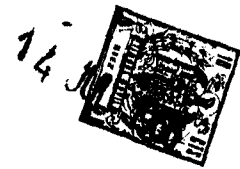


52909



PATENTE DE INVENCION

Case 2175 17/MK
=====

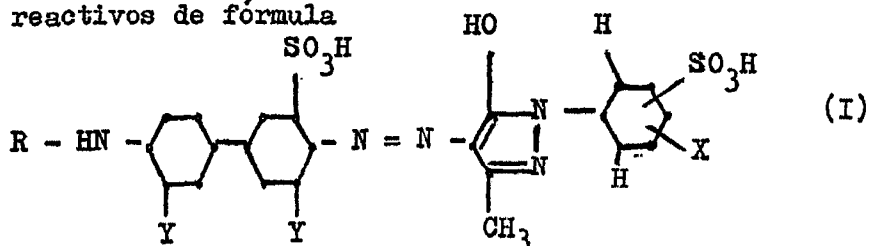
Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la obtención de colorantes reactivos"

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

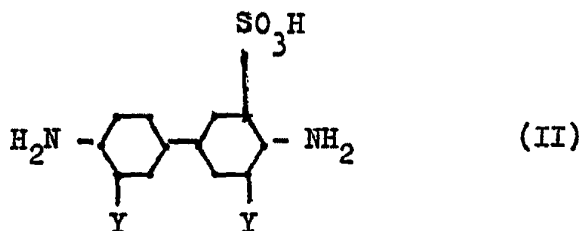
El objeto de la presente invención es un procedimiento para la obtención de colorantes reactivos de fórmula



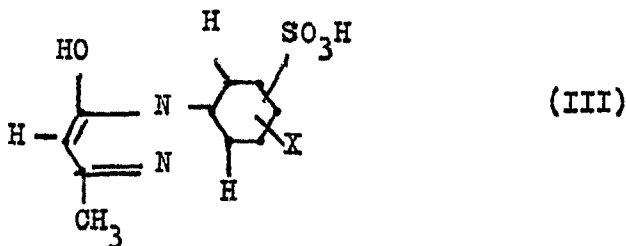


- en la cual R significa un radical reactivo de la serie heterocíclica, en caso dado ligado a través de -CO-
-SO₂- ó -CH₂-, X hidrógeno, halógeno, alquilo de baja molecularidad o alcoxi, e Y hidrógeno, metilo o alcoxi de baja molecularidad.
- 5.

El procedimiento según la presente invención se caracteriza porque 1 Mol de una amina de fórmula



- o bién se hace reaccionar con 1 Mol de un componente reactivo de la serie heterocíclica, que en caso dado lleva un radical halogenometilo, halogenosulfonilo, o halogenocarbonilo, a continuación se diazotiza el radical amino libre, y se copula con 1 Mol de un componente azoico de fórmula
- 10.



- o bién 1 Mol de una amina de fórmula (II) primeramente se acila, después se diazotiza el radical amino aún libre y se copula con 1 Mol de un componente azoico de fórmula (III), después se vuelve a disociar el radical acilo y el radical amino liberado se hace reac
- 15.



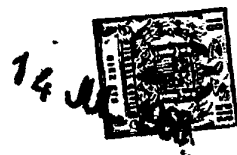
cionar con 1 Mol de un componente reactivo de la serie heterocíclica que, en caso dado, lleve un radical halogenometilo, halogenosulfonilo o halogenocarbonilo.

5. Las aminas de fórmula (II) que entran en consideración son por ejemplo el ácido 4,4'-diamino-1,1'-difenil-3-sulfónico, el ácido 4,4'-diamino-3,3'-dimetil- ó -3,3'-dimetoxi- ó -3,3'-dietoxi-1,1'-difenil-5-sulfónico.

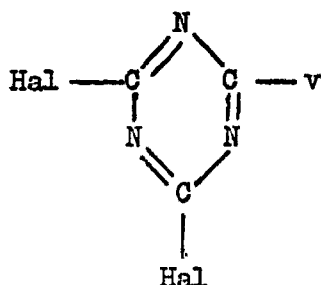
10. Como componentes azoicos de fórmula (III) se han mencionado los siguientes: el ácido 1-fenil-3-metil-5-pirazolon-3'- ó 4'-sulfónico, - el ácido 1-(4'-metilfenil)-, 1-(4'-etilfenil)-, 1-(4'-n-butilfenil)-, 1-(4'-metoxifenil)-, 1-(4'-etoxifenil)-
15. ó 1-(4'-clorofenil)-3-metil-5-pirazolon-3'-sulfónico, el ácido 1-(3'-metilfenil)- ó 1-(3'-metoxifenil)-3-metil-5-pirazolon-4'-sulfónico.

