

CASE 5690/B.

326607



326607

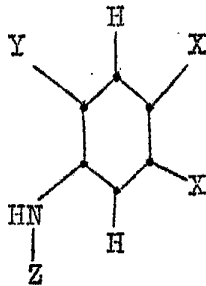
P A T E N T E  
D E  
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA SINTESIS DE COLORANTES REACTIVOS  
CON LAS FIBRAS", a favor de la firma suiza CIBA, SOCIETE  
ANONYME, residente en BALE (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a nuevos colorantes de  
la fórmula



en la que

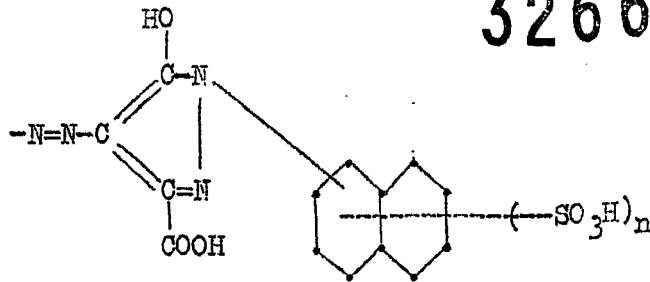
10. una X significa una agrupación de la fórmula

POOR  
QUALITY



326607

5.



10.

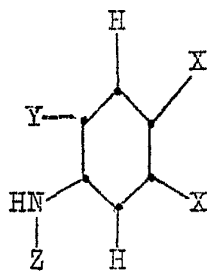
la otra X significa un átomo de hidrógeno o un grupo  $\text{SO}_3\text{H}$ ,  
 Y significa un átomo de hidrógeno o un grupo metilo  
 o  $\text{SO}_3\text{H}$ ,  
 Z significa un sustituyente reactivo con las fibras,  
 de preferencia heterocíclico,  
n significa un número entero por valor de 2 a lo me-  
 nos y

15.

uno por lo menos de los símbolos X e Y representa un  
 grupo  $\text{SO}_3\text{H}$ .

20.

La síntesis de los colorantes de este invento  
 puede efectuarse por copulación y/o por condensación. Así,  
 se pueden unir compuestos diazoicos de aminas de la fórmula



25.



326607

en la que

una X significa un grupo  $\text{NH}_2$  y

la otra X, Y y Z tienen el significado ya expuesto,  
o (en el caso de que también en el sustituyente Z exis-

5. ta un grupo amino diazable), asimismo compuestos tetraazoi-  
cos de diaminas de dicha índole, con ácido 1-/di- o tri-sul-  
fonaftil/-5-pirazolon-3-carboxílico.

Como ejemplos de tales pirazolonas cabe citar:

- el ácido 1-naftil-(2')-3-carboxi-5-pirazolon-4',8'- o res-  
pectivamente -6', 8'- o -5',7'-disulfónico,  
10. el ácido 1-naftil-(2')-3-carboxil-5-pirazolon-4',6',8'-tri-  
sulfónico,  
el ácido 1-naftil-(2')-3-carboxi-5-pirazolon-3',6',8'-tri-  
sulfónico,  
15. el ácido 1-naftil-(2')-3-carboxi-5-pirazolon-3',5',7'-tri-  
sulfónico,  
el ácido 1-naftil-(1')-3-carboxi-5-pirazolon-3',6'-disulfó-  
nico y  
el ácido 1-naftil-(1')-3-carboxi-5-pirazolon-3',6',8'-tri-  
20. sulfónico.

- Estos ácidos pirazolon-3-carboxílicos pueden  
sintetizarse por condensación de los correspondientes ácidos  
hidrazinonaftalinsulfónicos (obtenidos por reducción del  
ácido diazonaftalinsulfónico con cloruro de zinc), con la  
25. sal sódica del éster monoetilico de ácido oxalacético (obte-

326607



nido por saponificación parcial del éster dietílico de ácido oxalacético con la cantidad equivalente de hidróxido sódico), en medio ligeramente ácido hasta neutro, y cierre consecutivo del anillo de la hidrazona formada, en medio alcalino.

5. Las aminas cuyos compuestos diazoicos o tetra-azoicos son copulables según el invento con estos componentes de copulación, pueden sintetizarse a partir del ácido m- o p-diaminobenzenmono- o -di-sulfónico, por condensación con haluros de ácido que contengan un radical acilo reactivo con las fibras, de preferencia heterocíclico.

