

Case 1843 +

301867



364

301867

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

para "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES REACTIVOS",  
a favor de la firma suiza J.R. GEIGY, A.G., residente en  
BASILEA (Suiza).

= .. =

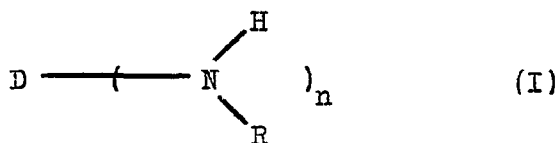
MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a colorantes reactivos, al procedimiento para su preparación, a su empleo para teñir fibras orgánicas, principalmente fibras textiles provistas de grupos hidroxílicos y/o amínicos, y asimismo, como artículo industrial, a las fibras teñidas con ayuda de ellos.

5.

Se ha descubierto que se obtienen colorantes fijables sobre las fibras textiles provistas de grupos hidroxílicos y amínicos si se hace reaccionar 1 mol de un colorante orgánico de la fórmula I

= 2 =

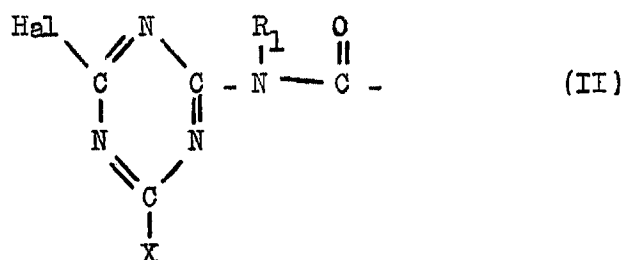


30187

donde

5. D significa el radical de un colorante orgánico,  
R significa hidrógeno o un radical alquílico inferior y  
n significa 1 o 2,  
con n moles de un compuesto que introduzca el radical de la  
fórmula II

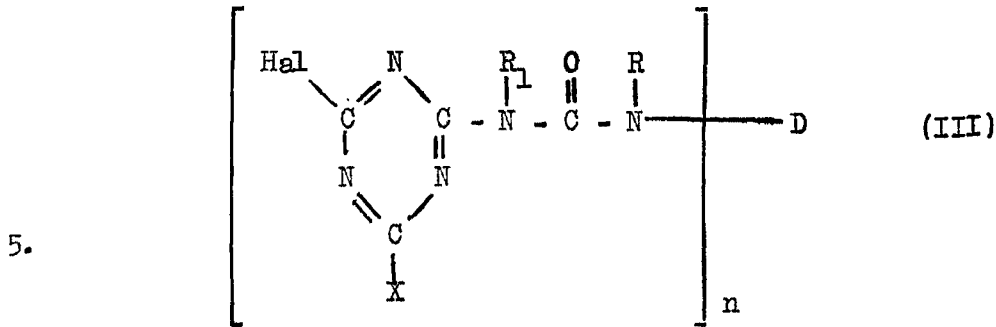
10.



15. donde

- Hal significa halógeno hasta el número atómico 35,  
X significa un sustituyente monovalente cualquier y  
R<sub>1</sub> significa un radical alquílico inferior,  
para formar un colorante de la fórmula III

301807



donde

10. D, R y n tienen el significado expuesto en la fórmula I y Hal, X y R<sub>1</sub> tienen el significado expuesto en la fórmula II, o si los colorantes reactivos de la fórmula III se sintetizan a partir de componentes de los que uno por lo menos contiene el radical de la fórmula II, ligado por medio de un grupo amínico de la fórmula  $\begin{array}{c} \text{---} \text{N} \text{---} \\ | \\ \text{R} \end{array}$ .
- 15.

En las fórmulas I y III, D significa en particular el radical de un colorante orgánico de fácil asequibilidad técnica, por ejemplo el radical de un colorante monoazoico, diazoico o poliazoico eventualmente provisto de metal pesado, de un colorante antraquinónico, de un colorante nitro o de un colorante ftalocianínico.

20.

Si D es el radical de un colorante azoico, se trata por ejemplo del radical de un colorante monoazoico, sin metal pesado o con metal pesado, de la serie bencen-azo-bencénica,



301867

- bencen-azo-naftalínica, bencen-azo-pirazólica, bencen-azo-acetoacetilarilamídica, naftalin-azo-naftalínica y naftalin-azopirazólica o del radical de un colorante disazoico de la serie bencen-azo-bencen-azo-bencénica, bencen-azo-naftalin-azo-bencénica y naftalin-azo-bencen-azo-bencénica o formazánica. Si D es el radical de un colorante antraquinónico, se trata preferentemente de radicales 1-amino-4-fenilamino- o -4-difenilamino-antraquinónicos. Si D significa el radical de un colorante ftalocianínico, es preferentemente el radical de una alquilamida o arilamida de ácido ftalocianinsulfónico, en particular sulfonada.
- 5.
- 10.

- Los colorantes orgánicos de la fórmula I contienen los grupos  $\begin{array}{c} \text{H} \\ \diagup \\ \text{N} \\ \diagdown \\ \text{R} \end{array}$  ya sea en la estructura del colorante, ya sea en substituyentes externos, en este último caso posiblemente en el anillo bencénico de grupos benzoilamínicos o fenilamínicos.
- 15.

Los colorantes citados pueden contener los substituyentes usuales en los colorantes. Como tales entran en consideración:

20. - halógeno hasta el número atómico 35, como fluor, cloro y bromo;
- grupos alquílicos inferiores no ramificados y ramificados, como el grupo metílico, etílico, propílico, isopropílico, n-butílico, tercibutílico y amílico;
25. - grupos cicloalquílicos, como el grupo ciclohexílico y el grupo metilciclohexílico;
- grupos aralquílicos, como el grupo bencílico o el grupo fenílico.



301867

- grupos etéreos, como el grupo metoxi, etoxim benciloxi o fenoxi;
- grupos de ácido carboxílico y de ácido sulfónico;
- grupos acilamino, como el grupo acetilamino, cloroacetilamino, beta-bromopropionilamino y benzoilamino;
- 5. - grupos de amida carboxílica y amida sulfónica, eventualmente N-substituidos, y además
- el grupo nitro, el grupo amino y el grupo hidroxilo.

10. R, en el significado de un grupo alquílico inferior, es por ejemplo el grupo metílico o etílico; pero representa con ventaja hidrógeno.

Hal significa flúor, cloro o bromo.

15. Los colorantes de este invento de la fórmula III en que hal significa flúor, superan a los colorantes con Hal = cloro por lo que atañe a su reactividad. En consecuencia, pueden fijarse a la fibra ya a temperaturas relativamente bajas, mientras que los colorantes en los que Hal significa cloro exigen temperaturas de fijación más altas o álcalis más fuertes, por ejemplo hidróxido sódico, como medio ligador de ácido.

20.  $R_1$  representa por ejemplo el grupo metílico, etílico, isopropílico o butílico.

Como substituyente monovalente cualquiera X entran en consideración, por ejemplo:

- 25. - los grupos etéreos, por ejemplo un grupo alcoxi como el grupo metoxi o etoxi;
- un grupo ariloxi, sobre todo el grupo fenoxi insubstituido, pero también un grupo fenoxi substituido por halógeno, por ejemplo cloro, grupos de alquilo inferior o grupos de alcoxi inferior;



20187 -9 J.L.

- un grupo tioetéreo, principalmente un grupo alquiltio, posiblemente el grupo metiltio o etiltio,
  - y asimismo un grupo ariltio, en particular el grupo feniltio insustituído o un grupo feniltio sustituido por halógeno,
5. por ejemplo cloro, grupos de alquilo inferior o grupos de alcoxi inferior.

- Sin embargo, X representa en particular un grupo amínico derivado de una amina orgánica primaria o secundaria, en particular un grupo monoalquilamínico o dialquilamínico, como por ejemplo el grupo metilamínico, etilamínico, isopropilamínico, tercibutilamínico o el grupo dimetilamínico, dietilamínico, dipropilamínico o dibutilamínico. Se prefieren los radicales monoalquilamínicos inferiores a causa de su mejor solubilidad, y los radicales dialquilamínicos inferiores a causa
10. de los productos de fosgenación homogéneos que con ellos se obtienen. Por otra parte, el sustituyente monovalente X puede derivarse también de bases de nitrógeno heterocíclicas saturadas, como la piperidina o la morfolina; o bien puede significar X el radical de un grupo fenilamínico o N-alquilo inferior-N-
15. fenilamínico cuyo radical fenílico está sustituido por halógeno, como por ejemplo cloro, por grupos de alquilo inferior o grupos de alcoxi inferior.
- 20.

Los colorantes amínicos de la fórmula I utilizables según este invento son por ejemplo:

25. - amino-antraquinonas, como la 1-amino-4-(m- o p-amino-fenilamino)- o 4-(o'-, m'- o p'-amino-difenilamino)-antraquinonas y sus ácidos sulfónicos;
- aminonaftalocianinas, como los productos de condensación de clo-



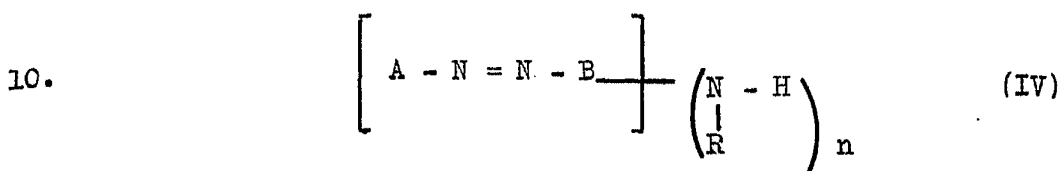
301867

ruro de ácido ftalocianinsulfónico con alquilendiamina o con arilendiaminas eventualmente sulfonadas;

- y asimismo colorantes amino-azoicos y sus ácidos sulfónicos. Estos últimos contienen en el componente de copulación y/o en el

- 5. componente diazoico grupos amínicos  $\begin{matrix} -N- \\ | \\ R \end{matrix}$  que se han de acilar.

Materiales de partida valiosos son, por ejemplo, los colorantes amino-azoicos de la fórmula IV



en la que

- 15. A significa el radical de un componente diazoico, en particular de un radical, eventualmente substituído con ulterioridad, de la serie bencénica, difenílica o naftalínica, y

B significa el radical de un componente de copulación, mientras que

- 20. R y n tienen el significado expuesto en la fórmula I. De preferencia, A y D contienen en conjunto dos grupos de ácido sulfónico, por lo menos.

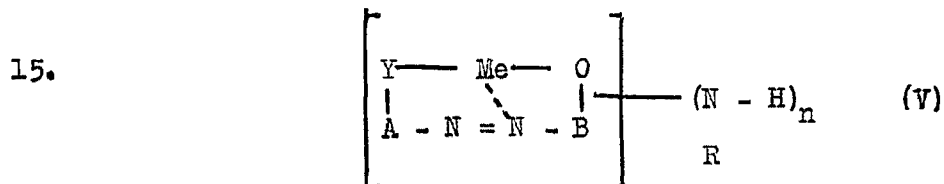
- 25. Los colorantes azoicos de la fórmula IV se obtienen por ejemplo mediante copulación de compuestos de acilamino-fenil-, -difenil- o -naftil- diazonio o de nitro-arildiazonio, eventualmente sulfonados; o dea, por ejemplo, mediante copulación de una acetilaminoanilina, de 4-acetil-amino-4'-amino-1,1'-



301867

- difenilo o de una nitrenilina diazoados, eventualmente provistos de grupos de ácido sulfónico, con componentes de copulación usuales, por ejemplo con los de la serie bencénica, naftalínica, pirazólica o aciloacetilarilamídica, y saponificación consecutiva del grupo acilamino o respectivamente reducción del grupo nitro a grupo amino; o bien mediante copulación de un compuesto de diazonio con un componente de copulación que contenga grupos amínicos acilables, por ejemplo con un aminobenceno, aminonaftalina o aminonaftol, y asimismo con una aminoarilpirazolona o -pirazolimina o con una aciloacetilarilamida o con sus ácidos sulfónicos.
- 5.
- 10.

Materiales de partida igualmente valiosos son los colorantes aminoazoicos metalizados de la fórmula V



donde

- A significa un radical, eventualmente substituido con ulterioridad, de la serie bencénica o naftalínica,
- 20.
- B significa el radical de un componente copulado en posición vecina a un grupo hidroxílico,
- Me significa un metal pesado de los números atómicos 24 a 29, que puede contener además, en coordinación, otros
- 25.
- formadores de complejo,
- Y significa oxígeno o el grupo COO y



301867

R y n tienen el significado expuesto en la fórmula I.

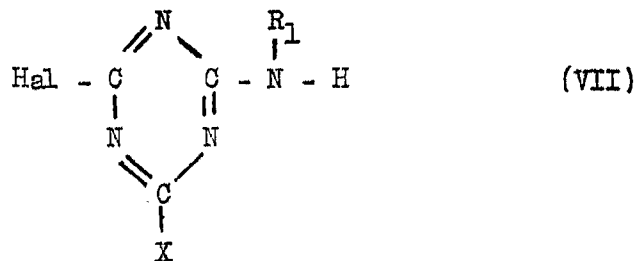
De preferencia, estos colorantes aminoazoicos contienen 2 grupos de ácido sulfónico por lo menos.

- Los colorantes aminoazoicos metalizados de esta índole se obtienen por ejemplo, mediante copulación de compuestos de acilaminofenil-, nitrofenil- o naftil-diazonio, eventualmente sulfonados y que contienen ventajosamente en posición orto respecto al grupo diazónico un grupo hidroxílico, alcoílico o carboxílico, con componentes de copulación usuales, que copulan en posición vecina a un grupo hidroxílico, por ejemplo fenoles, naftoles, pirazolonas o aciloacetilarilamidas, así como los ácidos sulfónicos de estos compuestos; o bien mediante copulación de compuestos de diazonio aromáticos corrientes, en particular de compuestos de o-hidroxi-, o-alcoxi- u o-carboxi-arildiazonio, eventualmente sulfonados, con componentes de copulación que copulan en posición vecina a un grupo hidroxílico y que contienen un grupo amínico, eventualmente acilado, por ejemplo con un amino- o acilamino-nafteno o con un ácido amino- o acilamino-naften-sulfónico. Terminada la hidrólisis del grupo acilamino o respectivamente la reducción del grupo nitro a grupo amino, los compuestos aminoazoicos obtenidos se transforman, con agentes donadores de cromo, cobalto, níquel o cobre, en complejos de metal pesado, si es preciso en presencia de un agente de oxidación. En saturación de otros puntos de coordinación eventualmente presentes, los colorantes de este invento pueden contener además otros compuestos formadores de complejo, eventualmente de carácter colorante, ligados por medio del metal pesado; por ejemplo agua, ciertas aminas terciarias, como la piridina, o bien otro colorante o,o'-dihidroxi- u p-hidroxi-o'-carboxiazoi-
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.





301867



5.

donde X, Hal y R<sub>1</sub> tienen el significado expuesto en la fórmula II,

10. con fosgeno, en un disolvente orgánico inerte. Como disolventes son aptos, por ejemplo, los hidrocarburos aromáticos, eventualmente halogenados o nitrados, como el tolueno, el clorobenceno o el nitrobenzeno.

