



MAR. 1964

297600

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

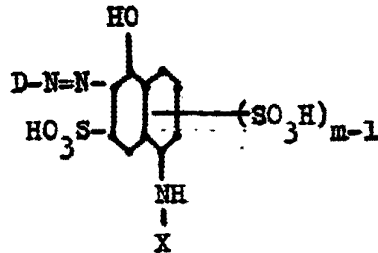
por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE NUEVOS COLORANTES
DISAZOICOS", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME,
domiciliada en Basilea (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a nuevos y valiosos colo-
rantes disazoicos que correspondan a la fórmula

5.





1964

287

donde

- D significa el radical de un componente diazoico que contiene un grupo azoico y, por lo menos, un grupo hidrosolubilizante,
- 5. m significa un número entero positivo por valor de 2 a lo sumo y
- X significa un radical heterocíclico, capaz de reaccionar con el algodón, formando un enlace covalente, gracias a su contenido de un sustituyente de fácil disociación.
- 10.

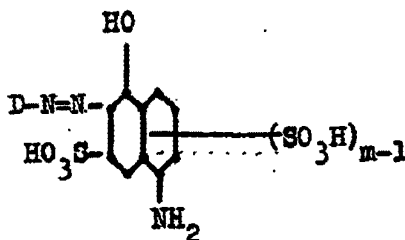
Como colorantes de esta índole cabe mencionar sobre todo aquellos en los que X significa un radical 1,3,5-triazínico halogenado.

- 15. Además de grupos de ácido sulfónico y de un grupo azoico, en el radical D, que, por ejemplo, puede ser tanto un radical naftilazoraftalínico o un radical naftilazopirazólico, como de preferencia, un radical benzolazo-bencénico, un radical benzolazo-naftalínico o un radical benzolazo-pirazólico, pueden estar contenidos otros substituyentes más, como grupos alcoxi, hidroxilo o nitro y/o átomos de halógeno.
- 20.

Los colorantes de este invento pueden prepararse a partir de los correspondientes colorantes aminodisazoicos de la fórmula

25.

(2)



30.



1961

2 7300

donde el significado de los símbolos D y m se desprende de la fórmula (1) ya explicada,

condensado éstos con heterociclos halogenados que, además de un átomo de halógeno por lo menos, contienen asimismo un

- 5. sustituyente de fácil disociación, en particular otro átomo más de halógeno.

Como heterociclos de esta índole cabe mencionar sobre todo los que presentan un anillo de 6 miembros con 2 a 3 átomos de nitrógeno, como heteroátomos, y átomos de halógeno

- 10. como sustituyentes disociables. A título de ejemplos de tales heterociclos cabe mencionar:

la tri- y la tetra-cloropirimidina,

la tri- y la tetra-bromopirimidina,

- 15. los haluros de ácido dicloropirimidin-4-carboxílico, los haluros de ácido dicloropirimidin-5-sulfónico, los haluros de ácido dicloroftalacincarboxílico, los haluros de ácido dicloroquinoxalincarboxílico, los haluros de ácido dicloroquinazolincarboxílico,
- 20. los haluros de ácido dicloroquinazolinsulfónico y, sobre todo, triazinas como la 2,4,6-tribromo- o -tricloro-1,3,5-triazina, y dihalogentriacinas como la 2-metil- o 2-fenil-4,6-dicloro-1,3,5-triazina o las de la fórmula

25.



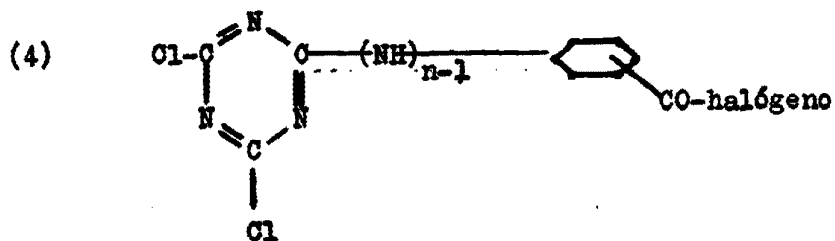
30.



o respectivamente de la fórmula

2:7600

5.



10.

donde

15.

Y significa un grupo NH_2 , un grupo hidroxilo o mercapto substituido o el radical de una amina, de preferencia primaria, y \underline{n} significa un número entero positivo por valor de 2 a lo sumo.

20.