10. En calidad de tales haluros de ácido cabe citar, a título de ejemplo:
- el cloruro del ácido acrílico,
  - el cloruro de ácido beta-cloro- o beta-bromo-propiónico,
  - 15. el cloruro o bromuro de ácido alfa-cloro - o alfa-bromo-acrílico,
  - el cloruro de ácido alfa,beta-dicloropropiónico,
  - el cloruro de ácido clorocrotónico y, con ventaja,
  - los cloruros de ácido 2-clorobenzoxazolcarboxílico,
  - 20. el cloruro de ácido 4,5-dicloro-1-fenilpiridazon-carboxílico o -sulfónico,
  - el cloruro de ácido 4,5-dicloropiridazonpropiónico,
  - el cloruro de ácido 3,6-dicloropiridazin-5-carboxílico,
  - el cloruro de ácido 1,4-dicloroftalazin-carboxílico o -sulfónico,
  - 25. nico,

326607



- el cloruro de ácido 2,4-dicloroquinazolin-carboxílico o -sulfónico,
- el cloruro de ácido 2-clorobenzotiazol-5-, -6- o -7-carboxílico,
5. el cloruro de 2-clorobenzotiazol-6- o -7-sulfónico,
- la tetracloropiridazina,
- la 2,4,6-tri- o 2,4,5,6-tetracloropirimidina,
- el ácido 2,4-dicloropirimidin-5-sulfónico,
- la 5-nitro- o 5-ciano-2,4,6-tricloropirimidina,
10. la 5-nitro-6-metil-2,4-dicloropirimidina,
- el cloruro de ácido 2,6-dicloropirimidin-4-carboxílico,
- el cloruro de ácido 2,4-dicloropirimidin-5-sulfónico,
- la 2,4,6-tricloro-1,3,5-triazina y asimismo
- las 4,6-dicloro-1,3,5-triazinas que están substituidas en la
15. posición 2 por un radical arilo o alquilo (por ejemplo, un radical fenilo, metilo o etilo) o por el radical de un compuesto mercáptico (ligado por medio del átomo de azufre) o hidroxílico (ligado por medio del átomo de oxígeno), alifático o aromático, o en particular por un grupo HO-NH- o -NH<sub>2</sub> o
20. por el radical de un compuesto hidrazínico, de un compuesto ureido o de un compuesto amínico alifático, heterocíclico o aromático, ligado por medio del átomo de nitrógeno.

- En concepto de compuestos de esta índole, cuyos radicales pueden estar ligados en la posición 2 al núcleo
25. triazínico por reacción con trihalogentriazinas, cabe citar,



326607

por ejemplo, los siguientes:

- compuestos mercápticos o hidroxílicos alifáticos o aromáticos como tioalcoholes, ácido tioglicólico, tiourea, tiofenoles, alcohol metílico, etílico e isopropílico, ácido glicólico,
5. fenol, clorofenoles o nitrofenoles, ácidos fenolcarboxílicos y fenolsulfónico, naftenos, ácidos naftensulfónicos, etc., pero en particular el amoníaco y los compuestos que contienen grupos amínicos acilables, como la hidroxilamina, las alcoxilaminas, la hidrazina, la fenilhidrazina, los ácidos fenilhidrazinsulfónicos, el ácido carbamídico y sus derivados, las semi- y tiosemi-carbácidas y -carbazonas, la metilamina, la etilamina, la isopropilamina, la metoxietilamina, la metoxipropilamina, la dimetilamina, la dietilamina, la metilfenilamina, la etilenfenilamina, la cloroetilamina, las etanolaminas, las propanolaminas, la benzilamina; la ciclohexilamina,
10. la morfolina, la piperidina, la piperazina, el éster de ácido aminocarbónico, el éster etílico de ácido aminoacético, el ácido aminoetansulfónico, el ácido p-metilaminoetansulfónico y sobre todo las aminas aromáticas como la anilina, la
15. N-metil-anilina, las toluidinas, las xilidinas, las cloroanilinas, la p- o m-aminocetanilida, las nitroanilinas, los aminofenoles, las nitrotoluidinas, las fenildiaminas. Las toluidilondiaminas, la anisidina, la fenetidina, la difenilamina, la naftilamina, los aminonaftenos, las dicaminonaftalinas, y en particular, las anilinas que contienen grupos
- 20.
- 25.

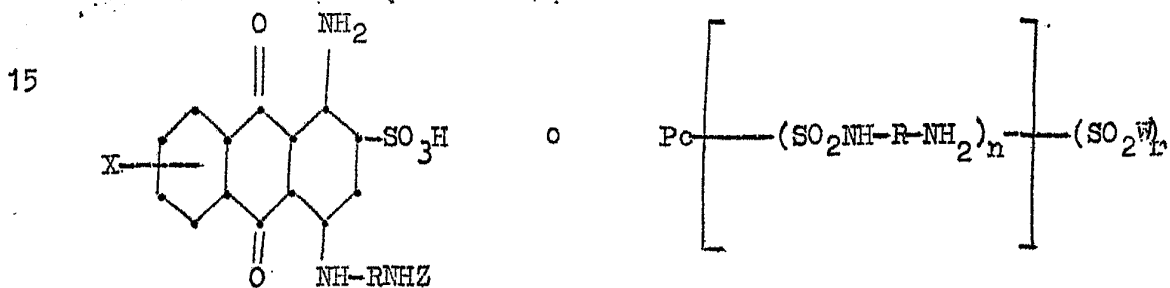


326607

ácidos, como los ácidos sulfanílicos, metanílicos y ortanílicos, el ácido anilindisulfónico, el ácido anilin-omega-metansulfónico, el ácido aminodibenzoico, los ácidos naftilaminomono-, -di- y -tri-sulfónicos, los ácidos aminobenzoicos