15. La reacción del colorante amínico de la fórmula I con el agente de acilación que introduce el radical de la fórmula II se realiza convenientemente en solución acuosa, si conviene en presencia de disolventes orgánicos inertes, por ejemplo alcoholes inferiores, cetonas inferiores o amidas de ácido graso inferiores, si es preciso en presencia de sales tampón o de bases de nitrógeno terciarias, como dialquilanilinas, en concepto de medio ligador de ácido. Para evitar un cambio prematuro de substituyentes desdoblables, se actúa en condiciones 20. suaves, de preferencia a pH de 4 a 8 y con las temperaturas más bajas que sea posible. También para el aislamiento y el secado de los productos de la reacción, están indicadas las condiciones suaves.

25. Según un procedimiento modificado, se obtienen asimismo colorantes reactivos de la fórmula III mediante síntesis

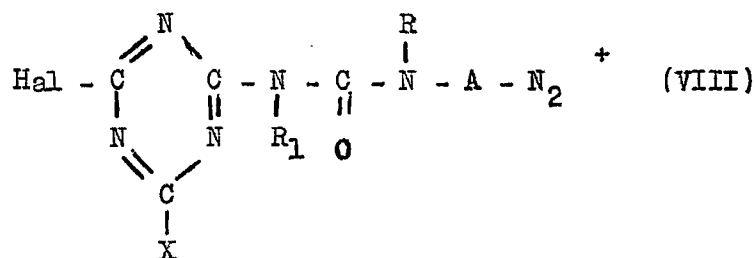


30.97

a partir de componentes cromógenos que contienen una vez por lo menos el radical de la fórmula II, ligado por medio de un grupo amínico. Este modo operatorio se presta particularmente para la preparación de colorantes azoicos mediante copulación de un compuesto de diazonio aromático con un componente de copulación, de los que uno por lo menos presenta el grupo acilamínico característico de este invento.

Se copula, por ejemplo, un compuesto de diazonio de la fórmula VIII

10.



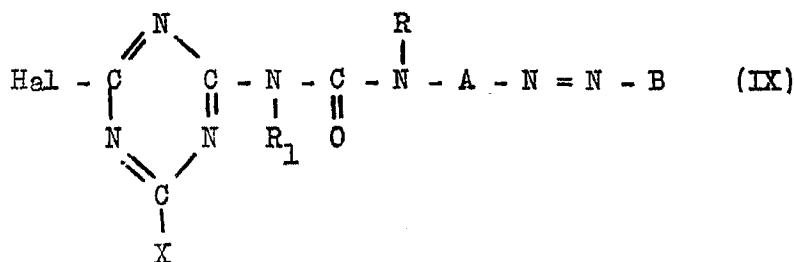
15. donde

A significa un radical, eventualmente substituido con ulterioridad, de la serie bencénica, difenílica, naftalínica o azoica,

R tiene el significado expuesto en la fórmula I y

20. Hal, X y R<sub>1</sub> tienen el significado expuesto en la fórmula II, con un componente de copulación B-H, para formar un colorante azoico de la fórmula IX

301857



5.

donde

B significa el radical del componente de copulación

Si conviene, los colorantes metalizables así obtenidos se hacen reaccionar todavía con agentes introductores de metal pesado.

10.

Los compuestos de diazonio de la fórmula VIII utilizables para ello se derivan de arilendiaminas, eventualmente sulfonadas, como por ejemplo del ácido p- o m-fenilendiaminsulfónico, o del ácido 2,6-naftilendiamin-4,8-disulfónico.

15.

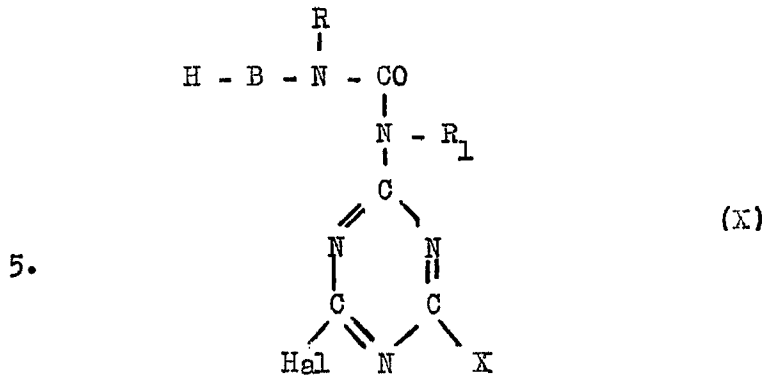
Como componentes para copular con ellos entran en consideración los usuales en los colorantes azoicos, por ejemplo los de la serie bencénica, como fenoles o anilinas; de la serie naftalínica, como naftoles, naftilaminas y fenil- y acilaminonaftoles, eventualmente sulfonados, lo mismo que pirazolonas, pirazol, iminas y aciloacetilarilamidas.

20.

Otra modalidad de realización del procedimiento de este invento para preparar colorantes reactivos de la fórmula III consiste en copular un compuesto de arildiazonio  $\text{A-N}_2^+$  con un componente de copulación de la fórmula X

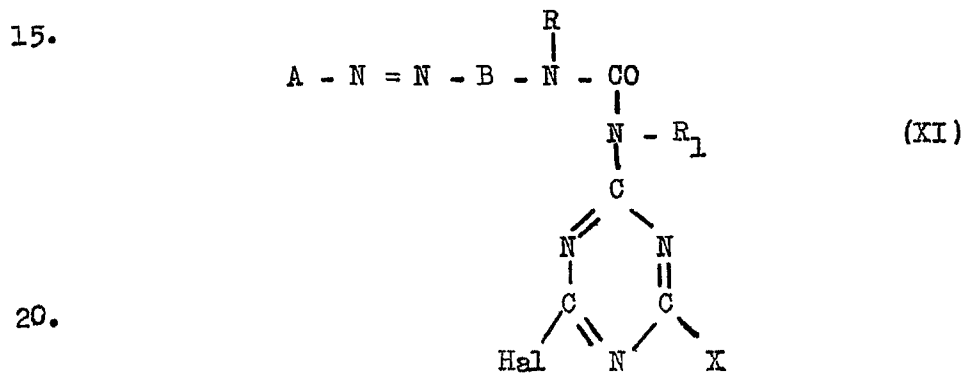


337



donde

10. R tiene el significado expuesto en la fórmula I,  
 Hal, X y R<sub>1</sub> tienen el significado expuesto en la fórmula II y  
 B significa el radical de un componente de copulación,  
 para formar un colorante de la fórmula XI



donde B, Hal, R<sub>1</sub> y X tienen el significado expuesto en la fórmula X, mientras que

25. A significa un radical, eventualmente substituido con ulterioridad, de la serie bencénica, difenílica, naftalínica o azoi-



ca de colorantes,

y en transformar eventualmente el colorante obtenido en su complejo de metal pesado, con agentes donadores de metal pesado.

Como compuestos de diazonio son utilizables para ello

5. las aminas aromáticas diazoadas usuales en los colorantes azoicos, por ejemplo los compuestos, eventualmente sulfonados, de colorante fenílico, difenílico, naftílico o azoico y diazonio.

10. En la fórmula X, B significa, por ejemplo, el radical de un ácido aminonaftensulfónico, como el radical de un ácido 1-amino-6- o -7-hidroxi-naftalin-sulfónico, del ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6- o -4,6-disulfónico, del ácido 2-amino-8-hidroxi-naftalin-6-sulfónico o del ácido 2-amino-5-hidroxi-naftalin-7-sulfónico, y asimismo el radical de una aminoaril-pirazolona o -pirazolinina, eventualmente sulfonada, o de una aciloacetilarilamida.

15. Los colorantes azoicos con 2 radicales de la fórmula II se obtienen, por ejemplo, mediante copulación de un compuesto de diazonio de la fórmula VIII con un componente de copulación de la fórmula X.

20. La copulación se efectúa en todo caso en medio débilmente ácido o débilmente alcalino, por los métodos usuales.

Tanto la copulación como la metalización deben realizarse en condiciones conservadoras, es decir, evitando valores elevadas de pH y temperaturas altas.

25. Para su estabilización, los colorantes obtenidos pueden mezclarse con sustancias tampón, por ejemplo con mezclas de fosfatos alcalinos primarios y secundarios o con sales alcalinas de aminas aromáticas terciarias sulfonadas, o sea



por ejemplo, con la sal sódica del ácido N,N-dimetilanilin-3-sulfónico.

- Los colorantes preferidos de la fórmula III contienen grupos salificantes solubilizadores en agua y sirven para
5. teñir fibras de poliamida natural y sintética provistas de grupos amínicos, en cuyo caso el tratamiento ulterior de la tintura con agentes formadores de ácido, como el amoníaco o la hexametilentetramina, proporcionan una mejora de la solidez a la humedad.
10. Sin embargo, los colorantes reactivos de este invento, de la fórmula III, solubles en agua y provistos con ventaja de 2 a 5 grupos de ácido sulfónico se emplean en primer término para teñir y estampar fibras textiles provistas de grupos hidroxílicos, y en particular fibras de celulosa natural o regenerada.
15. Mediante la impregnación de los géneros textiles con soluciones acuosas de colorante, o mediante estampación de los mismos con soluciones espesadas de colorante, secado del material impregnado y actuación de agentes aceptores de ácido, eventualmente con calentamiento o vaporización, y después de
20. lavado y enjabonado a fondo, se obtienen tinturas y estampados que se distinguen por excelentes propiedades de solidez a la mojadura y buena solidez a la luz.

- Los colorantes de este invento sirven también para
25. teñir, por el procedimiento de extracción, material fibroso provisto de grupos hidroxílicos. En este caso, el colorante se fija por la acción de agentes aceptores de ácido, durante la operación tintórea o después de ella, operación que se activa convenientemente con ayuda de sales neutras, como el sulfato o el



301867

cloruro sódicos. Un procedimiento tintóreo sumamente sencillo consiste en añadir al baño tintóreo, desde el principio, la cantidad total de la sal neutra que activa la extracción y del agente aceptor de ácido, introducir en el baño a temperaturas más bajas el género que se ha de teñir, calentar el baño gradualmente hasta una temperatura de 40 a 100° C y tratar el género a esta temperatura hasta que se haya terminado la fijación del colorante. Se obtienen de esta manera tinturas de excelente solidez a la humedad y buena solidez a la luz.

5. Con los colorantes reactivos de la fórmula III en los que Hal significa cloro, la fijación se efectúa a temperaturas altas; y con los colorantes en los que Hal significa fluor, a temperaturas bajas.

10. Como agentes aceptores de ácido entran preferentemente en consideración el bicarbonato sódico o potásico, el carbonato sódico o potásico, el metasilicato sódico, el fosfato trisódico, la sosa cáustica y asimismo la sal sódica o potásica del ácido tricloroacético, El baño tintóreo, o respectivamente la pasta de estampar, puede contener al mismo tiempo

15. otros aditivos, por ejemplo sales, como el sulfato o cloruro sódico ya mencionados, o materias auxiliares, como amidas de ácido, por ejemplo urea, o aditivos inhibidores de la reducción como el ácido nitrobencensulfónico, lo mismo que aditivos aceleradores de la reacción, como aminas terciarias, por ejemplo la trimetilamina o el 1,4-diaza-biciclo-(2,2,2)-octano.

20. Los colorantes reactivos de este invento, de fórmula III y carentes de grupos de ácido sulfónico, se emplean preferentemente en dispersión acuosa fina para teñir fibras hidró-



301867

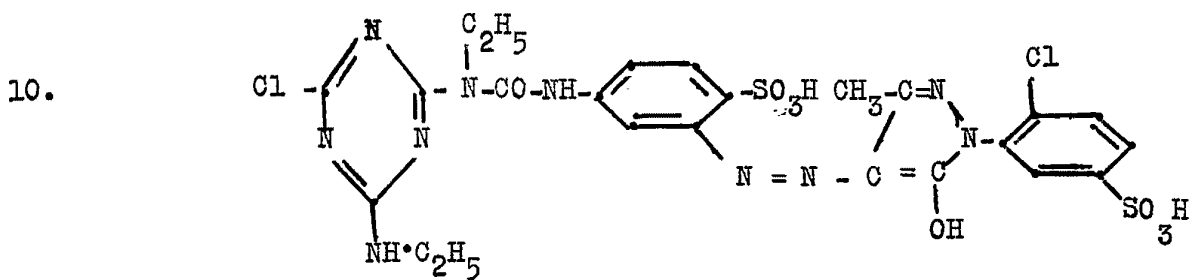
fobas, en particular fibras de poliamida sintética, como el nylon.

Otros detalles aparecen en los ejemplos que siguen.

En estos, las partes significan, en tanto no se indique expresivamente otra cosa, partes en peso. Las temperaturas están señaladas en grados centígrados, y las partes en peso se refieren a los volúmenes como el gramo al centímetro cúbico.

- 5. Las temperaturas están señaladas en grados centígrados, y las partes en peso se refieren a los volúmenes como el gramo al centímetro cúbico.

E J E M P L O 1



- 15. 18,8 partes de ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico se disuelven con carbonato sódico en 400 partes de agua, a un pH de 4,0-4,5, y se enfria la solución hasta 0-5°. A esta temperatura se instilan, en un período de 15 minutos, 27,7, partes de 2-etilamino-4-N-cloroformil-etilamino-6-cloro-s-triazina, disueltas en 100 partes de acetona, y, mediante adición simultánea de solución de carbonato sódico, se mantiene el pH de la mezcla reaccional a 4,0-4,5. Tan pronto como se ha terminado la reacción, después de añadir al producto 25 partes de ácido clorhídrico al 30%, se la diazoa a temperatura de 0 a 5° con
- 20.

30207



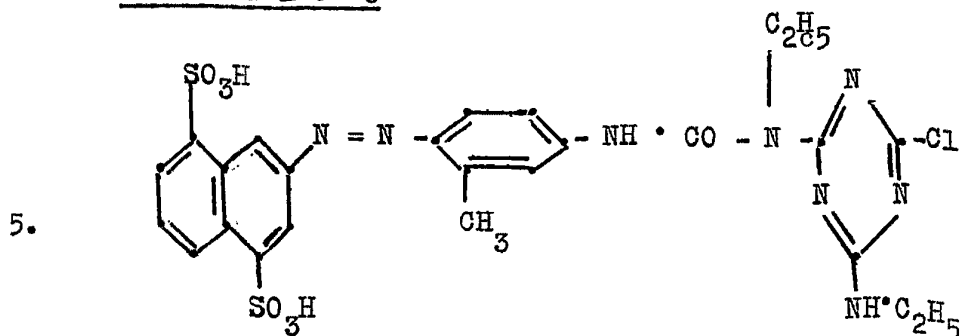
- 6,9 partes de nitrito sódico. La suspensión del compuesto de diazonio se hace afluir a una solución de la sal sódica de 28,9 partes de 1-(2'-cloro-5'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona en 200 partes de agua y 40 partes de acetato sódico. Terminada la copulación, se precipita el nuevo colorante con cloruro sódico, se le separa por filtración, se le lava con solución diluida de cloruro sódico y se le seca en vacío a 40-50°. Constituye un polvo amarillo, que se disuelve en agua dando coloración amarilloverdosa.
- 5.
10. El nuevo colorante tiñe el algodón, la lana celulósica, el yute, el ramio, el cáñamo, la lana, la seda y el nylon, por los procedimientos usuales para los colorantes reactivos, con matices amarillos puros, sólidos a la mojadura y a la luz. Se obtienen colorantes amarillos de propiedades semejantes si,
15. en lugar de la 1-(2'-cloro-5'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona, se emplea una cantidad equivalente de los componentes de copulación expuestos en la tabla que sigue.