Las dihalogen triazinas de esta composición pueden prepararse, por métodos ya de sí conocidos, a partir de haluros de triclorógeno, como el bromuro o el cloruro de triclorógeno, haciendo reaccionar, por ejemplo, 1 mol de cloruro de triclorógeno con 1 mol de amoníaco o con 1 mol de un alcohol o fenol, como alcohol metílico, etílico o isopropílico, fenol, clorofenoles, cresoles o ácidos fenol-sulfónicos, o con 1 mol de un mercaptano, como fenilmercaptano o ácido. mercapto-acético, o de preferencia con 1 mol de una de las aminas siguientes:

25.



- metilamina,
dimetilamina,
etilamina,
dietilamina,
5. n-propilamina,
isopropilamina,
butilamina,
hexilamina,
fenilamina o
10. ciclohexilamina,
toluidina,
piperidina,
morfolina y asimismo
beta-cloroetilamina,
15. metoxietilamina,
gamma-metoxipropilamina,
etanclaminas,
propanclaminas y
aminas aciladas, como acetamida, amida de ácido butírico,
20. tiourea, hidrazina, tiosemicarbácida y amida de ácido toluen-
sulfónico, así como
glicocola,
éster de ácido amino-carboxílico,
aminoacetamida,
25. anilina,
N-metilanilina,
toluidina, y en particular,
ácido 1-aminobencen-2,5-disulfónico,
ácido 1-aminobencen-2-, -3- o -4- sulfónico,
30. ácido 1-aminobencen-2-, -3- o -4- carboxílico,



ácido aminosalicílico,
ácido betaaminoetansulfónico,
ácidos aminonaftalinsulfónicos y
ácido N-metilaminoetansulfónico.

5.

Si para la preparación se parte de trihalogen-triacinas, se puede hacer reaccionar cloruro o bromuro de trihalógeno, por ejemplo, de una parte con un colorante de la fórmula (2), para formar un producto de condensación dihalogen-triacínico, y de otra parte, en caso de que se quiera preparar un producto de condensación monohalogen-triacínico a

10.

continuación con amoníaco, con un compuesto orgánico mercáptico o hidroxílico o con una amina orgánica, a lo sumo secundaria, o viceversa puede hacerse reaccionar con la trihalogen-triacina primeramente la amina y sólo en segundo lugar el

15.

colorante. La substitución total de los átomos de halógeno en el anillo triacínico conduce también a colorantes reactivos en ciertos casos, como por ejemplo cuando la condensación del colorante diclorotriacínico se efectúa con fenoles y en particular con compuestos mercápticos, como el mercaptobenzotiazol, tiocarbonatos y similares.

20.

25.

Las condensaciones de este invento se realizan convenientemente empleando agentes combinadores de ácido, como carbonato sódico o hidróxido sódico, y en general, sobre todo si se emplean amidas, en condiciones tales que en el producto acabado queden todavía uno o dos átomos de halógeno substituíbles, o sea, por ejemplo, en disolventes orgánicos o, a temperaturas relativamente bajas, en medio acuoso.

30.

Para la preparación de los colorantes de partida acilables de la fórmula (2) pueden copularse, en medio dé-



2817350

- bilmente ácido, neutro o débilmente alcalino, compuestos diazoicos de colorantes aminomonoazoicos con ácido 1-amino-5-hidroxi-naftalin-2,7-, -3,7- o 4,7--disulfónico, con ácido 1-amino-5-hidroxi-naftalin-7-monosulfónico o con los correspondientes derivados n-acilados, en cuyo caso, después de efectuada la copulación, o respectivamente después de la metalización, en el caso de que se hayan empleado como componentes de copulación ácidos 1-acil-5-hidroxi-naftalin-7-sulfónicos, debe eliminarse el grupo acilo mediante saponificación por métodos ya de sí conocidos.
- 5.
- 10.
- Como ejemplos de colorantes aminomonoazoicos cuyos compuestos diazoicos son utilizables para copular con los componentes de copulación que se han indicado, cabe mencionar:
- 15.
- 20.
- 25.
- el ácido 4-amino-1,1'-azobencen-3,4'-disulfónico y los colorantes que pueden prepararse por copulación de un componente de copulación que contenga un grupo NH_2 con compuestos diazoicos derivados de ácidos aminobencensulfónicos, de ácidos aminonaftalinsulfónicos, de ácidos amino-piren- o -crisen-sulfónicos, de ácidos aminonaftolsulfónicos o de ácidos aminofenolsulfónicos, por ejemplo los colorantes aminomonoazoicos que se obtienen por copulación de compuestos diazoicos provistos de grupos de ácido sulfónico, por ejemplo de ácidos aminopirensulfónicos diazoados, o sobre todo, de compuestos diazoicos de la serie bencénica o de la serie naftalínica (por ejemplo ácidos naftilaminosulfónicos diazoados, de conveniencia ácidos naftilamin-di- y -tri-sulfónicos, ácidos aminobencensulfónicos, sobre todo ácidos aminobencendisulfónicos, ácidos cloro- o nitro-aminobencensulfónicos, ácidos