5. (como el ácido -2-hidroxi-5-aminobenzoico), los ácidos aminonaftalenmono-, -di- y -tri-sulfónico, etc.; y asimismo compuestos coloreados o respectivamente compuestos de carácter colorantes por ejemplo el ácido 4-nitro-4'-aminoestilbendisulfónico y el ácido 2-nitro-4'-aminodifenilamin-4,3'-disulfónico, y en particular los colorantes aminoazoicos, las aminoantraquinonas o las ftalocianinas que contienen además por lo menos un grupo amino reactivo, por ejemplo los compuestos de la fórmula

10



20 en la que

X significa hidrógeno, halógeno o un grupo de ácido sulfónico,

R significa un radical (eventualmente substituido) arilónico, fenilónico o difenilónico,

25. Z significa hidrógeno o un radical alquílico,

326607



Pc significa un radical ftalocianínico,

W significa HO - o -NH<sub>2</sub> y

n y m significan 1, 2 ó 3.

La introducción del substituyente situado en

5. la posición 2 del radical triazínico puede efectuarse también después de la condensación con la diamina de partida o después de la preparación del colorante.

10. Los derivados acélicos del ácido m- o -p-diamino-bencen-mono- y -di-sulfónico utilizables según este invento pueden diazozarse (o, cuando contienen dos grupos NH<sub>2</sub> diazozables, también tetrazozarse) de manera ya de sí corriente. La copulación se desarrolla igualmente con mucha facilidad en medio acuoso.

15. Asimismo se obtienen colorantes conforme a este invento si se diazoa ácido 1,3- o 1,4-diaminobencen-mono- o -di-sulfónico, o respectivamente sus derivados monoacetilados, se los combina con los componentes de copulación ya indicados y se condensan los colorantes monoazoicos obtenidos, que presentan (eventualmente después de la disociación
20. del grupo acetílico) un grupo amino libre en el radical diazoico, con los agentes de acilación ya citados que contienen un substituyente reactivo con las fibras.

25. En los colorantes obtenidos por el procedimiento aquí expuesto, los átomos de halógeno móviles de los substituyentes reactivos con las fibras pueden reemplazarse con facilidad, por ejemplo mediante reacción con aminas ter-

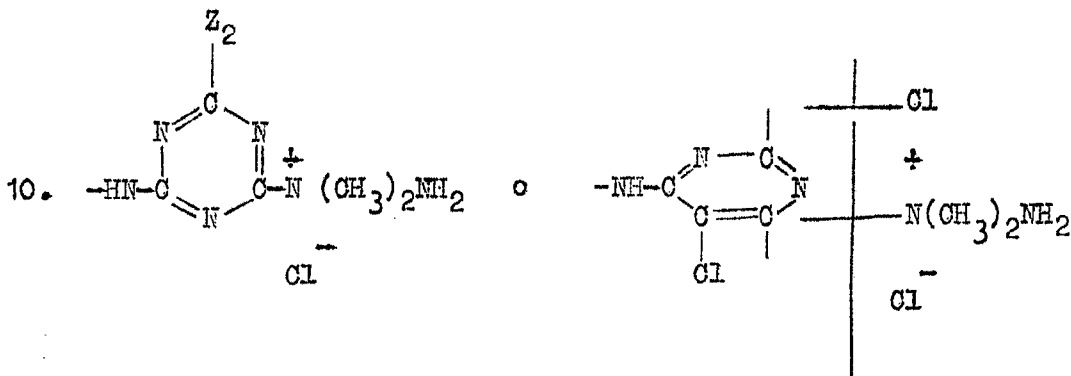
POOR  
QUALITY

326607

17



narias o con hidrazinas (como la dimetilhidrazina), de lo que se originan colorantes fibroreactivos cuyo substituyente dissociable constituye un grupo de amonio o hidrazinio cuaternario ligado a un átomo de carbono (en particular, de un radical heterocíclico), es decir, por ejemplo, un grupo de la fórmula



en la que

15.  $Z_2$  significa un átomo de hidrógeno, un grupo amino (eventualmente, substituido) o un grupo hidroxilo o mercepto, eterificado.