TABLA I

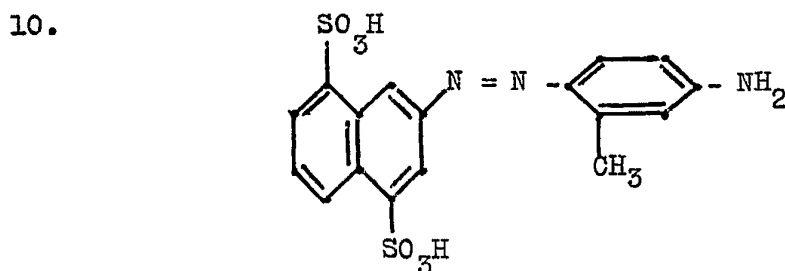
Ejemplo N°	Componente de copulación
20.	2 1-(2',5'-disulfofenil)-3-metil-5-pirazolona
	3 1-[5',7'-disulfonaftil-(2')] -3-metil- <sup>-5-</sup> pirazolona
	4 ácido 1-(4'-sulfofenil)-5-pirazolon-3-carboxílico
	5 1-(3'-sulfofenil)-5-metil-5-pirazolona.



E J E M P L O 6



Se disuelven en forma de sal sódica 42,1 partes del colorante aminomonoazoico de la fórmula



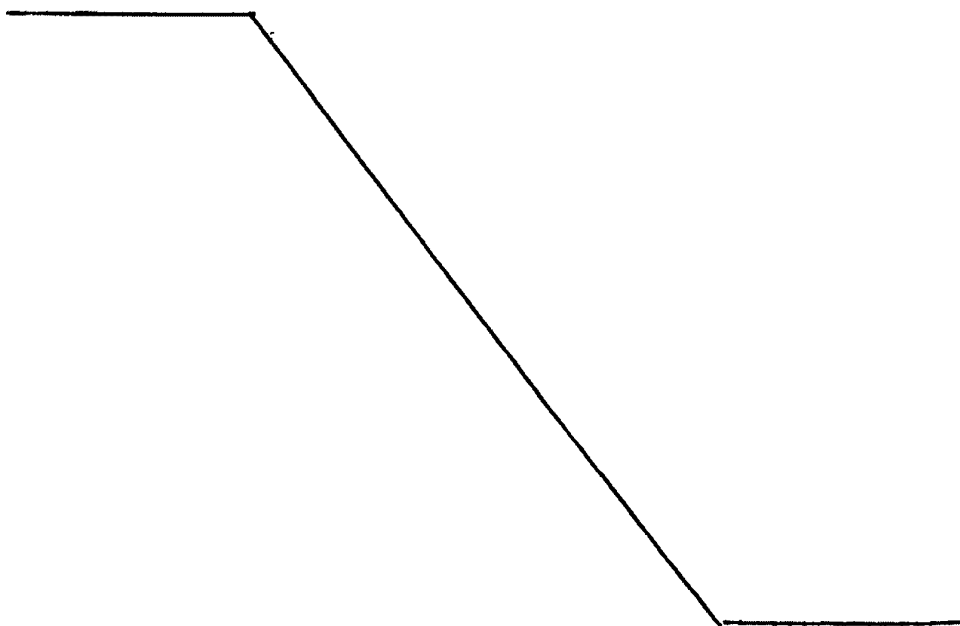
15. (preparado mediante diazoación de ácido 2-aminonaftalin-4,8-disulfónico y copulación del compuesto de diazonio con 1-amino-3-metilbenceno, en presencia de sales alcalinas de ácidos grasos) en 400 partes de agua. A 20-25°, se instilan en el curso de una hora 29,1 partes de 2-etilamino-4-N-cloroformil-etilamino-6-cloro-s-triazina, disueltas en 100 partes de acetona, y, mediante adición simultánea de solución de carbonato sódico, se mantiene el pH de la mezcla reaccional a 6,5-7,0. En cuanto no se perciben ya más grupos amínicos libres, se precipita el
- 20.

301837



producto de la reacción mediante adición de cloruro sódico, se le separa por filtración y se lava con solución diluída de cloruro sódico. El nuevo colorante es secado en vacío a 40-50° y constituye un polvo amarillo, que se disuelve en agua dando coloración amarilla. Tiñe las fibras de celulosa y de poliamida, por los procedimientos usuales para los colorantes reactivos, con matices amarillos puros, de buena solidez a la luz y buena solidez a la mojadura.

Se obtienen otros colorantes azoicos de propiedades semejantes si se hacen reaccionar según las indicaciones del ejemplo 6 los colorantes aminoazoicos indicados en la tabla que sigue con 2-etilamino-4-N-cloroformil-etilamino-6-cloro-s-triazina o partes equivalentes de 2-dimetilamino-4-N-cloroformil-metilamino-6-cloro-s-triazina, de 2-N-metil-N-fenilamino-4-m-cloroformil-metilamino-6-cloro-s-triazina o de 2-etilamino-4-n-cloroformil-etilamino-6-fluoro-s-triazina.





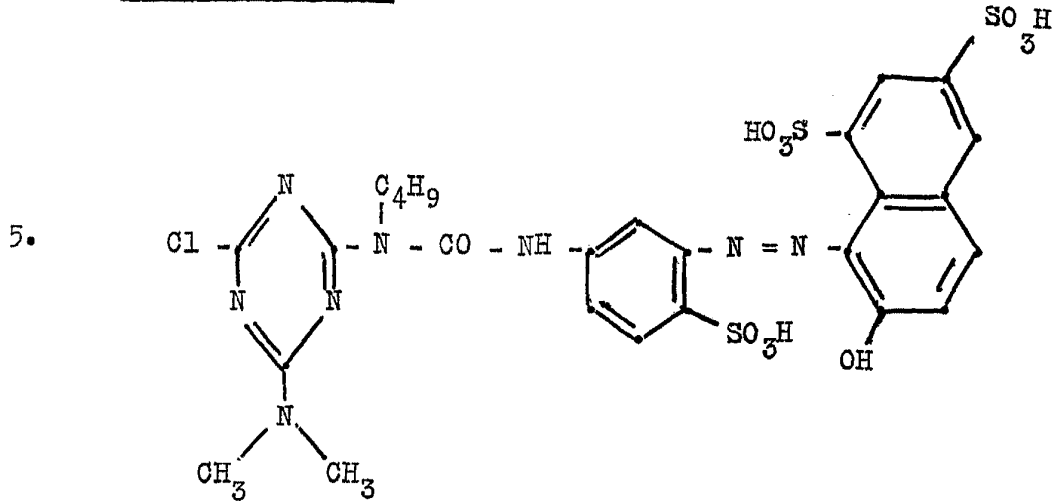
304867

Tabla 2

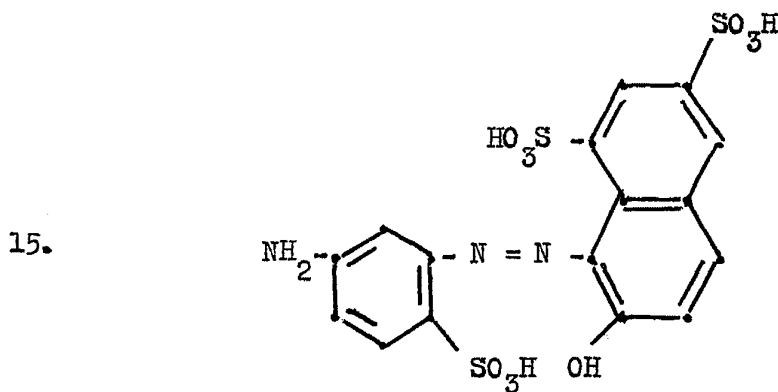
Ejemplo Nº	Colorante aminoazoico	Matiz sobre las fibras de celulosa
5.	7      ácido 2-aminonaftalin-5,7-disulfónico → anilina	amarillo
	8      ácido 2-aminonaftalin-4,8-disulfónico → 2-metoxi-5-metilanilina	amarillo
10.	9      ácido 2-aminonaftalin-4,6,8-trisulfó- nico → anilina	amarillo
	10     ácido 2-aminonaftalin-4,6,8-trisulfó- nico → 3-metil-1-aminoben ceno → anilina	anaranjado
15.	11     ácido 4-aminoazobencen-3,4'-disulfóni- nico → 3-metil-1-aminoben ceno	anaranjado
	12     ácido 2-aminonaftalin-4,8-disulfónico → N-metilanilina	amarillo



EJEMPLO 13



10. 50,3 partes del colorante aminoazoico de la fórmula  
1a



20. (obtenido por copulación de ácido 2-amino-4-acetilamino-bencen-  
1-sulfónico, diazoado, con ácido 2-hidroxinaftalin-6,8-disulfó-  
nico, en medio alcalino, y saponificación del grupo acetilami-  
no con sosa cáustica) se disuelven de modo neutro, en forma de



301867

- sal sódica, en 800 partes de agua. A 15-20°, se añaden 30,6 partes de 2-dimetilamino-4-N-cloroformil-n-butilamino-6-cloro-s-triazina, disueltas en 100 partes de acetona, al mismo tiempo que se mantiene el pH de la mezcla reaccional a 5-5,5 mediante
5. instilación de solución sódica. En cuanto no se perciben ya más grupos amínicos diazobles, se precipita por completo el colorante mediante adición de cloruro sódico, se le separa por filtración y se le seca en vacío a 60-70°. Este colorante se disuelve con facilidad con agua, dando coloración anaranjada, y
10. tiñe las fibras de poliamida y de celulosa, por los procedimientos usuales para los colorantes reactivos, con matices anaranjados que tiran al amarillo.

- Si se hacen reaccionar los colorantes aminazoicos señalados en la tabla que sigue, siguiendo las indicaciones de
15. este ejemplo, con 2-dimetilamino-4-N-cloroformil-n-butilamino-6-cloro-s-triazina o con partes equivalentes de 2-metoxi-4-N-cloroformil-etilamino-6-cloro-s-triazina, 2-fenoxi-4-N-cloroformil-metilamino-6-cloro-s-triazina o 2-morfolino-4-N-cloroformil-metilamino-6-bromo-s-triazina, se obtienen colorantes
20. igualmente valiosos, cuyas tonalidades tintóreas están indicadas en la última columna de la tabla que sigue.



Tabla 3

Ejemplo Nº	Colorantes aminoazoicos	Matiz sobre las fibras de celu- losa	
5.	14	<p>ácido 2-amino-4-nitrobencensul- fónico <math>\longrightarrow</math> ácido 1-benzoil- amino-8-hidroxinaftalin-4,6-di- sulfónico, reducido</p>	rojo
10.	15	<p>ácido 2-amino-4-nitrobencensul- fónico <math>\longrightarrow</math> ácido 1-acetil- amino-8-hidroxinaftalin-3,6-di- sulfónico, reducido</p>	rojo
15.	16	<p>ácido 2-amino-4-nitrobencensul- fónico <math>\longrightarrow</math> ácido 1-benzoil- amino-8-hidroxinaftalin-3,6-di- sulfónico, reducido</p>	rojo
20.	17	<p>ácido 2-amino-4-acetilaminoben- censulfónico <math>\longrightarrow</math> ácido 1-hi- droxinaftalin-3,6-disulfónico, saponificado.</p>	anaranjado
	18	<p>ácido 2-amino-4-acetilaminoben- censulfónico <math>\longrightarrow</math> ácido 1-hi- droxinaftalin-4,6-disulfónico, sa- ponificado</p>	rojoanaranja- do



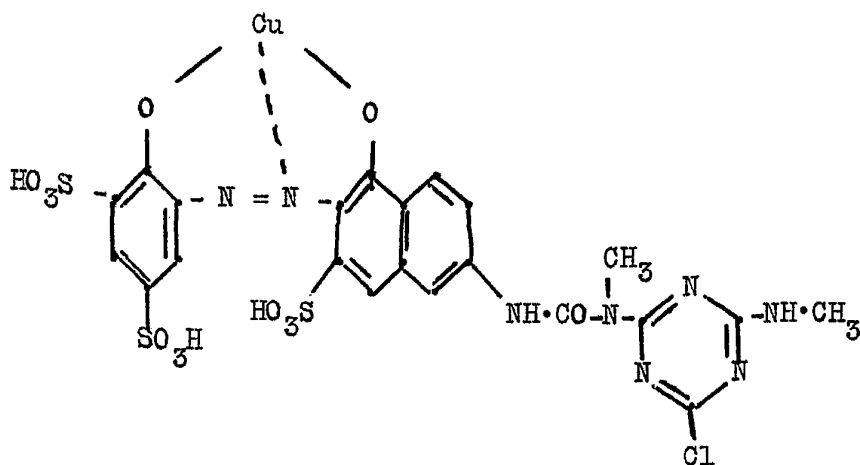
Ejemplo N°	Colorantes aminoazoicos	Matiz sobre las fibras de celulosa
5.	19 ácido 1-aminobencen-2,5-disulfónico <u>alcalinamente</u> → ácido 2-amino-5-hidroxi-naftalin-7-sulfónico	anaranjado
	20 ácido 2-aminonaftalin-1,5-disulfónico <u>alcalinamente</u> → ácido 2-metil-amino-5-hidroxi-naftalin-7-sulfónico	anaranjado-rojizo
10.	21 ácido 1-aminobencen-2,4-disulfónico → ácido 1-(3'-aminobenzoil-amino)-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico	rojo
15.	22 ácido 2-amino-4-acetilaminobencensulfónico → ácido 2-aminonaftalin-5,7-disulfónico, saponificado	anaranjado
	23 ácido 2-amino-4-acetilaminobencensulfónico → 1-(3'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona, saponificada	amarillo
20.	24 ácido 2-amino-5-nitrobencensulfónico → 1-(3'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolidina, reducida.	amarillo



301817

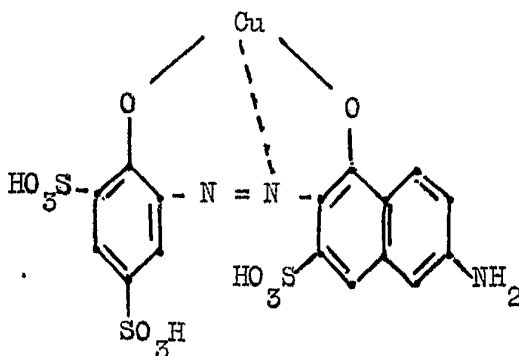
EJEMPLO 25

5.



10. 51,7 partes del colorante aminomonoazoico cuproso de la fórmula

15.



20. (obtenido por copulación de ácido 2-amino-1-hidroxibencen-4,6-disulfónico, diazoado, con ácido 2-amino-5-hidroxinaftalin-7-sulfónico, en medio alcalino, y tratamiento con un agente donador de cobre del colorante aminomonoazoico obtenido) se disuel-



301887

- ven en forma de sal sódica en 1000 partes de agua. A 0-10°, se añade una solución de 27,6 partes de 2-metilamino-4-N-cloroformil-metilamino-6-cloro-s-triazina en 150 partes de acetona y, añadiendo solución de carbonato sódico, se mantiene el pH de la
5. solución reaccional a 5,5-6,0. Tan pronto como no se perciben ya más grupos amínicos libres, se precipita por completo el nuevo colorante mediante adición de cloruro sódico, se le separa por filtración y se le seca en vacío a 40-50°. Constituye un polvo obscuro, que se disuelve en agua dando coloración rojo
10. rubí.