2.7500

- aminobenzoicos, ácidos nitro-aminobenzoicos, etc), con n-tolidina, p-xilidina, cresidina, o-anisidina, éter aminohidroquinón-dimetílico, 3-acilamino-1-aminobencenos, ácido aminobenzoico, alfa-naftilamina, ácido 1-aminonaftalin-6- o -7-sulfónico, ácido 2-metoxi-1-aminonaftalin-6-sulfónico, aminonaf-
5. toles o ácido 2-amino-8-hidroxi-naftalin-6-sulfónico.

- Entran además en consideración como componentes diazoicos para la preparación de los colorantes de la fórmula (2) colorantes aminomonoazoicos provistos de grupos de
10. ácido sulfónico, que pueden prepararse, por ejemplo, mediante copulación de derivados monoacíclicos diazoados de diaminas aromáticas con un componente de copulación que contenga un grupo hidroxílico aromático o un grupo cetometilénico y saponificación ulterior de los colorantes acilaminomonoazoicos obtenidos, por ejemplo los colorantes aminoazoicos obte-
15. nibles mediante saponificación de los obtenidos de ftaloles, naftoles, 5-pirazolonas, ácidos barbitúricos, oxiquinolinas, derivados de ácido beta-cetocarboxílicos y monoacildiaminobencenos diazoados, ácidos monoacildiaminoestilben-disulfónicos
20. y similares.

- Si los colorantes aminomonoazoicos empleados para la preparación de los colorantes de partida de la fórmula (26) contienen en posición vecina al grupo amínico una agrupación apta para la formación de complejo metálico, por ejemplo un grupo carboxilo, un grupo hidróxi o un grupo alcoxi, como un grupo metoxi, los colorantes disazoicos de la fórmula
25. (2) obtenidos pueden convertirse, antes de la condensación, en sus compuestos complejos de metal pesado, por ejemplo en los compuestos complejos de cobre, cromo, níquel, o cobalto.



Como agente dador de metal pueden emplearse, por ejemplo, sales que contengan los mencionados metales en forma de catión, por ejemplo sulfatos de cromo, acetato de cobalto, sulfato de cobalto, sulfato de cobre o acetato de cobre.

5. En muchos casos es ventajoso el empleo de compuestos metálicos más complejos, por ejemplo en forma de complejos metal-amino, como los tetraminosulfatos de cobre a base de sulfato de cobre y amoníaco, piridina o monoetanolamina, o en forma de compuestos que contienen uno de los citados metales ligados en complejo, por ejemplo compuestos crómicos complejos de ácidos hidroxicarboxílicos orgánicos, como el ácido salicílico, o compuestos cobálticos o cúpricos complejos de las sales alcalinas de ácidos aminocarboxílicos alifáticos o de ácidos hidroxicarboxílicos, como de la glicocola, del ácido láctico y sobre todo del ácido tartárico, por ejemplo el tartrato sódico de cobre.
- 10.
- 15.

El tratamiento con los agentes dadores de metal puede realizarse por métodos ya de sí conocidos, por ejemplo a temperatura ambiente, en el caso de que intervengan colorantes de partida de metalización fácil, o bien, si al mismo tiempo que la metalización debe producirse una desalquilación, mediante calentamiento a temperaturas entre 50 y 120° en recipiente abierto, por ejemplo con refrigeración por reflujo, o eventualmente en recipiente cerrado y bajo presión, en cuyo caso las condiciones de pH se establecen según la índole del procedimiento de metalización elegido; por ejemplo, una cuprificación ácida se efectúa con sulfato de cobre, y una cuprificación alcalina, con tetraminosulfato de cobre. Si se desea, durante la metalización pueden añadirse también disol-

20.