Los colorantes que se obtienen según el procedimiento aquí expuesto son nuevos. Constituyen colorantes valiosos, que se prestan para teñir y estampar los más diversos materiales, en particular materiales polihidroxilados de estructura fibrosa, como las materias de contenido celulósico y más exactamente tanto las fibras sintéticas (por ejemplo, a base de celulosa regenerada) como las materias de celulosa natural (por ejemplo, celulosa, lino o, sobre

20.

25.



326607

todo, algodón). Sirven para teñir por el método llamado de la tinción directa, en líquido abundante, a partir de baño acuoso alcalino, en ocasiones intonsamente salino; pero también para teñir por el procedimiento de estampación y el procedimiento de fulardeo, en los que los colorantes se aplican por estampación o fulardeo al género que se ha de teñir y se fijan a él por medio de agentes aceptores de ácido, en ocasiones con actuación de calor.

5. Para mejorar las propiedades de solidez frente a la humedad, se recomienda que las tinturas y los estampados así obtenidos se sometan a un enjuague a fondo con agua fría y agua caliente, si es preciso con adición de un agente de acción dispersante y que refuerce la difusión de las porciones de colorante no fijadas.

10. Los colorantes de este invento se distinguen sobre todo por alto grado de fijación y fácil lavabilidad de las porciones de colorante no fijadas, y las tinturas obtenidas con ellos se distinguen por muy buena solidez al lavado.

15. Sumamente valiosos son los colorantes de este invento que presentan en la posición 1 del anillo pirazolónico el radical de un ácido beta-naftil-di- o -tri-sulfónico; y, a causa de su más fácil asequibilidad, sobre todo los colorantes que contienen el radical, insubstituido en posición vecina al enlace pirazolónico, de tal ácido beta-naftil-di- o -tri-sulfónico.

326607



En comparación con los colorantes conocidos más próximamente comparables a base de las correspondientes pirazolonas con grupo metílico en posición 3, los productos obtenidos según el invento aquí expuesto presentan ventajas; así, por ejemplo, es mejor la estabilidad de las pastas de estampación y mayor la igualdad de los estampados hechos con ellas. También son cromáticamente más fuertes y en consecuencia dan tinturas y estampados de mayor intensidad de colorido.

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

E J E M P L O 1.

15.

- Se diazoan 33,7 partes del producto primario de condensación de 1 mol de cloruro de triclorógeno y 1 mol de ácido 1,3-diaminobenzo-6-sulfónico y se copula con 41,4 partes de ácido 1-naftil-(2')-3-carboxi-5-pirazolon-4',8'-disulfónico en presencia de bicarbonato sódico. Se precipitó por salificación el colorante diclorotriazínico originado, se lo separa por filtración, se mezcla la pasta con una solución acuosa de 5 partes de fosfato disódico y 5 partes de fosfato monosódico y se seca a 40°. El colorante obtenido tinte el algodón con tonos amarillos muy sólidos.
- 20.
- 25.

326607



Si se emplea como componente de copulación el ácido 1-naftil-(2')-3-carboxi-5-pirazolon-4',6',8'-trisulfónico, se obtiene un colorante de propiedades semejantes.

5. EJEMPLO 2.

A la solución de derivado diclorotriazínico obtenida según las indicaciones del ejemplo 1, (después de la copulación), se añaden 50 partes de solución de amoníaco al 10% y se agita la mezcla a 35° durante 3 horas. Se precipita por salificación el colorante monoclorotriazínico originado, se le separa por filtración y se le seca. Este colorante tiñe el algodón con tonos amarillos puros, sólidos a la luz.

15. EJEMPLO 3.

46,7 partes del producto secundario de condensación de 1 mol de cloruro de triclorógeno, 1 mol de ácido aminobenzen-3-sulfónico y 1 mol de ácido 1,3-diaminobenzen-6-sulfónico se diazoan en solución acuosa con 25 partes de ácido clorhídrico al 30% y una solución de 6,9 partes de nitrato sódico y se incorpora la mezcla a una solución, ligeramente alcalinizada con carbonato sódico, de 41,4 partes de ácido 1-naftil-(2')-3-carboxi-5-pirazolon-4',8'-disulfónico. Mediante adición de carbonato sódico se mantiene la

326607



reacción ligeramente alcalina, y terminada la copulación, se precipita por salificación el colorante monoazoico, se le aísla por filtración y se le seca. Este colorante tiñe el algodón con tonos amarillos muy sólidos.

5. Si se emplea como componente de copulación del ácido 1-naftil-(2')-3-carboxi-5-pirazolon-4',6',8'-trisulfónico, se obtiene un colorante de propiedades semejantes,

E J E M P L O 4.

10.

Se diazoa ácido 3-acetilamino-1-aminobenzeno-6-sulfónico, se copula el compuesto diazoico con ácido 1-naftil-(2')-3-carboxi-5-pirazolon-4',8'-disulfónico y en el producto obtenido se disocia el grupo acetílico mediante calentamiento con una solución de hidróxido sódico.