Este colorante tiñe el algodón, la lana celulosa, el yute, el ramio, el cáñamo, la lana, la seda y el nylon, por los procedimientos usuales para los colorantes reactivos, con tonos rojo rubí, puros y sólidos a la mojadura.

15. En la tabla que sigue se indican otros colorantes aminoazoicos metalizados, que se han hecho reaccionar, según las indicaciones de este ejemplo, con 2-metilamino-4-N-cloroformil-metilamino-6-cloro-s-triazina o con partes equivalentes de 2-etilamino-4-N-cloroformil-etilamino-6-cloro-s-triazina o
20. de 2-etoxi-4-N-cloroformil-metilamino-6-cloro-s-triazina. Los matices tintóreos de los productos finales sobre las fibras de celulosa figuran en la última columna de la tabla 4.



Tabla 4

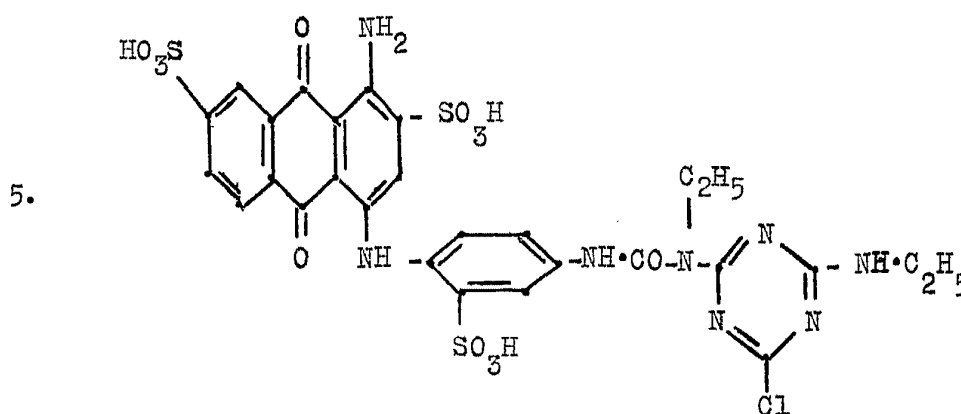
Ejemplo Nº	Colorantes aminoazoicos metaliza- dos	Matiz tintóreo sobre las fibras de celulosa
5.	26 ácido 2-amino-1-hidroxibencen-4,6- -disulfónico <u>alcalinamente</u> → ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-di- sulfónico, complejo cúprico	violado
10.	27 ácido 2-amino-1-hidroxibencen-4- -sulfónico <u>alcalinamente</u> → ácido 2-amino-8-hidroxinaftalin-6-sulfo- nico, complejo cúprico	burdeos
15.	28 ácido 6-nitro-1-amino-2-hidroxinaftal lin-4-sulfónico <u>alcalinamente</u> → áci do 2-amino-5-hidroxinaftalin-7-sul- fónico, complejo crómico 1:2	negro
20.	29 4-nitro-2-amino-1-hidroxibenceno <u>alcalinamente</u> → ácido 1-amino-8- -hidroxinaftalin-3,6-disulfónico, complejo crómico 1:2	negro
25.	30 4-nitro-2-amino-1-hidroxibenceno <u>alcalinamente</u> → ácido 1-amino-8-hi- droxinaftalin-3,6-disulfónico, com- plejo cobáltico 1:2	pardó negruzco



Ejemplo N°	Colorantes aminoazoicos metalizados	Matiz tintóreo sobre las fibras de celulosa
5.	31 ácido 2-amino-4-acetilamino-1-hidroxibencen-6-sulfónico <u>alcalina-mente</u> → ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-2,4-disulfónico, complejo cúprico, saponificado.	azul marino rojizo
10.	32 ácido 2-amino-4-acetilamino-1-hidroxibencen-6-sulfónico <u>alcalina-mente</u> → ácido 1-fenilamino-8-hidroxinaftalin-4,6-disulfónico, complejo cúprico, saponificado	azul marino
15.	33 ácido 6-nitro-1-amino-2-hidroxinaftalin-4-sulfónico <u>alcalinamente</u> → ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-2,4-disulfónico, reducido, complejo cúprico.	azul
20.	34 ácido 2-amino-6-acetilamino-1-hidroxibencen-4-sulfónico → 1-hidroxinaftalin-4,6-disulfónico, complejo cúprico, saponificado	rojo rubi
25.	35. ácido 2-amino-6-acetilamino-1-hidroxibencen-4-sulfónico → 1-(2', 5'-disulfofenil)-3-metil-5-pirazolona, complejo cúprico, saponificado	pardo amarillento



EJEMPLO 36



10. 56,9 partes de ácido 1-amino-4-(4'-aminofenilamino)-antraquinon-2,2'-7-trisulfónico (obtenido por sulfonación de ácido 1-amino-4-(4'-aminofenilamino)-antraquinon-2,7-disulfónico en óleum al 30%) se disuelven en forma de sal sódica en 1000 partes de agua. En esta solución se instila, a 20-25°, una solución de 27,7 partes de 2-etilamino-4-N-cloroformil-etilamino-6-cloro-s-triazina en 100 partes de acetona y al mismo tiempo, mediante adición de carbonato sódico, se mantiene el pH a 5,0-5,5. Terminada la reacción, se precipita, mediante adición de cloruro sódico, el nuevo colorante, de la fórmula expuesta arriba; se le separa por filtración, se le lava con solución de cloruro sódico y se le seca en vacío a 40-50°. Este colorante se disuelve en agua dando coloración azul y tifie el

15.

20.



algodón, la lana celulósica, el yute, el ramio, el cáñamo, la lana, la seda y el nylon, por los procedimientos usuales para los colorantes reactivos, en tonos azules, sólidos a la luz.

En la tabla que sigue se reseñan otros colorantes

5. aminoantraquinónicos que se han condensado, según el modo operatorio del ejemplo 36, con 2-etilamino-4-N-cloroformil-etilamino-6-cloro-s-triazina o con partes equivalentes de 2-metil-tio-4-N-cloroformil-metilamino-6-cloro-s-triazina o de 2-dietil-amino-4-N-cloroformil-metilamino-6-cloro-s-triazina. El tono
10. de las tinturas de celulosa producidas con los productos finales está indicado en la última columna.

Tabla 5

Ejemplo Nº	Colorantes aminoantraqui- nónicos	Matiz sobre las fibras de celu- losa
15.	37	azul
20.		





391867

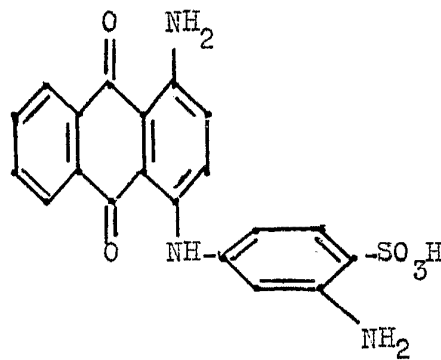
---

Ejemplo Nº	Colorantes aminoantraquinónicos	Matiz sobre las fibras de celu- losa
---------------	---------------------------------	--

---

40

5.

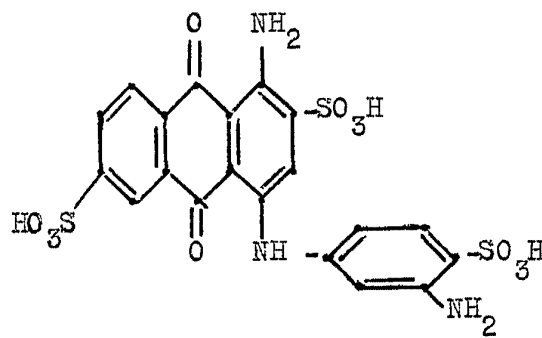


azul

10.

41

15.



azul

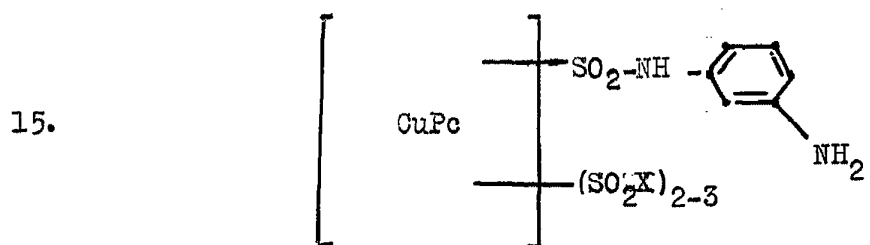


301867

EJEMPLO 42

- 57,6 partes de cloruro de ácido cuproftalocianinte-trasulfónico se suspenden en 500 partes de agua y 300 partes de hielo, se agitan con 15 partes de m-aminoacetanilida y se ajustan a pH de 7 mediante adición de solución acuosa de amoníaco. Se deja entonces que la temperatura suba despacio hasta 40-50°, mientras se mantiene constantemente el pH de la suspensión a 7,0-7,5 instilando solución amoniacal. Tan pronto como no se percibe ya nada de amina primaria, se añaden 270 partes de ácido clorhídrico al 30% y se calienta la mezcla durante 3 horas a 85-90°. Con ello se saponifica el grupo acetilamino.

Se obtiene el colorante aminoftalocianínico de la fórmula



donde

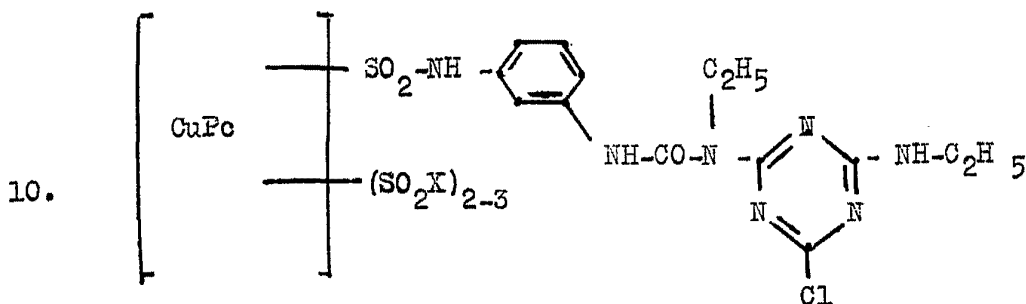
- Pc significa la armazón ftalocianínica y  
 20. X significa en parte  $\text{-NH}_2$  y en parte  $\text{-ONa}$  o  $\text{-ONH}_4$ .

- Se aísla entonces el colorante por filtración, se le suspende de nuevo en 1000 partes de agua a 0-5° y se ajusta el pH de la suspensión a 8,0 con lejía sódica diluída. En esta suspensión se vierte una solución de 27,7 partes de 2-etilamino-4-N-cloroformil-etilamino-6-cloro-triazina en 100 partes de
- 25.



1867

5. acetona. Se condensa con buena agitación y a 15-20° y se neutraliza, mediante instilación de solución diluida de carbonato sódico, el ácido clorhídrico que se desprende. Terminada la reacción, se precipita por completo en nuevo colorante mediante salificación, se le separa por filtración y se le seca en vacío a 50-60°. Este colorante corresponde a la fórmula esquemática



donde

15. Pc significa la armazón ftalocianínica y  
 X significa en parte  $\text{-NH}_2$  y en parte  $\text{-ONa}$  o  $\text{-ONH}_4$ .  
 Este colorante tiñe las fibras de celulosa o de poliamida con tonos azul turquí puros, sólidos a la humedad.

20. En la tabla que sigue se reseñan otros colorantes amino-ftalocianínicos que se han condensado, según el modo operativo del ejemplo 42, con 2-etilamino-4-N-cloroformil-etilamino-6-cloro-s-triazina o con partes equivalentes de 2-piperidino-4-N-cloroformil-metilamino-6-cloro-s-triazina o de 2-dimetilamino-4-N-cloroformil-etilamino-6-cloro-s-triazina.



301867

Tabla 6

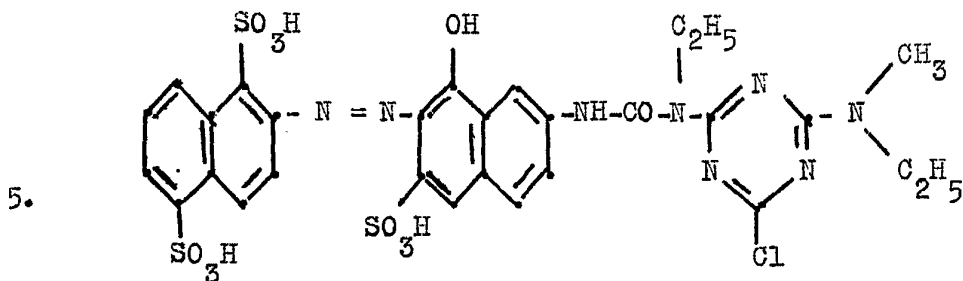
Ejemplo Nº	Colorante aminoftalocienínico	Matiz sobre las fibras de celu- losa	
5.	43	$\left[ \begin{array}{c} \text{CuPc} \\ \text{---} (\text{SO}_3\text{H})_3 \\ \text{---} \text{SO}_2 \cdot \text{NH} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{NH}_2 \end{array} \right]$	azul turquí
10.	44	$\left[ \begin{array}{c} \text{CuPc} \\ \text{---} (\text{SO}_2 \cdot \text{NH}_2)_3 \\ \text{---} \text{SO}_2 \cdot \text{NH} - \text{C}_6\text{H}_3(\text{NH}_2) - \text{SO}_3\text{H} \end{array} \right]$	azul turquí
20.			



9 JUN

E J E M P L O 45

301807



23,9 partes de ácido 2-amino-8-hidroxinaftalin-6-sulfónico se disuelven a 15-20° en 400 partes de agua con lejía sódica, a un pH de 6,5. En esta solución se instila, en el curso de 15 minutos, una solución de 30,6 partes de 2-N-metil-etilamino-4-N-cloroformil-etilamino-6-cloro-s-triazina en 100 partes de acetona y se mantiene el pH de la mezcla reaccional a 4,5-5,5 mediante la adición de solución de carbonato sódico. Cuando no se perciben ya más grupos amínicos diazoables, se mezcla la solución con 30 partes de bicarbonato sódico y se hace afluir luego una solución de 30,3 partes de ácido 2-aminonaftalin-1,5,-disulfónico diazoado. Tan pronto como está terminada la copulación, se combina la mezcla reaccional con cloruro sódico, se separa por filtración el colorante precipitado y se le lava con solución de cloruro sódico. Después de secar a 60-70°, se obtiene un polvo rojo, que se disuelve fácilmente en agua dando coloración roja.

Si se tiñe o estampa con este colorante algodón o lana celulósica, por los procedimientos usuales para los colo-



301867

rantes reactivos, se obtienen tinturas o estampaciones rojas, de muy buenas propiedades de solidez.

- Se obtienen otros colorantes de propiedades semejantes si, siguiendo las indicaciones del ejemplo 45, se condensan los componentes de copulación reseñados en la tabla que sigue, y que contienen grupos amínicos acilables, con 2-N-metil-N-etilamino-4-N-cloroformil-etilamino-6-cloro-s-triazina o con partes equivalentes de 2-etilamino-4-N-cloroformil-etilamino-6-fluoro-s-triazina y se los combina con los componentes diazoicos reseñados igualmente en la tabla.
- 5.
- 10.