25.



paración de los colorantes de la fórmula (2), mientras que los compuestos de partida de la fórmula (5) se preparan, según métodos corrientes, ya de sí conocidos, por condensación de los citados ácidos 1-amino-5-hidroxinaftalin-7-sulfónicos con los mencionados heterociclos, por ejemplo con un dihaluro de la fórmula (3) o con cloruro de triazianógeno y eventualmente, antes o después de la copulación, con una amina o un compuesto hidroxilo, respectivamente, mercapto.

10. Los colorantes disazoicos de la fórmula (1) a que se refiere este invento pueden aislarse y convertirse en preparados tintóreos secos, utilizables. El aislamiento se efectúa de preferencia a las temperaturas más bajas que sea posible, por salificación y filtración. Los colorantes filtrados pueden secarse, eventualmente después de adición de agentes de coupage y/o tampones, por ejemplo después de adición de una mezcla en partes iguales de monofosfato sódico y bifosfato sódico; el secado se lleva a cabo de preferencia a temperaturas no demasiado altas y bajo presión reducida. Secando por pulverización toda la mezcla de preparación, pueden en ciertos casos prepararse directamente, o sea sin aislamiento intermedio de los colorantes, los preparados secos de este invento.

25. Los nuevos colorantes de este invento sirven para teñir y estampar los más diversos materiales, como seda, cuero, lana, fibras de superpoliamida y superpoliuretanos, pero en particular los materiales celulósicos de estructura fibrosa, como el lino, la celulosa, la celulosa regenerada y, sobre todo, el algodón. Se prestan muy particularmente para teñir la celulosa por el procedimiento tintórico llamado "fulardeo", según el cual se impregna el género con soluciones de colorante acuo-



2300

- sas y eventualmente también salinas y, por medio de un tratamiento con álcali, de preferencia en caliente, se fijan los colorantes al género que se tiñe. Este procedimiento y el método de tinción directa, que también es utilizable con muchos de los
5. colorantes obtenidos por el procedimiento aquí expuesto, dan tinturas que por lo general se distinguen por extraordinarias propiedades de solidez a la humedad y por la fácil eliminación de las porciones de colorante no fijadas; los compuestos complejos de metal pesado dan tinturas que se distinguen además
10. por buena solidez a la luz y por su favorable aspecto a la luz artificial (el llamado "color de noche").

- Para mejorar las propiedades de solidez a la humedad se recomienda someter las tinturas y los estampados a un enjuague a fondo con agua fría y agua caliente, eventualmente
15. con adición de un agente de acción dispersante y que promueva la difusión de las porciones de colorante no fijadas.

- En los ejemplos que siguen, las partes significan, en tanto no se indique otra cosa, partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso; las temperaturas están expresadas
20. en grados centígrados.

EJEMPLO 1.

- Se diazoan de manera ordinaria 40,1 partes del colorante aminoazoico a base de ácido anilin-2,5-disulfónico y
25. 5-metil-2-metoxianilina, y el compuesto diazoico se copula con 23,9 partes de ácido 1-amino-5-hidroxinaftalin-7-sulfónico en presencia de un exceso de carbonato sódico. Mediante ebullición durante varias horas con una solución amoniacal de sulfato de cobre (correspondiente a 25 partes de $CuSO_4$ cristalizado) se



297600

convierte el colorante en el complejo cúprico, el cual se precipita por salificación, se separa por filtración y se lava con solución saturada de cloruro sódico.

- La torta del filtro se disuelve en 800 partes de
5. agua y se mezcla con una solución de 34,3 partes de sal sódica del ácido 2,4-dicloro-6-fenilamino-1,3,5-triazin-3'-sulfónico. Durante 4 horas se agita a 40°, mientras se mantiene el pH de la solución entre 6 y 7 por instilación de una solución diluída de hidróxido sódico. Terminada la reacción, se precipita por
10. salificación el colorante originado, se le separa por filtración y se le seca. Este colorante tinte el algodón con tonos azules hasta azulmarinos, sólidos y vivos.

- Se obtienen otros colorantes reactivos, que tienen el algodón con los tonos indicados en la columna V de la tabla
15. I que sigue, si a base de los componentes iniciales, intermedios y finales de las columnas, I, II y III de esta tabla se sintetizan colorantes disazoicos, se transforman éstos en los complejos cúpricos y se hacen reaccionar los complejos cúpricos con los agentes de acilación reseñados en la columna IV.

20. En lugar de los componentes de la columna III, pueden emplearse también sus compuestos N-acetilados, en cuyo caso, sin embargo, después de la transformación en los complejos cúpricos debe volverse a disociar el radical aceto, por ejemplo mediante calentamiento con solución de hidróxido
25. sódico.