De los componentes reactivos de la serie heterocíclica, que llevan en caso dado un radical halogenometilo, halogenosulfonilo o halogenocarbonilo, entran en consideración en primer lugar aquéllos que contienen en el anillo heterocíclico por lo menos 2 heteroátomos, preferentemente 2 átomos de nitrógeno, por ejemplo aquéllos de la serie diacínica, preferentemente de la serie pirimidínica o de la serie piridazónica, de la serie triacínica, preferentemente de la serie 1,3,5-triacínica, o de la serie quinoxalínica o ftalacínica.

20.
25.
30. Ejemplos de tales componentes reactivos son: el cloruro cianúrico, el bromuro cianúrico,



los productos de condensación primarios de un haluro cianúrico de la composición



5. en la cual Hal significa cloro o bromo y v un resto, en caso dado ulteriormente sustituido de una amina primaria o secundaria alifática, alicíclica, aromática o heterocíclica, o de un compuesto hidroxil alifático, alicíclico, aromático o heterocíclico, especialmente sin embargo el resto de anilina, sus derivados alquílicos, sulfónicos o carboxílicos, de mono, y -
10. dialquilaminas inferiores, así como el resto de amoníaco, 2,4,6-tricloropirimidina y 2,4,6-tribromopirimidina, así como sus derivados que en la posición 5 lleven por ejemplo las substancias siguientes: metilo, etilo, carboximetilo, cloro- ó bromometilo, 5-bromo-
15. mo-2,4,6-tricloropirimidina, 2,4,5,6-tetracloro- ó - 2,4,5,6-tetrabromopirimidina, 2,4-dicloro-5-clorometil-6-metilpirimidina, 2,4-dibromo-5-bromometil-6-metilpirimidina, 2,4-dicloro-5-clorometilpirimidina ó 2,4-dibromo-5-bromometilpirimidina, el cloruro o bromuro de 2,4-dibromopirimidina-5-carboxílico, el cloruro de 2,4-dicloro-6-clorometilpirimidina-5-carboxilo, el cloruro de 2,3-dicloro-quinoxalin-6-carboxilo ó -6-sulfonilo, el cloruro de 2(3)-monocloroquinoxalin-
- 20.



- 6-carboxílo, el cloruro de 1,4-dicloroftalazin-6-carboxílo, el cloruro de 2-clorobenzoxazol-5-, -6- ó -7-carboxílo, ó -5-sulfonilo, el cloruro de 2-clorobenzotiazol-5-carboxílo, el cloruro de 3- ó 4-(4', 5'-dicloro-6'-piridazonil-1')-benceno-1-carboxílo ó el cloruro de 4-(4', 5'-dicloro-6'-piridazonil-1')-propiónilo. La reacción de la amina de fórmula (II) ó del colorante aminomonoazoico con el componente reactivo se efectúa convenientemente en medio acuoso, por ejemplo a temperaturas de 0° hasta 10°C y bajo reacción debilmente ácida, preferentemente a un pH comprendido entre 3 y 6 para los haluros cianúricos. El haluro cianúrico se emplea como tal en forma sólida o disuelto en un disolvente orgánico, por ejemplo en acetona. Para los productos de condensación de un haluro cianúrico se selecciona preferentemente una temperatura de 30° hasta 60° y un pH comprendido entre 4 y 6, mientras que para las tri- y tetrahalógenopirimidinas resultan más adecuadas temperaturas entre 40° y 100°C y un pH de 3 a 9, preferentemente de 4 a 7. Si se han de emplear temperaturas superiores a aproximadamente 40°C entonces es indicado, teniendo en consideración la volatilidad del vapor de agua de algunos halógeno-pirimidinas de trabajar en recipientes cerrados, en caso dado equipados con un refrigerador al reflujo.

Para los haluros de carboxílo de los compuestos heterocíclicos halogenados pueden variar las temperaturas de 0° hasta 100°C, por ejemplo de 0° hasta 50°C, preferentemente 0° hasta 25°C para



- los haluros de 2,4-dihalogenopirimidin-5-carboxilo, de aproximadamente 10° hasta 50°, preferentemente - 20° hasta 30°C para los cloruros de 3- ó 4-(4', 5'-di cloro-6'-piridazonil-1')-bencenocarboxilo y -sulfoni
5. lo, y de aproximadamente 20° hasta 90°C para los clo ruros de halogenoquinaxolin-, -ftalacin-, -benzoxa- zol- ó -benzotiazol-carboxilo, de preferentemente, apro ximadamente 30° hasta 70°C para el cloruro de 2,3-di cloro-quinoxalin-6-carboxilo y -6-sulfonilo. La reac
10. ción se efectua ventajosamente en reacción ligeramen te alcalina, neutra hasta débilmente ácida, preferen temente dentro del margen de pH 7 hasta 3, por ejem plo a 6 hasta 4.