15.

61,4 partes del colorante aminoazoico obtenido se disuelven en 800 partes de agua y se añade la solución a una suspensión de 19 partes de cloruro de triclorógeno enfriada con hielo. Se agita la mezcla durante varias horas a temperatura entre 5 y 10° y se mantiene el pH entre 4 y 5 por adición de una solución diluida de hidróxido sódico.

20.

Terminada la condensación, se trata el producto con una solución de 53,3 partes de sal disódica de ácido 1-amino-4-(3'-aminofonilamino)-antraquinón-2,4-disulfónico. Se calienta la mezcla reaccional a 60° y se lo mantiene durante 4 a

25.

326607



6 horas a esta temperatura, mientras se sostiene el pH entre 5 y 7. Se precipita por salificación el colorante verde originado, se le separa por filtración y se le seca. Este colorante tinte, el algodón con tonos verdes amarillentos, sólidos y cromáticamente intensos.

5.

Si se emplea como componente azul el ácido l-amino-4--(4'-aminofenilamino)--antraquinón-2,3'-disulfónico, se obtiene un colorante de propiedades semejantes.

10.

Si se emplea como componente de copulación, para la síntesis del colorante monoazoico, el ácido l-naftil-(2')-3-carboxi-4',6',8'-trisulfónico, se obtiene un colorante de propiedades semejantes.

Prescripción para teñir:

15.

Se disuelven en 100 partes de agua 2 partes de colorante. Con esta solución, se impregna en el fular un tejido de algodón y se exprime el líquido sobrante de modo que el género retenga en solución de colorante el 75% de su peso.

20.

Se seca el género así impregnado, se le impregna luego a la temperatura ambiente, en una solución que contiene por litro 10 partes de hidróxido sódico y 300 partes de cloruro sódico, se le exprime hasta el 75% de absorción de líquido y se lo vaporiza a temperatura de 100 a 101° durante 60 segundos. Luego se lo enjuaga, se lo trata en solu-

25.

326607



ción al 0,5% de bicarbonato sódico, se vuelve a enjuagar, se le enjabona durante 1/4 de hora y a temperatura de ebullición en una solución al 0,3. de un detergente desionizado, se enjuaga una vez más y se seca.

5.

Prescripción para estampar.

Se mezclan 2 partes de colorante con 20 partes de urea, se disuelve la mezcla en 28 partes de agua y se deslía la solución en 40 partes de un espesamiento de alginado sódico al 5%. Luego se agregan 20 partes de una solución al 10% de carbonato sódico.

Con la pasta para estampar así obtenida se estampa un tejido de algodón en una estampadora de rodillos y el género estampado que se obtiene se seca y se vaporiza durante 8 minutos a 100° con vapor saturado. Luego se enjuaga a fondo en agua fría y agua caliente el género estampado y se seca éste.

20. E J E M P L O 5.

Se diazoa ácido 3-acetilamino-1-aminobenzo-6-sulfónico, se copula el compuesto diazoico con ácido 1-naftil-(2')-3-carboxi-5-pirazolon-4',6',8'-trisulfónico y en el producto obtenido se disocia el grupo acetílico por calentamiento

326607



con una solución de hidróxido sódico.

69,4 partes del colorante aminoazoico obtenido se disuelven en 800 partes de agua y se añade la solución a una suspensión de 19 partes de cloruro de triclorógeno enfriada con hielo, Se agita la mezcla durante varias horas a temperatura entre 5 y 10° y se mantiene el pH entre 4 y 5 por medio de la adición de una solución diluida de hidróxido sódico. Terminada la condensación, se agregan 20 partes de amoníaco al 25% y se calienta durante 3 a 4 horas a temperatura de 35 a 40°. Se precipita por salificación el colorante amarillo originado, se lo separa por filtración y se lo seca. Este colorante tiñe el algodón con tonos amarillos de colorido intenso.

Si en este ejemplo se reemplaza el ácido 3-acetilamino-1-aminobenzo-6-sulfónico por el ácido 4-acetilamino-1-aminobenzo-3-sulfónico, se obtiene un colorante que tiñe el algodón con tonos de color amarillo anaranjado.

E J E M P L O 6.

20.

A una solución en 800 partes de agua del colorante obtenido según el ejemplo 5 se añaden a gotas 6 partes de dimetilhidrazina asimétrica y se agita la mezcla durante 1 hora a la temperatura ambiente. La solución obtenida se evapora luego en vacío y a temperatura más baja, hasta se-

25.



quedad. El colorante originado, que ya no contiene nada de cloro orgánico, tiñe el algodón con tonos amarillos puros.

E J E M P L O 7.

5.