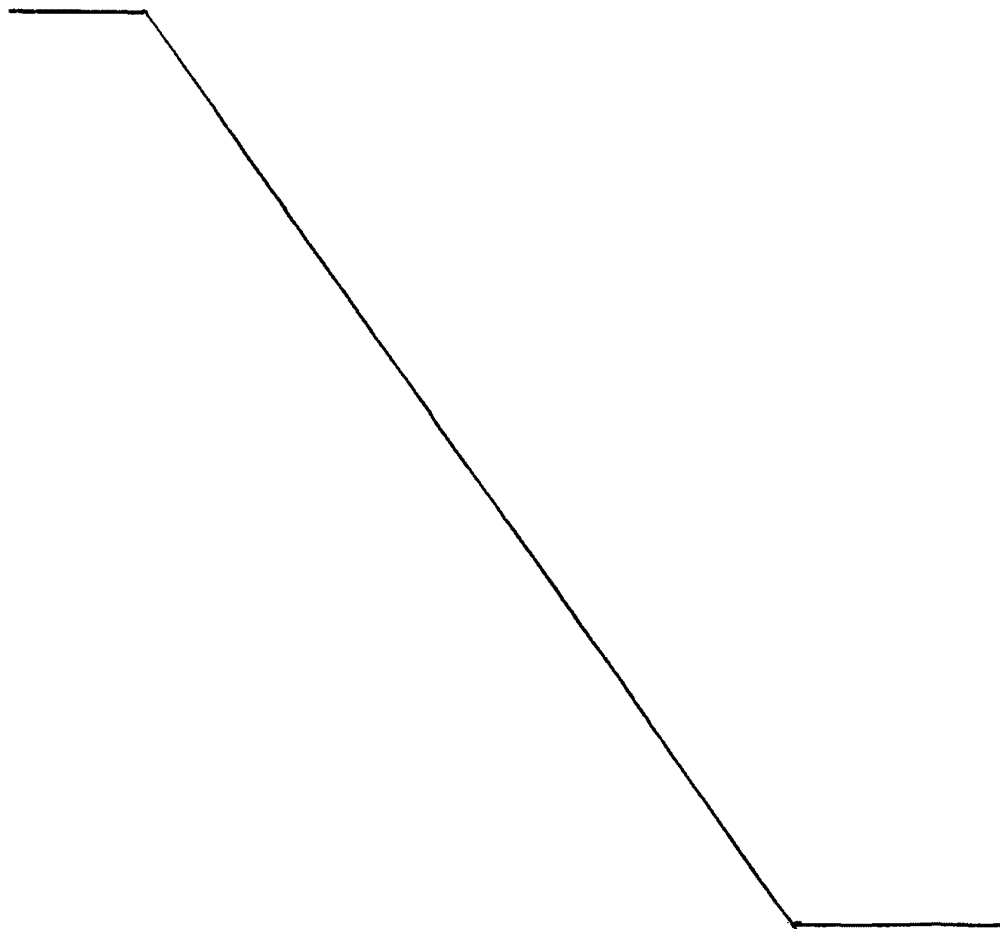




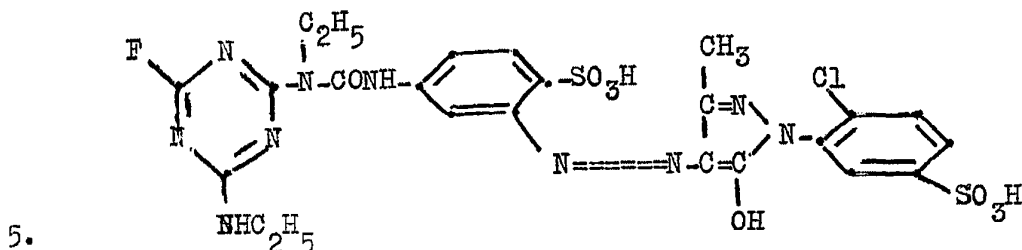
Tabla 7

Ejemplo N°	Componente diazoico	Componente de copulación que contiene grupos amínicos acilables	Matiz tintóreo sobre el algodón	
5.	46	ácido 1-amino-bencen-2,5-disulfónico	ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico	rojo
	47	ácido 2-amino-naftalin-1,5-disulfónico	idem	rojo azulado
10.	48	ácido 1-amino-bencen-2-sulfónico	ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-4,6-disulfónico	rojo
	49	ácido 1-amino-bencen-2,4-disulfónico	1-(4'-aminofenil)-3-metil-5-pirazolona	amarillo
15.	50	ácido 1-amino-bencen-2,5-disulfónico	ácido 2-amino-5-hidroxi-naftalin-7-sulfónico	anaranjado
20.	51	ácido 4-aminoazobencen-3,4'-disulfónico	ácido 2-metilamino-5-hidroxi-naftalin-7-sulfónico	rojo escarlata
	52	ácido 2-amino-naftalin-1,5-disulfónico	ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-4,6-disulfónico	rojo azulado
25.				



301867

E J E M P L O 53



10. 18,8 partes de ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico se disuelven con carbonato sódico en 400 partes de agua, a un pH de 4,0-4,5. En esta solución se instilan, a 0-5° y en el curso de 15 minutos, 26 partes de 2-étilamino-4-N-cloroformil-etilamino-6-fluoro-s-triazina, disueltas en 100 partes de acetona, al mismo tiempo que una solución acuosa de carbonato sódico, añadida de modo que el pH de la mezcla reaccional se mantenga entre 4,0 y 4,5. Terminada la reacción, después de añadir 25 partes de ácido clorhídrico al 30% se diazoa el producto de la
15. condensación con 6,9 partes de nitrito sódico, a 0,5°. La suspensión del compuesto de diazonio se hace afluir a una solución de la sal sódica de 28,9 partes de 1-(2'-cloro-5'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona en 200 partes de agua y 40 partes de acetato sódico. Una vez terminada la copulación, se eleva el pH de
20. la solución de colorante hasta 7,0 y se precipita el nuevo colorante mediante adición de cloruro sódico. Luego se añaden además 19,5 partes de una mezcla de fosfato potásico primario, en-



301867

hidro, y de fosfato sódico secundario, anhidro, en la proporción ponderal recíproca de 1,8:1,0.

5. Se agita la mezcla durante 1 hora, se separa el precipitado por filtración, se le lava, se le combina con 11,7 partes de la mezcla, citada antes, de fosfato potásico primario anhidro y fosfato sódico secundario anhidro y se le seca a temperatura inferior a 45°, en vacío.

10. El colorante monoazoico así obtenido constituye un polvo amarillo, que se disuelve en agua dando coloración amarilloverdosa.

15. La 2-etilamino-4-N-cloroformil-etilamino-6-fluoro-s-triazina empleada como material de partida se obtiene mediante reacción de 2,4-bis-etilamino-6-cloro-s-triazina con fluoruro potásico en dimetil-formamida, para formar la 2,4-bis-etilamino-6-fluoro-s-triazina, y tratamiento de ésta última con fosgeno en tolueno, según procedimientos conocidos.

20. Si se fulardea algodón, a temperatura ambiente, con una solución acuosa al 2% de este colorante que además contenga por litro 20 partes de carbonato sódico y 50 partes de sulfato sódico se enrolla el género impregnado, se le envuelve con una hoja de plástico, se le almacena durante 4 horas a temperatura de 25 a 30° y por último se le enjabona en ebullición durante 30 minutos, se obtiene una tintura amarilla de muy buena solidez al lavado y a la luz.

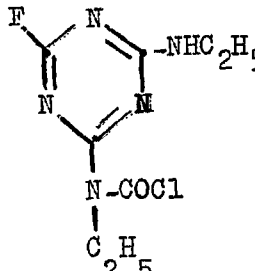
25. Se obtienen colorantes amarillos de las mismas propiedades si se condensan los compuestos de ácido diaminobencensulfónico reseñados en la columna II de la tabla que sigue con partes equivalentes de los agentes de acilación mencionados en



1867

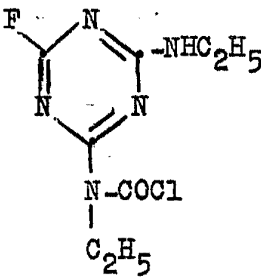
la columna III, se diazoan los productos de la condensación y se copulan los compuestos de diazonio obtenidos, según las indicaciones de este ejemplo, con los componentes de copulación descritos en la columna IV. El matiz de las tinturas de celulosa originadas con los productos finales se indica en la última columna de la tabla 8.

Tabla 8

I	II	III	IV	V
10.	Compuesto de ácido diamino-bencensulfónico	Agente de acilación	Componente de copulación	Matiz tintóreo sobre las fibras de celulosa
15.	54 ácido 1,3-diaminobenzen-4-sulfónico		1-(2',5'-disulfenil)-3-metil-5-pirazolona	amarillo
20.	55 idem	idem	1-(2',5'-dicloro-4'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona	amarillo



11807

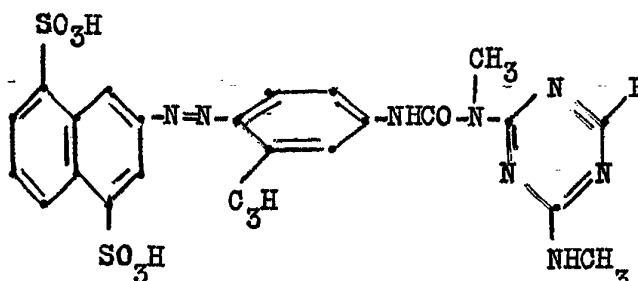
I	II	III	IV	V
Nº	Compuesto de ácido diaminobencensulfónico	Agente de acilación	Componente de co-pulacion	Matiz tin-tórico sobre las fibras de celulosa
5.	56 ácido 1,3-diaminoben-cen-4-sulfónico		1-(3'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona	amarillo
10.	57 idem	idem	1-[5',7'-disulfo-naftil-(2')]-3-metil-5-pirazolona	amarillo
15.	58 idem	idem	1-[4',8'-disulfo-naftil-(2')]-3-metil-5-pirazolona	amarillo
20.	59 idem	idem	ácido 1-(4'-sulfofenil)-5-pirazon-3-carboxílico	amarillo
25.	60 ácido 1,4-diaminoben-cen-3-sulfónico	idem	idem	amarillo



E J E M P L O 61

301867

5.



10.

15.

20.

25.

42,1 partes del colorante aminoazoico obtenido por copulación de ácido 2-aminonaftalin-4,8-disulfónico, diazoado, con 1-amino-3-metilbenceno se disuelven en forma de sal sódica en 400 partes de agua y se enfría la solución hasta 0-5°. A esta temperatura, se instilan en la solución, en un período de 30 minutos, 24,2 partes de 2-metilamino-4-N-cloroformil-metil-amino-6-fluoro-s-triazina, disueltas en 100 partes de acetona, y, mediante adición simultanea de solución de carbonato sódico, se mantiene el pH de la mezcla reaccional a 6,5-7,0. En cuando no se percibe ya ningún grupo amínico libre más, se añade a la mezcla reaccional una solución de 40 partes de una mezcla de fosfato potásico primario y fosfato sódico secundario, en la proporción ponderal mutua de 1,8:1, en 200 partes de agua. Se precipita el nuevo colorante mediante adición de cloruro sódico, se le separa por filtración después de agitar durante 30 minutos y se le lava con solución diluís de cloruro sódico. El residuo de la filtración se combina con 12 partes de una mezcla 1,8:1 de fosfato potásico primario anhidro y forfato sódico secundario anhidro y se seca en vacío a temperatura in-



301867

ferior a 45°. Después de secado, el colorante constituye un polvo amarillo, que se disuelve en agua dando coloración amarilla.

5. 4 partes del nuevo colorante se disuelven en 1000 partes de agua y se tratan con 20 partes de carbonato sódico. Se introducen, a 20°, 100 partes de algodón, se calienta durante 30 minutos a 40°, se trata la solución con 80 partes de cloruro sódico y se tiñe el género durante 1 hora a dicha temperatura. A continuación se enjuaga la tintura y se enjabona durante 15 minutos en ebullición. Se obtiene una tintura amarilla profunda, de buena solidez a la luz y al agua.

10. Se obtienen otros colorantes azoicos de propiedades semejantes si se hacen reaccionar, siguiendo las indicaciones del ejemplo 61, los colorantes aminoazoicos reseñados en la tabla 9 que sigue con 2-metilamino-4-N-cloroformil-metilamino-6-fluoro-s-triazina o con partes equivalentes de 2-dimetilamino-4-N-cloroformil-metilamino-6-fluoro-s-triazina, de 2-etilamino-4-N-cloroformil-n-butilamino-6-fluoro-s-triazina o de 2-N-metil-N-fenilamino-4-N-cloroformil-metilamino-6-fluoro-s-triazina.

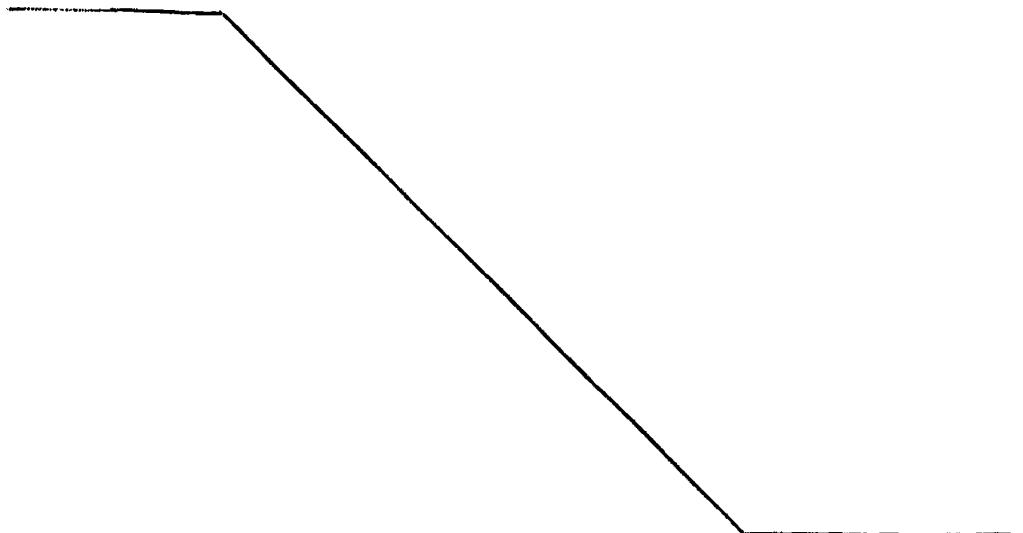




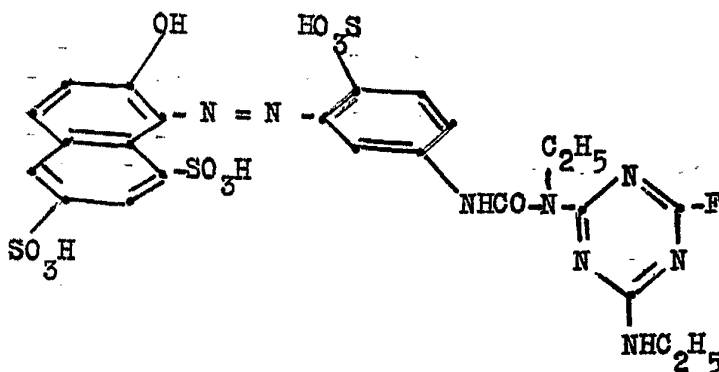
Tabla 9

Nº	Colorante aminoazoico	Matiz sobre las fibras de celulosa
5.	62 ácido 2-aminonaftalin-5,7-disulfónico → 1-aminobenceno	amarillo
	63 ácido 2-aminonaftalin-4,8-disulfónico → 1-amino-2-metoxi-5-metilbenceno	amarillo
	64 ácido 2-aminonaftalin-6,8-disulfónico → 1-amino-3-metoxibenceno	amarillo
10.	65 ácido 2-aminonaftalin-4,8-disulfónico → 1-N-metil-aminobenceno	amarillo
	66 ácido 2-aminonaftalin-4,6,8-trisulfónico → 1-amino benceno	amarillo
15.	67 ácido 2-aminonaftalin-4,6,8-trisulfónico → 1-amino-3-metilbenceno → 1-aminobenceno	anaranjado
	68 ácido 4-aminoazobencen-3,4'-disulfónico → 1-amino-3-metilbenceno	amarillo



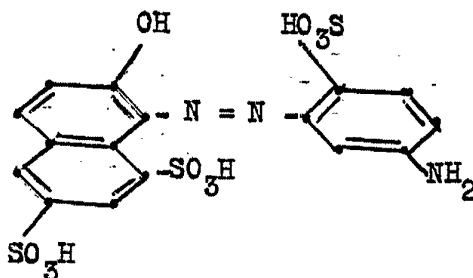
EJEMPLO 69

5.