TABLA I

	I	II	III	IV	V
5.	1 ácido anilín- 2,5-disulfó- nico	5-metil-2-metoxi- anilina	ácido 1-amino- 5-hidroxinaf- talin-7-sulfó- nico	ácido 2,4- dicloro-6- fenilamino- 1,3,5-triazin- 2'-sulfónico	azul- mari- no
10.	2 "	"	"	ácido 2,4- dicloro-6- fenilamino- 1,3,5-triazin- 4'-sulfónico	"
15.	3 ácido anilín- 2,4-disulfó- nico	"	"	ácido 2,4-di- cloro-6-feni- lamino-1,3,5- triazin-2',5'- disulfónico	"
20.	4 ácido anilín- 2,5-disulfó- nico	"	"	ácido 2,4-di- cloro-6-(2'- carboxi-fenila- mino)-1,3,5-tria- zin-5'-sulfónico	"
25.	5 "	"	"	ácido 2,4-di- cloro-6-(2'- naftilamino)- 1,3,5-triazin- 4',8'-disulfó- nico	"



	I	II	III	IV	V	
5.	6	ácido anilín- 2,5-disulfó- nico	5-metil-2- metoxi-ani- lina	ácido 1-amino- 5-hidroxinaf- talin-7-sulfó- nico	2,4-dicloro-6- metoxi-1,3,5- triazina	azulma- rino
	7	"	"	"	2,4-dicloro-6- fenoxi-1,3,5- triazina	"
10.	8	ácido anilín- -2,4-disulfó- nico	"	"	"	"
	9	ácido anilín- 2,5-disulfónico	"	"	2,4,5,6-tetra- cloropirimidi- na	"
15.	10	"	"	"	cloruro de áci- do 1,4-dicloro- ftalazin-6-car- boxílico	"
20.	11	"	"	"	cloruro de áci- do 2,3-dicloro- quinoxalin-6- carboxílico	"
	12	"	"	"	cloruro de áci- do 2-cloro-ben- zotiazol-6- carboxílico	"
25.	13	"	"	"	cloruro de áci- do 2,6-dicloro- pirimidin-5-sul- fónico	"
30.	14	"	"	"	2,4,6-tribromo- 1,3,5-triazina	"



23

	I	II	III	IV	V	
5.	15	ácido anilín- 2,5-disulfónico	2-metoxi- anilina	ácido 1-amino- 5-hidroxinaf- talin-7-sulfó- nico	ácido 2,4-diclo- ro-6-fenilamino- 1,3,5-triazin- 3'-sulfónico	azul- roji- zo
	16	"	2,5-dime- toxi-ani- lina	"	"	verdi- azul
10.	17	ácido 2-nafti- lamin-4,6,8-tri- sulfónico	"	"	"	"
	18	ácido anilín- 2,5-disulfónico	5-metil- 2-metoxi- anilina	ácido 1-amino- 5-hidroxinafta- lin-3,7-disul- fónico	2,4,6-tricloro- 1,3,5-triazina	azul- marino
15.	19	ácido metaní- lico	"	"	ácido 2,4-di- cloro-6-fenila- mino-1,3,5-tria- zin-3'-sulfónico	"
	20	ácido 2-nafti- lamin-4,8-disul- fónico	"	"	"	"
20.	21	"	"	ácido 1-amino- 5-hidroxinafta- lin-7-sulfónico	ácido 2,4-diclo- ro-6-fenilamino- 1,3,5-triazin- 3'-sulfónico	"
	22	ácido anilín-2,5- disulfónico	"	"	2,4,6-tricloro- pirimidina	"
25.	23	"	"	"	2,4,6-tricloro- -5-ciano-pirimi- dina	"



297806

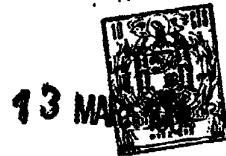
EJEMPLO 2.

- Una solución helada del complejo cúprico obtenido según el ejemplo 1, párrafo 1º, se mezcla con una solución de 18,4 partes de cloruro de triclanógeno en 60 partes de acetona, se agita durante 2 horas a 5° y se mantiene durante todo el tiempo a pH ligeramente ácido hasta neutro mediante instilación de solución diluída de hidróxido sódico. Luego se precipita por salificación el colorante diclorotriacínico obtenido, se le separa por filtración, se mezcla la pasta con una solución acuosa de 5 partes de bifosfato sódico y 5 partes de monofosfato sódico y se seca en vacío a 50°. Este colorante tinte el algodón con tonos de azulmarino sólidos.