A una solución neutra de 37,6 partes de ácido 1,3-fenilendiamin-6-sulfónico en 600 partes de agua se añade una solución de 19 partes de cloruro de tricloroetano en 60 partes de acetona. Se agita la mezcla, primeramente du-

10.

rante 2 hora a temperatura entre 5 y 10° y luego otras 2 horas a 20° y mientras se mantiene la reacción constantemente entre ligera acidez y neutralidad por adición de una solución diluida de hidróxido sódico. Terminada la condensación se tetraaza con ácido clorhídrico y 14 partes de nitrito

15.

sódico y se incorpora el compuesto tetraazico a una solución acuosa de 100 partes de ácido 1-naftil-(2')-3-carboxi-5-pirazolon-4',6',8'-trisulfónico (que se ha neutralizado con hidróxido sódico) y 40 partes de bicarbonato sódico. Al final de la copulación se precipita el colorante por adición de cloruro potásico, se le separa por filtración y se le seca. Este colorante tiñe el algodón con tonos amarillos puros.

20.

Este colorante tiñe el algodón con tonos amarillos puros.

25.

La tabla que sigue contiene otros ejemplos de colorantes que se obtienen, conforme al ejemplo 3, si se copulan los componentes diazicos obtenidos a partir de los compuestos de las columnas I y II con las pirazolonas de la columna III.

326607



I	II	III	IV
1 ácido 2,4-dicloro- -6-fenilamino-1,3,- -5-triazin-2'-sul- fónico	1,3-diaminobencen- -6-sulfónico	ácido 1-naftil- (2')-3-carboxi- -5-pirazolon-4', 8'-disulfónico	amarillo
2 ácido 2,4-dicloro- -6-fenilamino- 1,3,5-triazin-2'- carboxílico	"	"	"
3 ácido 2,4-dicloro- 6-fenilamino- 1,3,5-triazin-2',5'- disulfónico	"	ácido 1-naftil- (2')-3-carboxi- 5-pirazolon-6', 8'-disulfónico	"
4 2,4-dicloro-6-amino- 1,3,5-triazina	"	ácido 1-naftil- (1')-3-carboxi- 5-pirazolon-3', 6'-disulfónico	"
5 "	"	ácido 1-naftil- (1')-3-carboxi- 5-pirazolon-3', 6',8'-trisulfó- nico	"
6 2,4-dicloro-6- amino-1,3,5-triazina	"	ácido 1-naftil- (2')-3-carboxi- 5-pirazolon-3', 6',8'-trisulfó- nico	"
7 "	"	ácido 1-naftil- (2')-3-carboxi- 5-pirazolon-4', 6',8'-trisulfó- nico	"
8 2,4-dicloro-6-beta- oxietilamino-1,3,5- triazina	"	"	"



	I	II	III	IV
9	2,4-dicloro-6-etil- amino-1,3,5-triazina	1,3-diaminobencen- 6-sulfónico	ácido 1-naftil- (2')-3-carboxi- 5-pirazolon-4', 6',8'-trisulfó- nico	amarillo
10	2,4-dicloro-6-mor- folino-1,3,5-tria- zina	"	"	"
11	2,4-dicloro-6-metoxi- 1,3,5-triazina	"	"	"
12	"	"	ácido 1-naftil- (2')-3-carboxi- 5-pirazolon-4', 8'-disulfónico	"
13	"	"	"	"
14	2,4-dicloro-6-fenil- amino-1,3,5-triazina	"	ácido 1-naftil- (2')-3-carboxi- 5-pirazolon-4',6' 8'-trisulfónico	"
15	cloruro de ácido 2,3- dicloroquinoxalin-6- carboxílico	"	"	"
16	6-sulfocloruro de 2,3- dicloroquinoxalina	"	"	"
17	cloruro de ácido 4,5- dicloropiridazon-(6)- propiónico	"	"	"
18	cloruro de ácido 2-clo- robenzotiazol-6-carboxí- lico	"	"	"

326607



I	II	III	IV
19 cloruro de ácido 2-clorobenzoxazol-carboxílico	1,3-diaminobencen-6-sulfónico	ácido 1-naftil-(2')-3-carboxi-5-pirazolon-5',7'-disulfónico	amarillo
20 cloruro de ácido 1,4-dicloroftalazin-6-carboxílico	"	"	"
21 2,4,5,6-tetracloropirimidina	"	ácido 1-naftil-(2')-3-carboxi-5-pirazolon-4',8'-disulfónico	"
22 2,4,6-tricloropirimidina	"	ácido 1-naftil-(2')-3-carboxi-5-pirazolon-4',6',8'-trisulfónico	"
23 2,4,6-tribromopirimidina	"	"	"
24 cloruro de ácido 2,6-dicloropirimidin-4-carboxílico	"	"	"
25 ácido 2,4-dicloropirimidin-5-sulfónico	"	"	"
26 5-nitro-6-metil-2,4-dicloropirimidina	"	"	"
27 cloruro de ácido 2,4-dicloropirimidin-5-carboxílico	"	"	"