50,3 partes del colorante aminoazoico de la fórmula

10.



15.

(obtenido por copulación de ácido 2-amino-4-acetilamino-bencen-sulfónico, diazoado, con ácido 2-hidroxinaftalín-6,8-fisulfónico en medio alcalino y saponificación del grupo acetilamino con lejía sódica) se disuelven de modo neutro, en forma de sal sódica, en 800 partes de agua. A esta solución se agregan, a 0-5°, 26 partes de 2-etilamino-4-N-cloroformil-etilamino-6-fluoro-s-



3379 JUL

5. triazina, disueltas en 100 partes de acetona, mientras se mantiene el pH de la solución reaccional a 5-5,5 mediante instilación de solución de sosa. Cuando ya no se percibe ningún grupo amínico diazizable, se precipita el colorante por completo mediante adición de cloruro sódico, se le aísla, se le estabiliza con sales tampón y se le seca en vacío a 40°. Este colorante se disuelve fácilmente en agua dando coloración anaranjada.

10. Si por uno de los métodos usuales, se estampa algodón o lana celulósica con una pasta de estampar compuesta de 30 partes de este colorante, 200 partes de urea, 400 partes de agua, 350 partes de solución acuosa al 5% de alginato sódico y 20 partes de carbonato potásico, se seca luego, se vaporiza durante 10 a 15 minutos, se enjuaga y por último se enjabona en ebullición, se obtiene un estampado anaranjado de excelente solidez al lavado.

20. Si se hacen reaccionar, siguiendo las indicaciones de este ejemplo, los colorantes aminoazoicos reseñados en la tabla 10 que sigue con 2-etilamino-4-N-cloroformil-etilamino-6-fluoro-s-triazina o con partes equivalentes de 2-dimetilamino-4-N-cloroformil-n-butilamino-6-fluoro-s-triazina o de 2-N-metil-N-fenilamino-4-N-cloroformil-etilamino-6-fluoro-s-triazina o con 2-dimetilamino-4-N-cloroformil-isopropilamino-6-fluoro-s-triazina, se obtienen colorantes de propiedades semejantes, cuyos matices tintóreos sobre las fibras de celulosa se indican en la última columna de la tabla que sigue.

25.



Tabla 10

1867

Nº	Colorante aminoazoico	Matiz tintóreo sobre las fi- bras de celu- losa
5.	70 ácido 2-amino-4-nitrobencensulfónico → ácido 1-benzoilamino-8-hidroxinafta- lin-4,6-disulfónico, reducido	rojo
10.	71 ácido 2-amino-4-nitrobencensulfónico → ácido 1-acetilamino-8-hidroxinafta- lin-3,6-disulfónico, reducido	rojo
72	ácido 2-amino-4-nitrobencensulfónico → ácido 1-benzoilamino-8-hidroxinafta- lin-3,6-disulfónico, reducido	rojo
15.	73 ácido 2-amino-4-acetilaminobencensul- fónico → ácido 1-hidroxinafta- lin-3,6-disulfónico, saponificado	anaranjado
74	ácido 2-amino-4-acetilaminobencensul- fónico → ácido 1-hidroxinafta- lin-4,6-disulfónico, saponificado	anaranjado rojizo
20.		



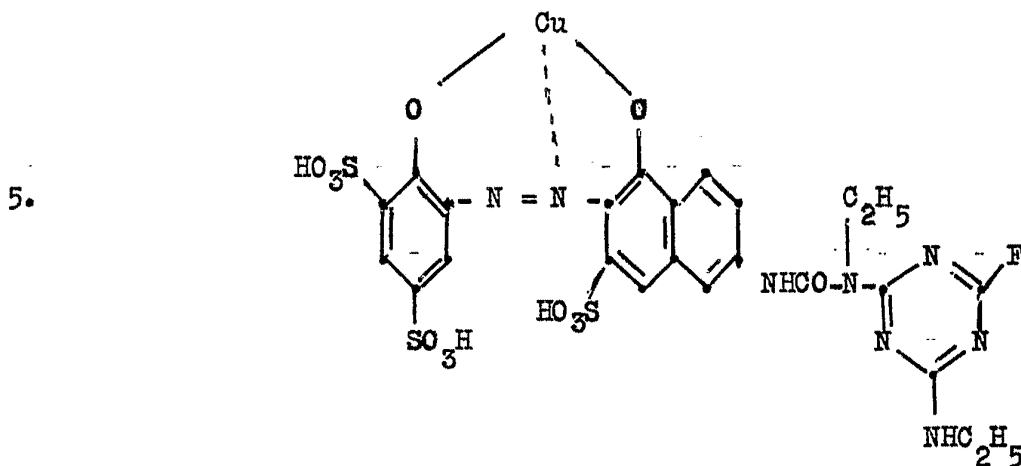
867

Nº	Colorante aminoazoico	Matiz tintóreo sobre las fibras de celulosa
5.	75 ácido 1-aminobencen-2,4-disulfónico alcalinamente → ácido 2-amino-5-hidroxinaftalin-7-sulfónico	anaranjado
10.	76 ácido 2-aminonaftalin-1,5-disulfónico alcalinamente → ácido 2-metilamino-5-hidroxinaftalin-7-sulfónico	anaranjado rojizo
	77 ácido 1-aminobencen-2-sulfónico → ácido 1-(3'-aminobenzoilamino)-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico	rojo
15.	78 ácido 2-amino-4-acetilaminobencensulfónico → ácido 2-aminonaftalin-5,7-disulfónico, saponificado	anaranjado
20.	79 ácido 2-amino-4-acetilaminobencensulfónico → 1-(3'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolimina, saponificada.	amarillo

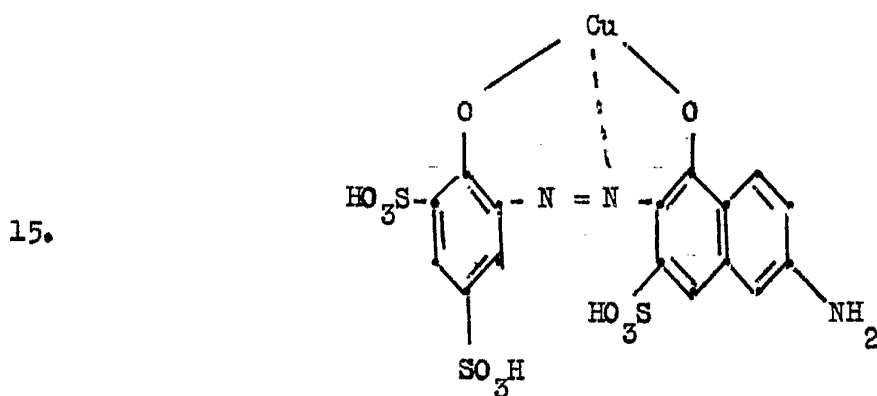


301867

EJEMPLO 80



10. 51,7 partes del colorante aminomonoazoico cuproso de la fórmula



(obtenido mediante copulación de ácido 2-amino-1-hibroxibencen-



301867

- 4,6-disulfónico, diazoado, con ácido 2-amino-5-hidroxinaftalin-7-sulfónico en medio alcalino y tratamiento con un agente donador de cobre del colorante aminomonoazoico obtenido) se disuelven en forma de sal sódica en 1000 partes de agua. A 0-5°, se
5. añade una solución de 27,2 partes de 2-etilamino-4-N-cloroformil-etilamino-6-fluoro-s-triazina en 100 partes de acetona y se mantiene el pH de la solución reaccional a 5,5-6 mediante adición de solución de carbonato sódico. Cuando ya no se percibe ningún grupo amínico libre, se precipita el nuevo colorante
10. por completo con cloruro sódico, se le aísla con adición de sales tampón y se le seca en vacío a 40°. Este polvo oscuro se disuelve en agua dando coloración rojo rubí.

- Si se fulardea algodón con una solución al 2% de este colorante que contenga además 2% de bicarbonato sódico,
15. se guarda a temperatura ambiente, durante 4 horas, el género impregnado y a continuación se le enjabona en ebullición y se le enjuaga, se obtiene una tintura rojo rubí de muy buena solides a la mojadura y a la luz.

- En la tabla 11 que sigue se reseñan otros colorantes aminoazoicos metalizados, que se han recho reaccionar, siguiendo las indicaciones de este ejemplo, con 2-etilamino-4-N-cloroformil-etilamino-6-fluoro-s-triazina o con cantidades equivalentes de 2-N-metil-N-etilamino-4-N-cloroformil-etilamino-6-fluoro-6-triazina o de 2-dimetilamino-4-N-cloroformil-metilamino-6-fluoro-s-triazina.
- 20.
- 25.



301867

Tabla 11

Nº	Colorantes aminoazoicos metalizados	Matiz tintóreo sobre las fibras de celulosa
5.	81 ácido 2-amino-1-hidroxibencen-4-sulfónico <u>alcalinamente</u> → ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico, complejo cúprico	violado
10.	82 ácido 2-amino-1-hidroxibencen-4-sulfónico <u>alcalinamente</u> → ácido 2-amino-8-hidroxi-naftalin-6-sulfónico, complejo cúprico	burdeos
15.	83 ácido 2-amino-1-hidroxibencen-4,6-disulfónico <u>alcalinamente</u> → ácido 2-amino-5-hidroxi-naftalin-7-sulfónico, complejo cúprico	rubi
20.	84 ácido 2-amino-1-hidroxibencen-4-sulfónico <u>alcalinamente</u> → ácido 2-N-metilamino-5-hidroxi-naftalin-7-sulfónico, complejo cúprico	rubi
	85 ácido 6-nitro-1-amino-2-hidroxi-naftalin-4-sulfónico <u>alcalinamente</u> → ácido 2-amino-5-hidroxi-naftalin-7-sulfónico, complejo cromo 1:2	negro
	86 4-nitro-2-amino-1-hidroxibenceno <u>alcalinamente</u> → ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico, complejo cromo 1:2	negro



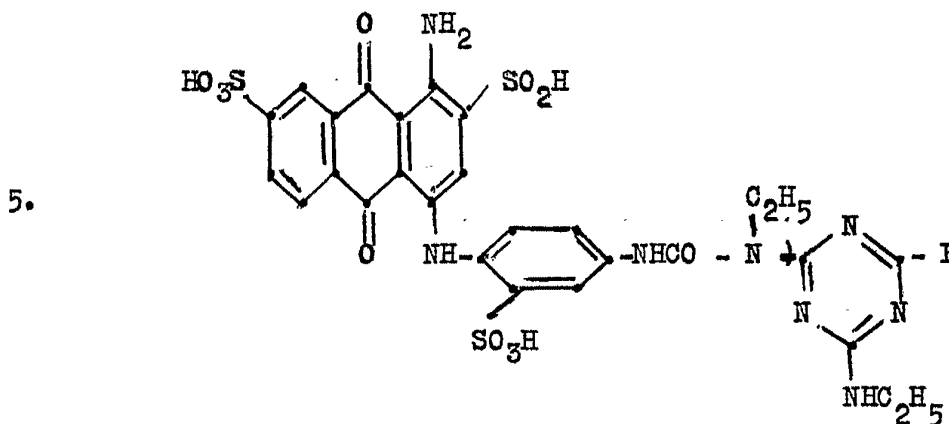
301867

Nº	Colorantes aminoazoicos metalizados	Mátiz tintóreo sobre las fibras de celulosa
5.	87 4-nitro-2-amino-1-hidroxibenceno <u>alcalina-mente</u> → ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico, complejo cobáltico 1:2	pardo-negruzco
10.	88 ácido 2-amino-4-acetilamino-1-hidroxibencen-6-sulfónico <u>alcalinamente</u> → ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-2,4-disulfónico, complejo cúprico, saponificado	azul marino rojizo
15.	89 ácido 2-amino-4-acetilamino-1-hidroxibencen-6-sulfónico <u>alcalinamente</u> → ácido 1-fenil-amino-8-hidroxinaftalin-4,6-disulfónico, complejo cúprico, saponificado	azul marino
20.	90 ácido 6-nitro-1-amino-2-hidroxinaftalin-4-sulfónico <u>alcalinamente</u> → 1-amino-8-hidroxinaftalin-2,4-disulfónico, reducido, complejo cúprico	azul
25.	92 ácido 2-amino-6-acetilamino-1-hidroxibencen-4-sulfónico → 1-(2',5'-disulfofenil)-3-metil-5-pirazolona complejo cúprico, saponificado	pardoamarillento

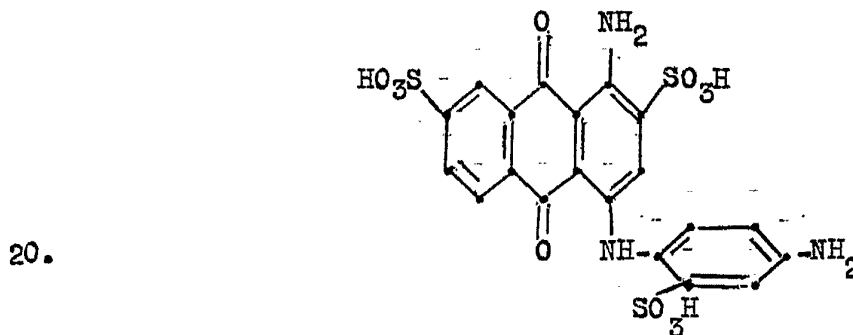


301867

EJEMPLO 93



10. 48,9 partes de ácido 1-amino-4-(4'-aminofenilamino)-  
 entraquinon-2,7-disulfónico se incorporan, a 20-25°, a 500 par-  
 tes de óleum al 30%. Se agita la mezcla reaccional durante 24 a  
 36 horas a 20-25°. Luego se vierte la mezcla reaccional sobre  
 hielo y se separa por filtración el colorante segregado, de la  
 15. fórmula





la torta de filtro se disuelve en forma de sal sódica en 1000 partes de agua. En esta solución se instila, a 0-10°, una solución de 26 partes de 2-etilamino-4-N-cloroformil-etilamino-6-fluoro-s-triazina en 100 partes de acetona y al mismo tiempo se mantiene el pH a 5-5,5 mediante adición de solución de carbonato sódico. Terminada la condensación, se segrega el nuevo colorante por adición de cloruro sódico, se le aísla, se le estabiliza con sales tampón y se le seca en vacío a 40°. Este colorante se disuelve en agua dando coloración azul.