EJEMPLO 3.

- Se diazoan de manera ordinaria 40,1 partes de ácido 4'-amino-2'-metoxi-5'-metilazobencen-2,5-disulfónico y el compuesto diazoico se copula en solución alcalina de carbonato sódico con 36,1 partes de ácido 1-acetilamino-5-hidroxinaftalín-3,7-disulfónico. El colorante disazoico originado se transforma en el complejo cúprico mediante ebullición durante varias horas, mientras se refrigera en reflujo, con una solución amoniacal de sulfato de cobre (correspondiente a 30 partes de sulfato de cobre cristalizado). Se precipita por salificación el complejo cúprico, se le separa por filtración y, mediante tratamiento con solución diluída de hidróxido sódico, se disocia el grupo acetilo.

La solución del colorante aminodisazoico así obtenida, enfriada y neutralizada, se mezcla con una solución de 18,5 partes de cloruro de triclanógeno en 50 partes de acetona



297800

y se agita la mezcla a 5° durante 2 horas, mientras se mantiene un pH de 6 a 7 por adición de solución diluida de hidróxido sódico. Después se agregan 50 partes de amoníaco al 10% y se mantiene la solución a 40% durante 2 horas. Se precipita por

5. salificación el colorante monoclorotriacínico originado, se le separa por filtración y se le seca. Este colorante tiñe el algodón con tonos azules hasta azulmarino, de excelentes propiedades de solidez al lavado y a la luz.

Se obtienen otros colorantes reactivos, que tiñen

10. el algodón con los tonos señalados en la columna V de la tabla II que sigue, si a base de los componentes iniciales, intermedios y finales de las columnas I, II y III de esta tabla se sintetizan colorantes disazoicos, se transforman éstos en los complejos cúpricos, se preparan a base de éstos, con cloruro de triclanógeno, los colorantes diclorotriacínicos y se hacen reaccionar estos últimos con los compuestos de la columna IV, para formar los colorantes monoclorotriacínicos.
15. de triclanógeno, los colorantes diclorotriacínicos y se hacen reaccionar estos últimos con los compuestos de la columna IV, para formar los colorantes monoclorotriacínicos.

En lugar de los componentes de la columna III pueden emplearse también sus compuestos N-acetilados, encuyo caso, sin embargo, después de la transformación en los complejos cúpricos debe volver a disociarse el radical acetilo, por ejemplo mediante calentamiento con solución de hidróxido sódico.

20. so, sin embargo, después de la transformación en los complejos cúpricos debe volver a disociarse el radical acetilo, por ejemplo mediante calentamiento con solución de hidróxido sódico.



TABLA 2

	I	II	III	IV	V	
5.	1	ácido anilin- 2,5-disulfó- nico	5-metil-2- metoxi-ani- lina	ácido 1-amino- 5-hidronafta- lin-3,7-disul- fónico	etilamina	azulmarino
	2	"	"	ciclohexi- lamina	"	
	3	"	"	etanola- mina	"	
10.	4	"	"	anilina	"	
	5	"	"	N-metila- nilina	"	
	6	"	"	fenol	"	
15.	7	"	"	ácido 1-amino- bencen-4-sul- fónico	"	
	8	"	"	ácido 1-amino- bencen-3-sul- fónico	"	
20.	9	"	ácido 1-amino- 5-hidroxinafta- lin-7-sulfónico	amoníaco	"	
	10	ácido 2-nafti- lamin-4,6,8-tri- sulfónico	"	"	"	
25.	11	"	2,5-dimetoxi- anilina	"	verdiazul	
	12	ácido 2-nafti- lamin-3,6,8- trisulfónico	5-metil-2- metoxi-ani- lina	"	azulmarino	



	I	II	III	IV	V	
5.	13	ácido 1-naftila- min-2,5,7-trisul- fónico	5-metil-2- metoxi-ani- lina	ácido 1-amino- 5-hidroxinafta- lin-7-sulfónico	amoníaco	azulmarino
	14	ácido anilin-2,5- disulfónico	"	ácido 1-amino- 5-hidroxinafta- lin-2,7-disul- fónico	"	"
10.	15	"	ácido 2-meto- xi-1-naftila- min-6-sulfó- nico	ácido 1-amino- 5-hidroxinafta- lin-7-sulfónico	"	verdiazul
	16	"	"	"	ácido 1-amino- bencen-3-sul- fónico	"
15.	17	"	5-metil-2- metoxi-ani- lina	ácido 1-amino- 5-hidroxinafta- lin-3,7-disul- fónico	morfolina	azulmari- no
	18	"	"	"	piperidina	"
20.	19	"	"	"	dietilamina	"



EJEMPLO 4.