326607



	I	II	III	IV
28	cloruro de ácido acrílico	1,3-diaminobencen-6-sulfónico	ácido 1-naftil-(2')-3-carboxi-5-pirazolon-4',6',8'-trisulfónico	amarillo
29	cloruro de ácido beta-cloropropiónico	ácido 1,4-fenilendiamin-6-sulfónico	ácido 1-naftil-(2')-3-carboxi-5-pirazolon-4',8'-disulfónico	amarillo rojizo
30	cloruro de ácido alfa,beta-dioloropropiónico	"	"	"
31	ácido 2,4-dicloro-6-fenilaminotriazin-4-sulfónico	"	"	amarillo anaranjado
32	"	ácido 1,3-diamino-4-metilbencen-6-sulfónico	"	amarillo
33	2,4-dicloro-6-aminotriazina	ácido 1,4-diaminobencen-2,5-disulfónico	"	amarillo dorado
34	"	"	ácido 1-naftil-(2')-3-carboxi-5-pirazolon-4',6',8'-trisulfónico	"

326607<sup>1</sup>

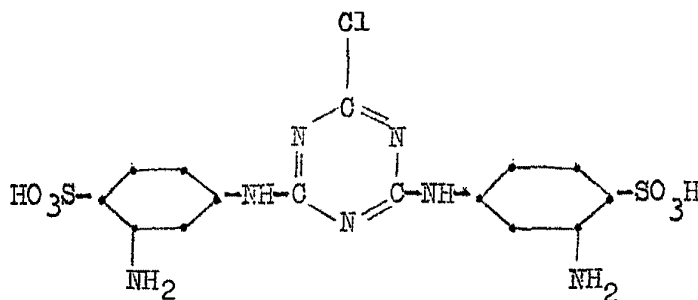


E J E M P L O 8.

- Agitando, se introducen en 260 partes de ácido clorosulfónico 30 partes de cuproftalocianina de tal modo que la temperatura no sobrepase los 30°. Se prosigue la agitación durante 1/2 horas a la temperatura ambiente y luego se lleva la mezcla reaccional en el curso de 1/2 hora a temperatura de 130 a 133<sup>a</sup> y se la mantiene durante 4 horas a este nivel. A continuación se deja enfriar, y agitando, se la vierte en una mezcla de 250 partes de agua, 140 partes de cloruro sódico y 1500 partes de hielo desmenuzado. Se prosigue la agitación por breve tiempo, se filtra y se lava con una mezcla de 300 volúmenes de solución saturada de cloruro sódico y 150 partes de hielo. De este modo se obtiene un sulfocloruro que, en forma de pasta húmeda, se condensa todavía con el producto intermedio de aminodioxotriazina que se describe a continuación:

Se disuelven en forma de sal sódica 37 partes del compuesto de la fórmula

20.



25.

326607



on 500 partes de agua y se neutraliza la solución. Se suspende en ésta a temperatura de 0 a 5<sup>o</sup>, con adición de hielo desmenuzado, la pasta de sulfocloruro de cuproftalocianina obtenible según el primer párrafo y se neutraliza la suspensión con solución diluida de hidróxido sódico. Se agita bien la mezcla durante 6 horas, a temperatura de 5 a 10<sup>o</sup> y manteniendo el pH entre 7,5 y 8 por introducción en porciones de unas 15 partes de carbonato sódico. Luego se deja que la temperatura se romonte despacio hasta 20<sup>o</sup> y se prosigue la agitación durante 12 horas más. Se ajusta a pH 7 la solución originada, con ácido clorhídrico diluido, se la trata con 15 a 20% de cloruro sódico, se filtra y se lava bien con 200 volúmenes de solución de cloruro sódico al 15% el producto de condensación obtenido.

15 La torta húmeda obtenida del filtro de succión se deslía en 400 partes de agua helada y, a temperatura de 0 a 5<sup>o</sup> y con adición de 60 volúmenes de una solución acuosa de ácido alfa-naftalinsulfónica al 30% aproximadamente y que contiene ácido sulfúrico, se diazoa con solución 2-n de nitrito sódico. Se disuelve en 500 partes de agua, con adición de 50 partes de carbonato sódico, la cantidad equivalente (calculada a base del consumo de nitrito) de ácido 1-naftil-(2')-3-carboxi-5-pirazolon-4;6',8'-trisulfónico y se añade a esta solución la suspensión diazoica. Se mantiene durante 25 6 horas la temperatura a 5-10<sup>o</sup>, mediante adición de hielo

326607



desmenuzado, se caliente luego despacio hasta 20° y se deja en agitación durante 15 horas todavía.

El colorante se segrega a temperatura de 30 a 35° por adición de 5% de cloruro sódico a la mezcla reaccional, se aísla por filtración y se seca en vacío a temperatura de 40 a 60°.