10. Si se fulardea celulosa regenerada con una solución al 2% de este colorante que contenga además 10 g de bicarbonato sódico y 50 g de urea por litro, se seca el género impregnado y se le calienta a 100-110° durante 2 minutos, se obtiene una tintura azul pura, de muy buena solidez al lavado y a la luz.

15. En la tabla 12 que sigue se reseñan otros colorantes aminoantraquinónicos que se han condensado, siguiendo el modo operatorio del ejemplo 93, con 2-etilamino-4-N-cloroformil-etilamino-6-fluoro-s-triazina o con partes equivalentes de 20. 2-dietilamino-4-N-cloroformil-metilamino-6-fluoro-s-triazina o de 2-metilamino-4-N-cloroformil-metilamino-6-fluoro-s-triazina.



Tabla 12

11837

5.	Nº Colorantes aminocentraquinónicos	Matiz tintóreo sobre las fibras de celulosa
94		
10.		azul
15.		azul
20.		azul

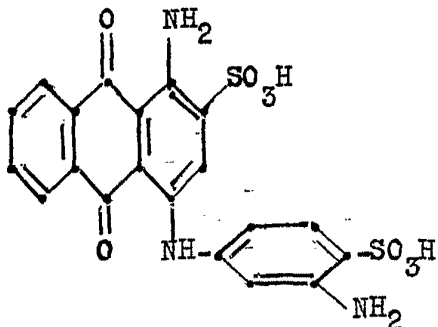
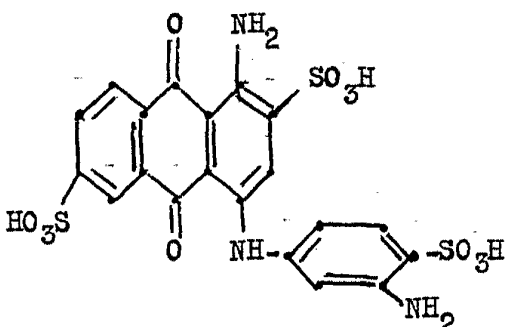
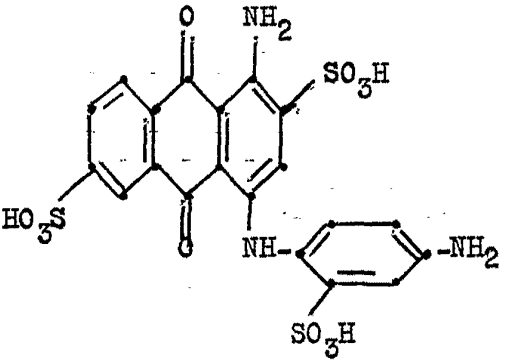


---

Nº Colorantes aminoantraquinónicos

Matiz tintó-  
reo sobre las  
fibras de ce-  
lulosa

---

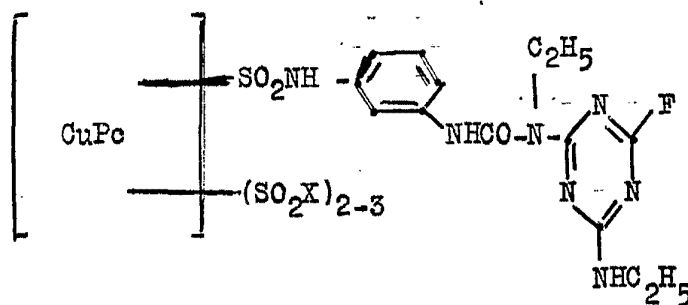
5. 97
- 
- azul
10. 98
- 
- azul
15. 99
- 
- azul
-



3 1 8 6 7

E J E M P L O 100

5.



donde

Pc significa la armazón ftalocianínica y

X significa en parte  $-NH_2$  y en parte  $-ONa$  o  $-ONH_4$

Se calienta a  $145^\circ$ , durante 3 horas, 57,6 partes

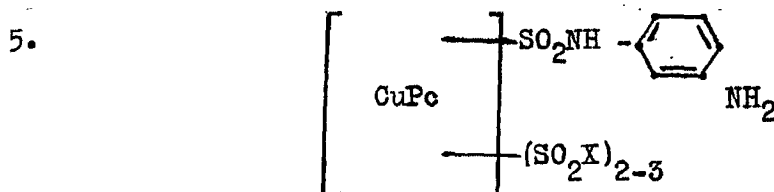
10. de cuproftalocianina en 270 partes de ácido clorosulfónico. Luego se deja enfriar la solución hasta  $75^\circ$  y se instilan, en el curso de una hora, 33,5 partes de cloruro de tionilo. Se agita la mezcla a  $70-75^\circ$  durante 3 horas, se la deja luego enfriar hasta la temperatura ambiente y se la vierta sobre 1500 partes
15. de hielo. Se separa por filtración la suspensión que se origina y se lava el precipitado con 500 partes de ácido clorhídrico al 1%. Luego se suspende la torta de filtro en 500 partes de agua y 300 partes de hielo, se agita con 15 partes de m-aminoacetanilida y, mediante la adición de solución acuosa de amoníaco,
20. se ajusta a un pH de 7. Se deja entonces que la temperatura suba despacio hasta  $40-50^\circ$ , mientras se mantiene constantemente el pH de la suspensión a 7,0-7,5 por instilación de solución amoniacal. En cuanto no se percibe ya nada de amina primaria, se añaden 270 partes de ácido clorhídrico al 30%. Se calienta



301867

la mezcla a 85-90° durante 3 horas y de este modo se saponifica el grupo acetilamino.

Se obtiene así el colorante amino-ftalocianínico de la fórmula



donde Pc y X tienen el significado indicado antes.

10. Se aísla entonces este colorante por filtración, se le suspende de nuevo en 1000 partes de agua a 0-5° y se ajusta el pH de la suspensión a 8,0 con lejía sódica diluída. En esta suspensión se vierte una solución de 26 partes de 2-etilamino-4-N-cloroformil-etilamino-6-fluoro-s-triazina en 100 partes de acetona. Se condensa a 0-5°, con buena agitación, y se neutraliza mediante instilación de solución diluída de carbonato sódico el ácido clorhídrico que se desprende. Terminada la reacción, se precipita el nuevo colorante por completo mediante salificación con cloruro sódico, se le aísla en presencia de un agente tampón y se le seca en vacío a 40°. El colorante corresponde a la fórmula indicada al principio.
- 15.
- 20.

25. Si se fulardea algodón, a 20°, con una solución al 2% de este colorante que contenga además por litro 20 partes de bicarbonato sódico y 200 partes de urea, se seca el género impregnado, se le calienta luego a 130-140° durante 4 minutos y por último se le enjabona en ebullición durante 30 minutos, se obtiene una tintura azulturquí pura de muy buena solidez a la mojadura y a la luz.



301867

-9 JUN

En la tabla 13 que sigue se reseñan otros colorantes aminoftalocianínicos que se han condensado, según el modo operatorio del ejemplo 100, con 2-etilamino-4-N-cloroformil-etilamino-6-fluoro-s-triazina o con partes equivalentes de 2-dietilamino-4-N-cloroformil-metilamino-6-fluoro-s-triazina o de 2-metilamino-4-N-cloroformil-metilamino-6-fluoro-s-triazina.

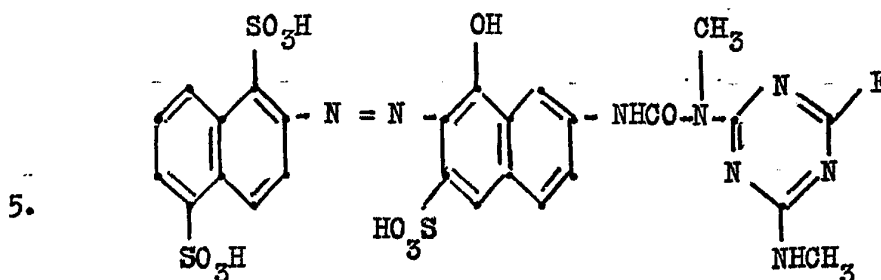
Tabla 13

10.	Nº Colorante aminoftalocianínico	Matiz tintóreo sobre las fibras de celulosa
101	$\left[ \begin{array}{c} \text{CuPc} \\ \text{SO}_2\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{NH}_2)-\text{SO}_3\text{H} \\ \text{(SO}_2\text{NH}_2)_3 \end{array} \right]$	azulturquí
102	$\left[ \begin{array}{c} \text{CuPc} \\ \text{SO}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2 \\ \text{(SO}_3\text{H)}_3 \end{array} \right]$	azulturquí
20.	$\left[ \begin{array}{c} \text{CuPc} \\ \text{SO}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2 \\ \text{(SO}_2\text{NH}_2)_3 \end{array} \right]$	azulturquí



E J E M P L O 104

301867



10. 23,9 partes de ácido 2-amino-8-hidroxi-naftalín-6-sulfónico se disuelven con carbonato sódico en 400 partes de agua, a un pH de 6,5, y se enfría la solución hasta 0-5°. A esta temperatura se instila, en el curso de 15 minutos, una solución de 24 partes de 2-metilamino-4-N-cloroformil-metilamino-6-fluoro-s-triazina en 100 partes de acetona y se mantiene el pH de la mezcla reaccional a 4,5-5,5 mediante adición de solución de carbonato sódico. Tan pronto como ya no se percibe nada de compuesto amínico sin modificar, se trata la solución con 30 partes de bicarbonato sódico y se hace afluir luego una solución de 30,3 partes de ácido 2-aminonaftalín-1,5-disulfónico diazoado. Terminada la copulación, se trata la mezcla reaccional con cloruro sódico y sales tampón, se separa por filtración el colorante precipitado, se le lava con solución de cloruro sódico y se le estabiliza con sales tampón. Después de secar en vacío a 40°, se obtiene un polvo rojo, que se disuelve en agua dando coloración roja. Si se fulardea a 20° algodón mercerizado con una solución al 2% de este colorante, se seca y se trata luego
- 15.
- 20.
25. con una solución al 1% de hidróxido sódico que contenga además



301867

30% de cloruro sódico, se vaporiza luego a 100-103° durante 30 segundos y por último se enjuaga y se enjabona en ebullición durante 30 minutos, se obtiene una tintura roja de muy buena solidez a la mojadura y a la luz.

5. La tabla 14 que sigue, muestra otros colorantes de propiedades semejantes, que se obtienen si se condensan, según las indicaciones del ejemplo 104, los componentes de copulación, provistos de grupos amínicos, que se reseñan en la columna III con 2-metilamino-4-N-cloroformil-metilamino-6-fluoro-s-triazina o con partes equivalentes de 2-dietilamino-4-N-cloroformil-metilamino-6-fluoro-s-triazina y se combinan con los componentes diazoicos reseñados en la columna II.
- 10.

Tabla 14

	I	II	III	IV
15.	Nº	Componente diazoico	Componente de copulación acilable	Matiz tintóreo sobre las fibras de celulosa
	105	ácido 1-aminoben- cen-2-sulfónico	ácido 1-amino-8-hidroxi- naftalin-3,6-disulfónico	rojo
20.	106	ácido 2-aminonaf- talin-1-sulfónico	idem	rojoazulado



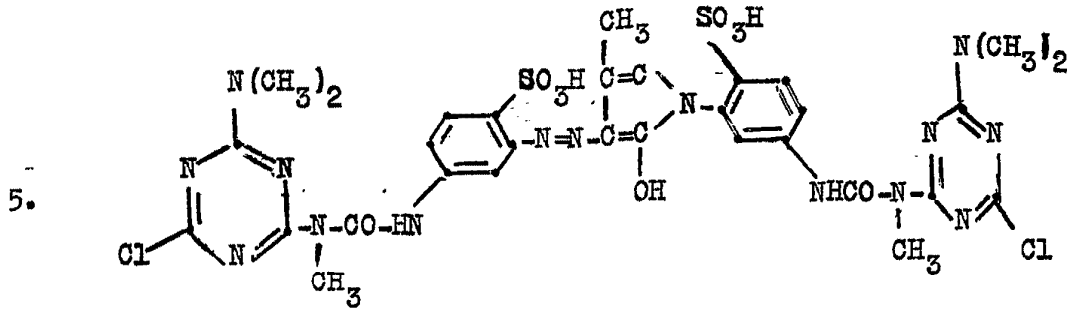
301867

I	II	III	IV
Nº	Componente diazoico	Componente de copulación acilable	Matiz tintóreo sobre las fibras de celulosa
107	ácido 1-aminoben- cen-2-sulfónico	ácido 1-amino-8-hidroxi- naftalin-4,6-disulfónico	rojo
108	ácido 2-aminonaf- talin-1,5-disulfo- nico	idem	rojoazu- lado
109	ácido 1-aminoben- cen-2,4-disulfó- nico	1-(4'-aminofenil)-3-me- til-5-pirazolona	amarillo
110	ácido 1-aminoben- cen-2,5-disulfó- nico	ácido 2-amino-5-hidroxi- naftalin-7-sulfónico	anaranjado
111	ácido 1-aminoben- cen-2-sulfónico	ácido 2-metilamino-5-hi- droxinaftalin-7-sulfóni- co	anaranjado
112	ácido 4-aminoazo- bencen-3,4'-di- sulfónico	ácido 2-metilamino-5-hi- droxinaftalin-7-sulfóni- co	rojoescar- lata



30186

E J E M P L O 113



10. se disuelven a pH de 4-4,5 18,8 partes de ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico en 400 partes de agua y se enfría la solución hasta 0-5°. En el curso de 15 minutos, se instilan en esta solución 27 partes de 2-dimetilamino-4-N-cloroformil-metilamino-6-cloro-s-triazina disueltas en 100 partes de acetona, al mismo tiempo que una solución acuosa de carbonato sódico, de modo que el pH de la mezcla reaccional se mantenga siempre
15. en 4-4,5. Terminada la condensación, se precipita el producto reaccional mediante adición de cloruro sódico, se le separa por filtración, se le disuelve en 400 partes de agua y se le diazoa, a 0-5°, con 25 partes de ácido clorhídrico al 30% y 6,9 partes de nitrito sódico. El compuesto de diazonio originado
20. se copula, a pH de 4-5, con una solución de 48 partes del producto de condensación de 1-(2'-ácido sulfónico-5'-aminofenil)-3-metil-5-pirazolona y 2-dimetilamino-4-N-cloroformil-metilamino-6-cloro-s-triazina (preparada a base de ambos componentes en las condiciones descritas en el ejemplo 104). Terminada la
25. copulación, se precipita el nuevo colorante con cloruro sódico, se le separa por filtración y se le lava con solución diluída

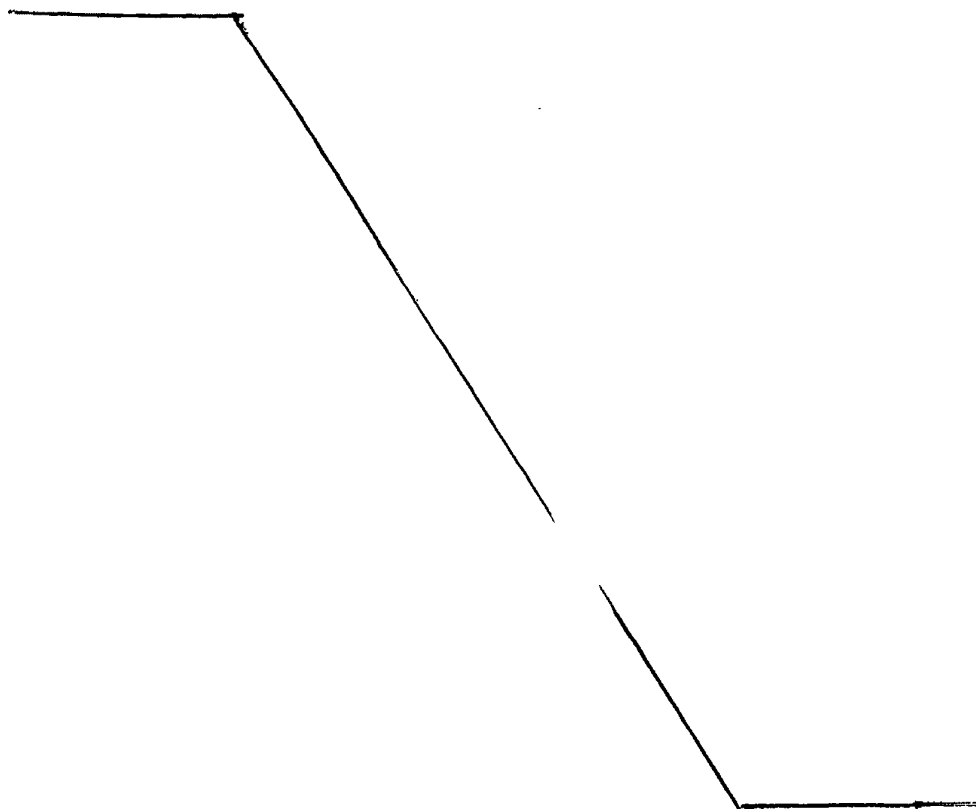


301867

de cloruro sódico. Después de secar en vacío a 50°, se obtiene un polvo amarillo, que se disuelve en agua dando coloración amarilla.