Se diazoan de la manera ordinaria 40,1 partes del colorante aminoazoico a base de ácido anilín-2,5-disulfónico y 5-metil-2-metoxianilina y se copula el compuesto diazoico, 5. en presencia de un exceso de carbonato sódico, con 23,9 partes de ácido 1-amino-5-hidroxinaftalín-7-sulfónico.

El colorante disazoico obtenido se precipita seguidamente por salificación, se separa por filtración y se lava con solución saturada de cloruro sódico.

10. La torta del filtro se disuelve en 800 partes de agua y se mezcla con una solución de 34,3 partes de sal sódica del ácido 2,4-dicloro-6-fenilamino-1,3,5-triazin-3'-sulfónico. Se agita a 40° durante 4 horas mientras se mantiene entre 6 y 7 el pH de la solución instilando una solución diluída de hidróxido sódico. Terminada la reacción, se precipita 15. por salificación el colorante originado, se le separa por filtración y se le seca. Este colorante tñe el algodón con tonos azules rojizos.

Se obtiene un colorante igual si, en lugar de 23,9 20. partes de ácido 1-amino-5-hidroxinaftalín-7-sulfónico, se emplean 31,9 partes de ácido 1-amino-5-hidroxinaftalín-3,7-disulfónico como componente de copulación.



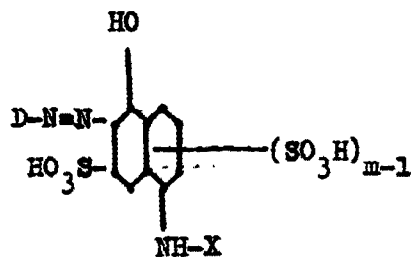
237300

N O T A

5. Descrito el invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de las demandas de patentes suizas N° 3211/63 del 14 de marzo de 1963, N° 10436/63 del 23 de agosto de 1963 y N° 1501/64 del 7 de febrero de 1964, existiendo en todas ellas unidad de invención.

10. 1. Procedimiento para la preparación de nuevos colorantes disazoicos, caracterizado por prepararse, mediante condensación o copulación según métodos ya de sí conocidos, colorantes disazoicos que contienen 2, por lo menos, grupos hidrosolubilizantes y que corresponden a la fórmula

15.



20.

donde

25. D significa el radical de un componente diazoico que contiene un grupo azoico y por lo menos un grupo hidrosolubilizante,

m significa un número entero positivo por valor de 2 a lo sumo, y



13

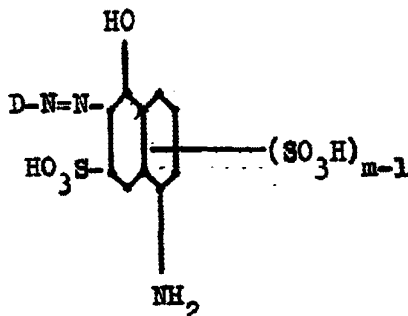
297300

X significa un radical heterocíclico que, gracias a su contenido de un sustituyente de fácil disociación, es capaz de reaccionar con el algodón formando un enlace covalente.

5.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por hacerse reaccionar entre sí, en cualquier orden de sucesión una 2,4,6-trihalogen-1,3,5-triazina de una parte con amoníaco, con un alcohol o fenol, con un mercaptano o con una amina, de preferencia primaria, y de otra parte con un colorante aminodisazoico de la fórmula

15.



20.

donde

D significa el radical de un componente diazoico que contiene un grupo azoico y por lo menos dos grupos hidrosolubilizantes y

m significa 1 o 2,

de modo que se origine un producto de condensación secundario y halogenado de colorante y triazina.

30.