Este colorante tiñe el algodón, la lana y las fibras de poliamida con tonos verdes amarillentos, brillantes y sólidos al lavado.

= . =

326607

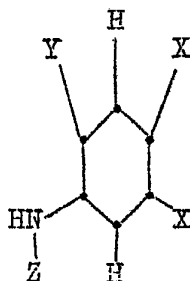


N O T A

Descrito el objeto de la presente patente, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de las demandas de patentes suizas números 6712/65 del 12 de Mayo de 1.965, y núm. 2140/66 del 4 de Marzo de 1.966, existiendo en ambas unidad de invención.

1. Procedimiento para la síntesis de colorantes reactivos con las fibras de la fórmula

10

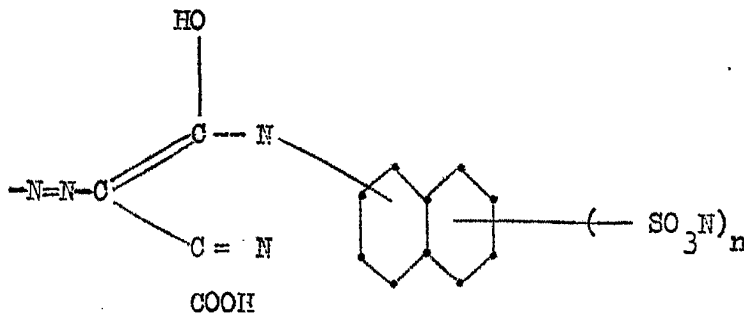


15

on la que

una X significa una agrupación de la fórmula

20





326607

la otra X significa un átomo de hidrógeno o un grupo  $\text{SO}_3\text{H}$ ,  
Y significa un átomo de hidrógeno o un grupo metilo  
o  $\text{SO}_3\text{H}$ ,

Z significa un substituyente fibrorreactivo, de pre-  
ferencia heterocíclico,

5.

n significa un número entero por valor de 2 a lo me-  
nos

y uno por lo menos de los símbolos

X e Y representa un grupo  $\text{SO}_3\text{H}$ ,

10.

caracterizado por prepararse tales colorantes azoicos median-  
te copulación de compuestos diazoicos o tetraazoicos corres-  
pondientes con ácidos di- o tri-sulfonaftilpirazolón-3-car-  
boxílicos o por condensación de colorantes aminoazoicos co-  
rrespondientes con agentes de acilación.

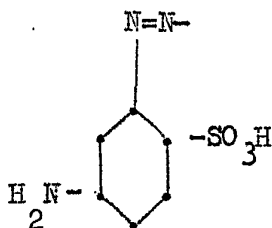
15.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-  
rizado por sintetizarse colorantes beta-naftilpirazolónicos  
de la fórmula indicada, en los que Z significa un substituo-  
yente heterocíclico.

20.

3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-  
rizado por condensarse en el grupo amino colorantes azoicos,  
que contienen el radical de la fórmula

326607

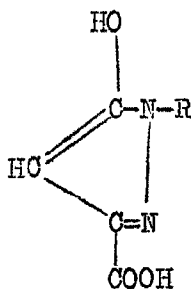


5.

con haluros de ácido, que contienen un radical fibrorreactivo, de preferencia heterocíclico.

10.

4. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse pirazolonas de la fórmula



15.

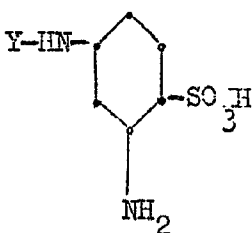
en las que R significa un radical beta-naftílico con grupos sulfónicos en posición 4,8, 5,7, o 6,8 o respectivamente 4,6,8.

20.

5. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado por emplearse compuestos diazoicos de aminas de la fórmula



326607



5.

en que Y significa un radical clorado triazínico, pirimidínico, ftalacínico, benzotiazólico, benzoxazólico, quinazolínico o quinoxalínico.

10.

6. Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado por emplearse como haluro de ácido un compuesto triazínico, pirimidínico, ftalacínico, quinazolínico o equinoxalínico que contenga por lo menos 2 átomos de cloro reactivos.

15.

7. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado por condensarse con cloruro de triclorógeno y, en el colorante obtenido, que contiene radicales diclorotriazínicos, reemplazarse un átomo de cloro mediante condensación con amoníaco o con una amina.

20.

8. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por convertirse los colorantes reactivos obtenidos en colorantes reactivos cuaternizados, mediante tratamiento con aminas o hidrazinas terciarias, como la dimetil-

25. hidrazina.

326607



9. Procedimiento para la síntesis de colorantes reactivos con las fibras.

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

Madrid, a 19 MAY. 1966

CIBA, SOCIÉTÉ ANONYME.

P.a.

JAIME ISERN  
D. B.

Firmado: LUIS REY PADILLA