- Para mantener constante el pH duran
15. te la reacción del radical amino con el componente - reactivo se le agrega a la mezcla de reacción, bien al comienzo, un medio aceptor de ácido, tal como por ejemplo acetato sódico o un tampón de fosfato, o du rante la reacción, en pequeñas porciones, carbonato
20. o bien bicarbonato sódico o potásico en forma sólida, pulverizada o como solución acuosa. Como medios de neutralización también son sin embargo adecuadas las soluciones acuosas de hidróxido sódico o potásico. -
25. La adición de reducidas cantidades de un humectador o emulsionador a la mezcla de reacción puede acelerar la reacción. La reacción con los compuestos heterocí clicos halogenados se guía de manera que solo reaccio ne un átomo de halógeno con un átomo de hidrógeno in
30. intercambiable del radical amino. La acilación de la amina de fórmula (II) se efectúa ventajosamente con

74 JUL.



- haluros o anhídridos de ácido alcánico, con clorocarbonatos alquílicos o arílicos, por ejemplo con cloruro o anhídrido acético, propiónico o butírico, con clorocarbonato metílico, etílico ó fenílico, mientras
5. que los haluros de bencenocarboxílo, de alcanosulfónilo, de bencenosulfónilo o de metilbencenosulfónilo son menos adecuados para ello, ya que las carboxílamidas o sulfonamidas, que se forman, se hidrolizan con dificultad. Se trabaja convenientemente en medio
10. acuoso a temperaturas de 0° hasta 100°C en medio débilmente ácido, neutro hasta ligeramente alcalino, - por ejemplo en la zona de pH 4 a 9, preferentemente en la zona de pH 5 a 7. Al emplear anhídridos de ácido se puede realizar por ejemplo la acilización a
15. 50° hasta 80°C, mientras que para los haluros de ácido y los ésteres del ácido clorocarbónico son adecuadas temperaturas de 0° hasta 50°. La diazotización de las aminas, reaccionadas en medio lado, se - puede efectuar directamente en un ácido mineral frío
20. como el hielo, por ejemplo en ácido clorhídrido o sulfúrico al 2 hasta 10%, o indirectamente. En el método indirecto se disuelve la amina, reaccionada en medio lado, con una solución de alcali adecuada, por - ejemplo solución de hidróxido o carbonato sódico, o
25. también en una solución de los correspondientes compuestos potásicos o de litio, a esta solución se agrega la cantidad necesaria de nitrito sódico en forma de polvo o como solución acuosa concentrada y todo ello se vierte el ácido mineral frío como el hielo, preferentemente en ácido clorhídrico o sulfúrico al 2 has
- 30.



- ta 10%. El compuesto diazoico se forma con rapidez y se precipita; se puede aspirar y después volver a suspender en agua de hielo o, en caso dado, después de amortiguar el exceso en ácido, emplear directamente para la copulación con el componente azoico de fórmula (III). La copulación se efectúa convenientemente en medio muy débilmente ácido, neutro hasta alcalino, preferentemente en la zona de pH 5 a 12, aproximadamente por ejemplo de 7 a 10, a temperaturas de 0 hasta 20°C, empleando como aceptores de ácido ventajosamente los carbonatos o bicarbonatos de metales alcalinos, por ejemplo carbonato o bicarbonato sódico. También se pueden emplear otros aceptores de ácido usuales, tales como los acetatos, boratos, fosfatos, silicatos o hidróxidos de los metales alcalinos; sin embargo se ha de tener cuidado de que la reacción fuertemente alcalina de los hidróxidos, silicatos y fosfatos terciarios puede conducir a la descomposición del compuesto diazoico, de que el borax es de solución relativamente difícil y de que los acetatos desarrollan su efecto tampón mejor en zona ácida. Los colorantes así formados se pueden, cuando contienen un radical reactivo, precipitar en forma de sal, en caso dado después de neutralizar su solución, o bien separar con ácido, filtrar, en caso dado lavar y secar. Los colorantes, que contienen un radical acilo, se someten a una hidrólisis. La disociación del radical acilo se puede realizar en medio ácido mineral, por ejemplo en ácido clorhídrico sulfúrico al 2 hasta 10%, a temperaturas de 70° hasta 100°C,



o también preferentemente en medio alcalino, por ejemplo en solución al 2 hasta 10 %, preferentemente al 3 hasta 5 %, de hidróxido sódico o hidróxido potásico, a temperaturas de 80°C hasta temperatura de ebullición de la solución, preferentemente a 90° hasta 95°C.

