muestran átomos de metal coordinativamente ligados se reaccionan con un cloruro del ácido



261690

2,4,6-trihalógenopirimidilo-5-alquilo-, -alquilo-arilo-,
ariloalquilo- o arilocarbónico o -sulfónico.

5. 6^a.- Procedimiento según la reivindicación 5^a
caracterizados porque los amino-monos- y poliazóicos que
muestran átomos de cromo, cobalto, níquel o cobre
coordinativamente ligados, se reaccionan con un cloruro
del ácido 2,4,6-trihalógeno-pirimidilo-5-alquilo-,
alquiloarilo-, -ariloalquilo- o -arilocarbónico o sulfónico.

10. 7^a.- Procedimiento según la reivindicación 3^a
caracterizado porque los colorantes aminoantraquinónicos
se reaccionan con un cloruro del ácido 2,4,6-trihalógeno-
pirimidilo-5-alquilo-, -alquiloarilo-, -ariloalquilo- o
-arilocarbónico -o- sulfónico.

15. 8^a.- Procedimiento según la reivindicación 3
caracterizado porque los colorantes ftalocianínicos, que
por lo menos contienen un grupo amínico, se reaccionan
con un cloruro del ácido 2,4,6-trihalógeno-pirimidilo-5-
-alquilo-, -alquiloarilo-, -ariloalquilo- o -arilocarbónico
o -sulfónico.

20. 9^a.- Procedimiento según la reivindicación 3^a
caracterizado porque los colorantes de dispersión
insolubles en agua, que por lo menos contienen un grupo
amínico, se reaccionan con un cloruro del ácido 2,4,6-
trihalógenopirimidilo-5-alquilo-, -alquiloarilo-,
25: ariloalquilo- o -arilocarbónico o -sulfónico.

30. 10^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a
caracterizado porque para la transformación de los
productos de reacción, que contienen restos de compuestos
orgánicos con sustituyentes que los capaciten para la
formación de colorantes, en los colorantes se efectúa una

1500



copulación azoica.

26.690

5. 11º.- Procedimiento según la reivindicación 1ª caracterizado porque para la transformación de los productos de reacción, que contienen restos de compuestos orgánicos con sustituyentes que los capacitan para la formación de colorantes, en los colorantes se efectúa una condensación.

10. 12º.- Procedimiento según la reivindicación 1ª caracterizado porque la reacción de los productos de reacción, que contienen restos de compuestos orgánicos con sustituyentes que los capacitan para la formación de colorantes, se efectúa en los colorantes sobre la fibra.

13º.- Procedimiento para la obtención de colorantes reactivos; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de setenta y cuatro hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 14 de JULIO 1960

SANDOZ, S.G.

J. FERNÁNDEZ BARRIO Y MODESTO