2874

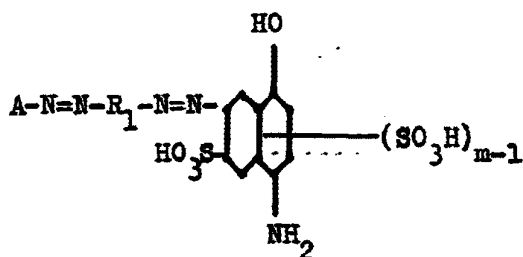
3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por emplearse, en concepto de heterociclos que se han de condensar con el colorante aminodisazoico, pirimidinas tri- o tetra-halogenadas o haluros de ácido carboxílico

5. que contienen un radical heterocíclico dihalogenado provisto de 2 átomos de nitrógeno, principalmente cloruros de ácido dihalogenquinoxalincarboxílico, cloruros de ácido dihalogenquinazolincarboxílico y cloruros de ácido dihalogenftalacincarboxílico.

10.

4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por emplearse colorantes que contienen por lo menos dos grupos de ácido sulfónico, de la fórmula

15.



20.

donde

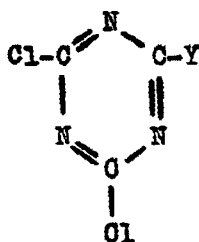
25. A significa un radical bencénico, naftalínico o pirazolónico provisto de grupos de ácido sulfónico,
R₁ significa un radical bencénico que lleva los grupos azoicos en posición para entre sí, y
m significa 1 o 2.



287.

5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1, 2 y 4, caracterizado por hacerse reaccionar los citados colorantes con diclorotriazinas de la fórmula

5.



10.

donde

15.

Y significa un grupo $-NH_2-$, el radical de una amina primaria alifática de peso molecular bajo o un grupo arilamino, de preferencia provisto de grupos carboxílicos o sulfónicos.

20.

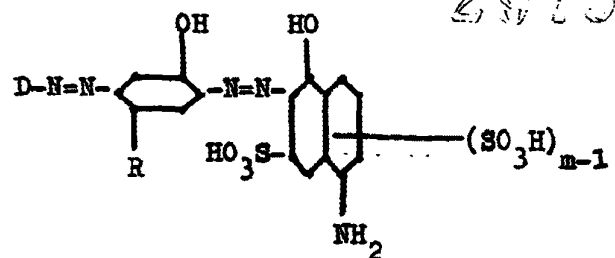
6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por emplearse en la condensación compuestos complejos de metal pesado, en particular compuestos complejos de cobre, de los colorantes de partida que se han mencionado.

25.

7. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6, caracterizado por emplearse compuestos de cobre hidrosolubles de colorantes disazoicos de la fórmula



297300



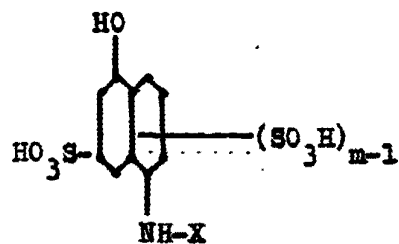
5.

donde

- 10. D significa el radical de un ácido bencendisulfónico o de un ácido naftalindi- o -tri-sulfónico,
- m significa 1 o 2 y
- R significa un radical alquilo o alcoxi o un átomo de hidrógeno.

- 15. 8. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por prepararse los colorantes mediante copulación de colorantes aminomonoazoicos diazoados, provistos de grupos de ácido sulfónico, con compuestos de la fórmula

20.



25.

donde

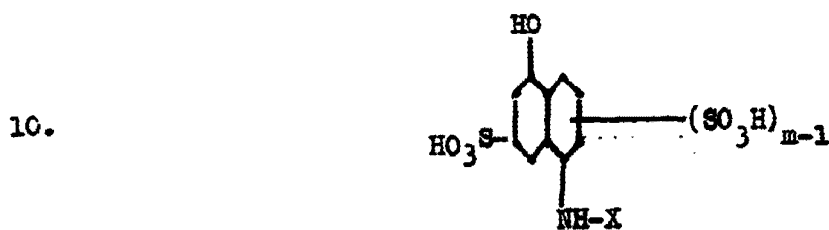
- m significa 1 o 2 y
 - X significa un radical heterocíclico que, por su contenido de un sustituyente de fácil disociación, es capaz
- 30.

2573007



de reaccionar con el algodón formando un enlace covalente.

9. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8, caracterizado por emplearse componentes diazoicos de la fórmula
5. la



15. donde

X significa un radical 1,3,5-triazínico halogenado y m significa 1 o 2.

10. Procedimiento para la preparación de nuevos colorantes disazoicos.
- 20.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 27 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

25. Madrid, a 13 de marzo de 1964.

p. a.

JAIMÉ ISERN

D. P.