La introducción del grupo reactivo así como el aislamiento de los colorantes se efectúan según las indicaciones anteriores.

10. Los nuevos colorantes son de buena substantividad, es decir que tienen buena afinidad para las fibras de celulosa, poseen una buena estabilidad al agua dura y compatibilidad con la sal y se disuelven bien en agua, de manera que los teñidos se pueden realizar en una proporción de flota de 1:10 y en algunos casos hasta 1:3 y después del teñido retirar bien por lavado las partes no fijadas.
15. Muestran también una buena estabilidad al hervor en el baño de teñido, son estables a los alcalis y poco sensibles a la reducción. En baño alcalino cubren el rayón de viscosa rayado, y en baño ácido se absorben bien sobre lana, seda y fibras sintéticas de poliamida. Reservan las fibras de poliésteres, las fibras de poliacrílonitrilo, las fibras de cloruro y acetato de polivinilo así como las fibras de polialquileno.
20. Son, por lo tanto, bien adecuados para el teñido de cuero, para el teñido o estampado de lana, seda, fibras sintéticas de poliamida y fibras de celulosa natural o regenerada, por ejemplo, algodón, lino, rayón de viscosa, rayón de cobre-celulosa, así
- 25.
- 30.



- como las mezclas y/o textiles de estas fibras. Las condiciones de aplicación óptimas son distintas según la clase de la fibra y los colorantes que se emplean. Las fibras animales y las fibras sintéticas de poliamida se tiñen o bien se fijan preferentemente en medio ácido, neutro o ligeramente alcalino, por ejemplo en presencia de ácido acético, ácido fórmico, ácido sulfúrico, sulfato amónico, metafosfato sódico, etc.
5. Pero también se puede teñir en medio acético hasta -
10. neutro en presencia de medios igualadores, por ejemplo aminas grasas polioxietiladas o mezclas de las mismas con éteres alquilpoliglicólicos, y al final del teñido amortiguar el baño mediante adición de reducidas cantidades de un medio de reacción alcalino, por
15. ejemplo amoniacal, carbonato o bicarbonato sódico, etc., o compuestos que bajo el calor reaccionen alcalinamente, por ejemplo hexametileno-tetramina, ó úrea, hasta la reacción neutra o ligeramente alcalina. Después se enjuaga a fondo y, en caso dado, se acidifica con algo de ácido acético. Los teñidos brillantes, amarillo hasta amarillo dorado, obtenidos, poseen buena solidez a la luz, una excelente solidez a la luz en estado húmedo y muy buenas solideces al mojado (solidez al agua, al goteo de agua, al lavado,
20. al batanado, al sudor, al frote en húmedo y al sobreteñido ácido); son también muy estables contra los vapores de ácidos, contra el ácido sulfuroso y hasta -
25. contra los ácidos fuertes, tales como ácido sulfúrico, y son sólidos a la limpieza en seco.
30. El teñido y estampado, o bien la



5. fijación de los colorantes sobre fibras de celulosa se efectúa ventajosamente en medio alcalino, por ejemplo en presencia de bicarbonato sódico, carbonato sódico, sosa cáustica, potasa cáustica, metasilicato sódico, borato sódico, fosfato trisódico, amoníaco, etc. Para evitar los fenómenos de reducción se agregan, al teñir o estampar, frecuentemente con ventaja medios de oxidación débiles, tales como 1-nitrobenzeno-3-sulfonato sódico. La fijación de los colorantes en las fibras de celulosa se puede efectuar, según el radical reactivo, bajo calor o también a temperatura ambiente.
10. Los tejidos sobre fibras de celulosa se destacan especialmente por su excelente solidez al mojado. Esto está fundamentado en la formación de un enlace químico estable entre la molécula del colorante y la molécula de la celulosa. Frecuentemente no toda la cantidad de colorante toma parte en la reacción química con la fibra. La parte de colorante no reaccionado se retira de la fibra en estos casos mediante operaciones adecuadas, tales como enjuagado y/o saponificación, en caso dado empleando temperaturas más elevadas, pudiéndose utilizar también detergentes sintéticos, por ejemplo sulfonatos alquilarílicos, -
15. tales como dodecibencenosulfonato sódico, sulfatos alquílicos, tales como cetilsulfato sódico y laurilsulfato sódico, y en caso dado éter alquil-, monoalquilfenil- y dialquilfenil-poliglicólico sulfatado o carboximetilado, tal como el sulfato sódico del éter
20. laurilpoliglicólico
- 25.
- 30.