5. Si se tinte con el nuevo colorante algodón o lana celulósica, siguiendo uno de los procedimientos de aplicación que se han descrito en los ejemplos precedentes, se obtiene una tintura amarilla intensa, de buena solidez a la luz y buena solidez a la mojadura.

10. Se obtienen otros colorantes de propiedades análogas si se hacen reaccionar, según las indicaciones del Ejemplo 113, los componentes diazoicos y de copulación reseñados en la Tabla 15 que sigue, con 2-dimetilamino-4-N-cloroformil-metilamino-6-cloro-s-triazina o partes equivalentes





301857

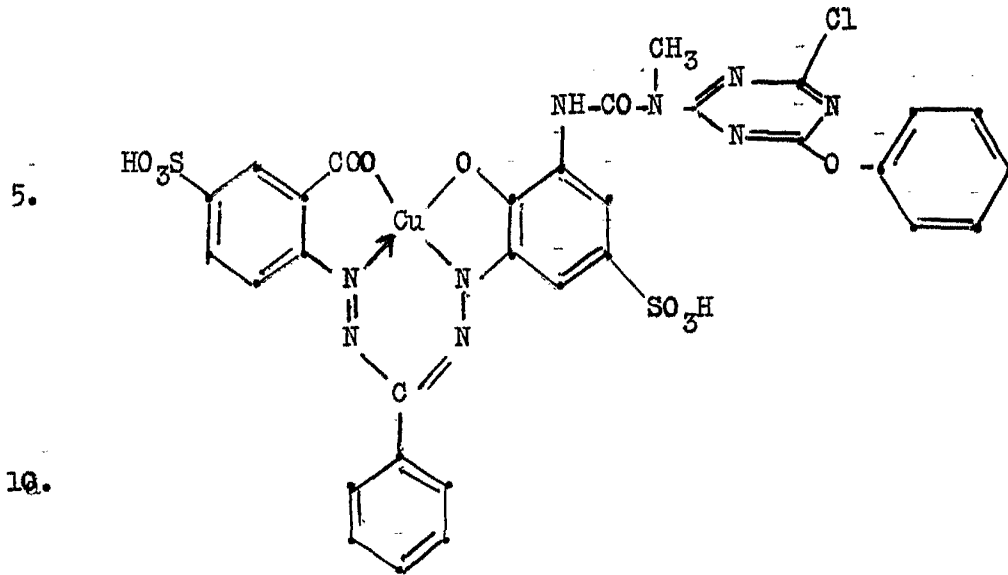
Tabla 15

Nº	Componente diazoico	Componente de copulación	Matiz tintóreo sobre las fibras de celulosa
5.	114 ácido 1,3-dia minobencen-4- sulfónico	ácido 1-amino-8-hidroxi- naftalin-4,6-disulfónico	rojo
10.	115 idem	ácido 2-amino-8-hidroxi- naftalin-6-sulfónico	rojo
15.	116 idem	ácido 2-etilamino-8-hi- droxinaftalin-6-sulfóni co	rojo
15.	117 idem	ácido 1-(4'-aminofenil)- -5-pirazolon-3-carboxí- lico	amarillo
20.	118 ácido 1,4-dia minobencen-3- sulfónico	idem	amarillo

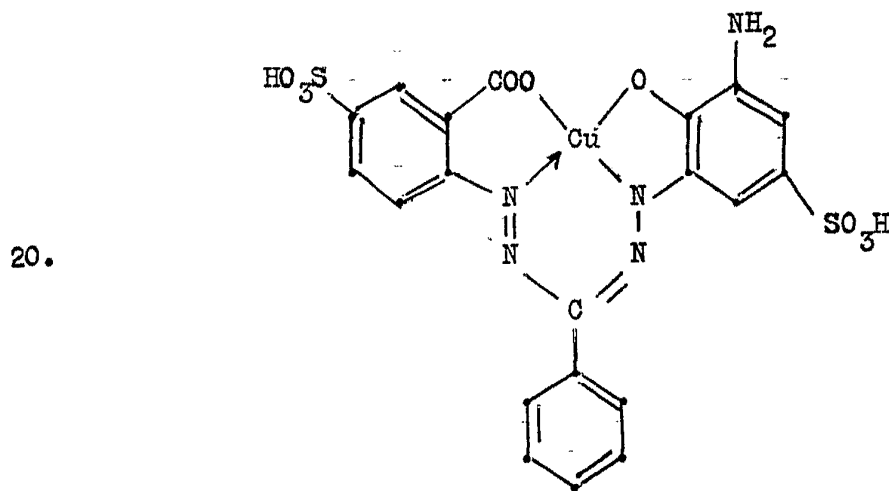


EJEMPLO 119

301867



15. 59,6 partes del compuesto complejo cúprico del colorante aminoformazánico de la fórmula





367

- (obtenido por copulación de ácido 6-acetilamino-2-amino-1-hidroxibencen-4-sulfónico, diazoado, con la hidrazona de benzaldehído y ácido fenilhidrazin-2-carboxílico-4-sulfónico, cuprificación y saponificación del grupo acetilamino) se disuelven a pH de 6-6,5 en 600 partes de agua. En esta solución se instilan a 20-25° y en el curso de una hora 33 partes de 2-fenoxi-4-N-cloroformil-metilamino-6-cloro-s-triazina en 80 partes de benceno, simultáneamente con una solución acuosa de carbonato sódico, de tal modo que la mezcla reaccional se mantenga constantemente neutra. Tan pronto como ya no se percibe colorante de partida, se precipita el colorante mediante adición de cloruro sódico, se le separa por filtración, se le lava con solución diluída de cloruro sódico y se le seca con precaución en vacío.
- 5.
- 10.
15. Este colorante constituye un polvo obscuro, que se disuelve en agua caliente dando coloración azul.
- La 2-fenoxi-4-N-cloroformil-metilamino-6-cloro-s-triazina citada en este ejemplo, se obtiene, según procedimiento conocido, mediante reacción escalonada de 1 mol de cloruro de triclorógeno con 1 mol de metilamina y luego con 1 mol de fenolato y tratamiento consecutivo del producto de la condensación con fosgeno en tolueno.
- 20.
25. Empleando cantidades equivalentes de los compuestos aminoformazánicos metalizados que pueden verse en las columnas II y III de la Tabla 16 que sigue y de los agentes de acilación reseñados en la columna IV y observando las condiciones de reacción que se mencionan en el Ejemplo 119 que precede, se obtienen otros colorantes de este invento dotados de propiedades semejantes.



3 1867

Tabla 16

	I	II	III	IV	V
	Nº	Colorante aminoformá nico	Metal	Agente de acilación	Mátiz tin- tórico so- bre las fibras de celulosa
5.	120	N-(ácido 2-hidroxi- -3-aminofenil-5-sul fónico)-N'-(ácido 2'- -carboxifenil-4'-sul fónico)-ms-fenilfor- mazano	Cu	2-dimetilamino-4-N- cloroformil-metil- amino-6-cloro-s- triazina	azul
10.	121	idem	Cu	2-dimetilamino-4-N- cloroformil-etilami no-6-fluoro-s-tria- zina	azul
15.	122	N-(ácido 2-hidroxi-3- aminofenil-5-sulfóni co)-N'-(ácido 2' hidro xifenil-3',5'-disulfó nico)-ms-fenilformaza no	Cu	idem	azul
20.	123	idem	Cu	2-etiltio-4-N-cloro- formil-etilamino-6- cloro-s-triazina	azul
25.					



3.1807

I	II	III	IV	V
Nº	Colorante aminoformá nico	Metal	Agente de acilación	Matiz tin- tórico so- bre las fibras de celulosa
5.				
124	N-(ácido 2-hidroxi-3- -aminofenil-5-sulfóni- co)-N'-(ácido 2'-car- boxifenil-4'-sulfóni- co)-ms-o-ácido sulfó- nico fenilformazano	Cu	2-dimetilamino-4-N- cloroformilmetilami- no-6-cloro-s-triazina	azul
10.				
125	idem	Cu	2-dimetilamino-4-N- cloroformil-metilami- no-6-fluoro-s-triazi- na	azul
15.				
126	N-(ácido 2-hidroxi-3- aminofenil-5-sulfóni- co)-N'-(ácido 2'-hi- droxifenil-3',5'-di- sulfónico)-ms-o-ácido sulfónico fenilforma- zano	Cu	idem	azul
20.				
127	idem	Cu	2-dimetilamino-4-N- cloroformil-metilami- no-6-cloro-s-triazina	azul
25.				
128	idem	Cu	2-feniltio-4-N-cloro- formil-metilamino-6- cloro-s-triazina	azul



E J E M P L O 129

301867

Se introducen 100 partes de lana en un baño constituido por 4000 partes de agua a 40º, 2 partes del colorante del Ejemplo 1, 5 partes de ácido acético al 30% y 0,5 partes de un producto de condensación de estearil-  
5. amina y óxido de etileno. En el curso de 20 minutos se aumenta la temperatura del baño tintóreo hasta la ebullición y se tiñe hirviendo durante una hora. Después de enjuagar y secar, se obtiene una tintura amarilla brillante, de muy  
10. buena solidez a la mojadura y a la luz.

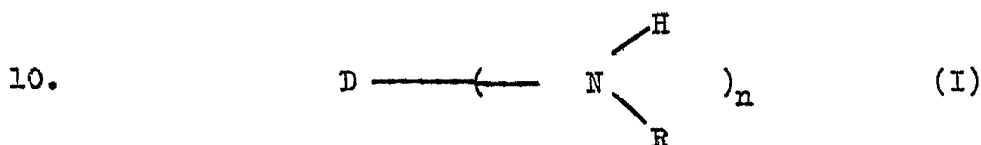


N O T A

37:867

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patentes suizas 8591/63 del 10 de Julio de 1963, y 10134/63 del 19 de Agosto de 1963, existiendo en ellas unidad de invención.

1. Procedimiento para la preparación de colorantes reactivos, caracterizado por hacerse reaccional 1 mol de un colorante orgánico de la fórmula I



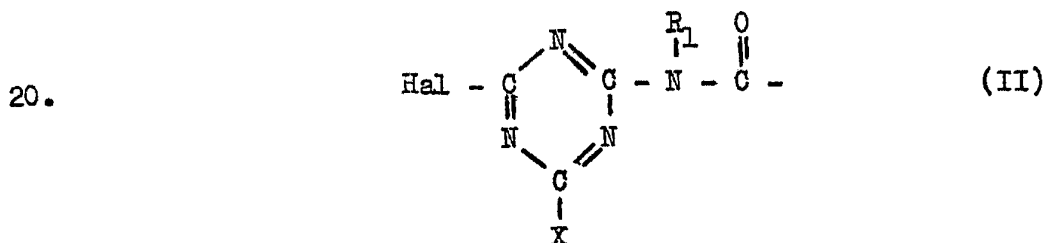
donde

D significa el radical de un colorante orgánico,  
R significa hidrógeno o un radical alquílico inferior y

15.

n significa 1 ó 2,

con n moles de un compuesto introductor del radical de la fórmula II





3 0 1 8 6 7

donde

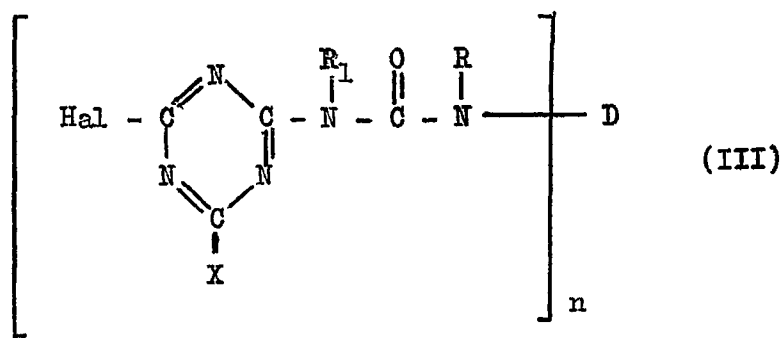
Hal significa halógeno hasta el número atómico 35,

X significa un sustituyente monovalente cualquiera y

R<sub>1</sub> significa un radical alquílico inferior,

5. para formar un colorante de la fórmula III

10.



donde

D, R y n tienen el significado expuesto en la fórmula I y

Hal, X y R<sub>1</sub> tienen el significado expuesto en la fórmula II,

15. o bien por sintetizarse los colorantes reactivos de la fórmula III a base de componentes de los que uno, por lo menos, contiene el radical de la fórmula II, ligado por medio de un grupo amínico de la fórmula  $\begin{array}{c} -\text{N}- \\ | \\ \text{R} \end{array}$ .

20. 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el sustituyente monovalente X significa un grupo amínico derivado de una amina orgánica primaria o secundaria.



301867

3. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por el hecho de que el sustituyente monovalente X significa un grupo amínico derivado de una monoalquilamina inferior o dialquilamina inferior o de una base de nitrógeno heterocíclica saturada.

4. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por el hecho de que Hal significa cloro.

5. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por el hecho de que Hal significa flúor.

6. Procedimiento para la preparación de colorantes reactivos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 76 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 9 de Julio de 1964

p.a.-

JAIME ISERN  
P.P.