- Se obtienen teñidos brillantes, -
de fuerte color, amarillos hasta amarillo dorado que
son estables a la luz, excelentemente sólidos a la -
luz en húmedo y de muy buena solidez al mojado (al -
5. agua, al goteo de agua, al lavado, al sudor, al her-
vor con sosa, al alcali, al frote en húmedo y al so-
bretañido ácido). Además poseen muy buena estabili-
dad contra el vapor de ácido, contra el ácido sulfu-
roso y hasta contra los ácidos fuertes diluidos, ta-
10. les como el ácido sulfúrico. También son sólidos a
la limpieza en seco y estables contra los aprestos -
contra las arrugas.

- Los nuevos colorantes se pueden -
emplear también para la obtención de teñidos naranja,
15. marrones o verdes en combinación con otros coloran-
tes reactivos, por ejemplo con colorantes antraquinó-
nicos azules o colorantes azoicos rojos; los teñidos
obtenidos no muestran ningún "dading" catalítico y -
son muy sólidos a la luz en estado húmedo,

20. En los ejemplos siguientes las -
partes y porcentajes son ponderales y las temperatu-
ras se indican en grados centígrados.

Ejemplo 1

25. 26,4 partes de ácido 4,4'-diamino-
1,1'-difeníl-3-sulfónico se disuelven en 1000 partes
de agua y 13 partes de solución al 30% de hidróxido
sódico a 75°. Se agregan 24 partes de 2,4,5,6-tetra-
cloropirimidina y la mezcla de reacción se agita du-
rante 2-3 horas a 75-80°. Mediante adición regular
30. de solución acuosa al 15% de carbonato sódico se man



tiene el pH entre 4 y 5.

Terminada la reacción se precipita el producto de condensación mediante adición de cloruro sódico, se filtra y se lava con solución diluida de cloruro sódico.

5. La torta de filtrado húmeda de ácido 4-amino-4'-(2", 5", 6"-tricloropirimidil-4")-1,1'-difenil-3-sulfónico se disuelve en 3500 partes de agua de 40° y con algo de solución al 15% de carbonato sódico se ajusta el pH entre 7 y 8. Después de agregar una solución acuosa de 7 partes de nitrito sódico se vierte esta mezcla, agitando bien, a una solución enfriada con hielo de 65 partes de ácido clorhídrico al 30% en 250 partes de agua. El compuesto diazótico que se forma se precipita con color rojo ladrillo. Terminada la diazotización se filtra el compuesto diazoico y se agita en 500 partes de agua de hielo. 25 partes de ácido 3-metil-1-fenil-5-pirazolon-4'-sulfónico se disuelven en 250 partes de agua y 13 partes de solución al 30% de hidróxido sódico - bajo reacción neutra. Después de agregar 25 partes de bicarbonato sódico se enfría a 5° y entonces se vierte agitando bien y enfriando lentamente la suspensión diazoica fría como el hielo. Se forma un colorante monoazoico amarillo tirando a rojo.

Terminada la copulación se ajusta la suspensión del colorante, mediante adición de solución al 40% de ácido acético, a un pH de 5,5-6,0, se agregan 500 partes de acetona y se calienta a 60°. Terminada la adición de algo de cloruro sódico se fil



5. tra el colorante amarillo dorado y se lava con solución diluída de cloruro sódico. Se le seca en vacío a 80-90°. El colorante secado representa, después de molturar, un polvo naranja que, en agua, se disuelve con color naranja amarillo.

Instrucciones para el teñido

10. A 40° se introducen 100 partes de satén de algodón mercerizado en un baño de teñido compuesto de 3000 partes de agua descalcificada, 2 partes del colorante arriba descrito, 3 partes de 1-nitrobenzeno-3-sulfonato sódico y 15 partes de carbonato sódico calcinado. La flota se calienta en 30 minutos a 90° y en total se agregan 240 partes de sulfato sódico calcinado en 2 porciones a 55° y 70°. Después de
15. agregar 45 partes de carbonato sódico calcinado se mantiene el baño de teñido aún durante una hora a 90°, el material teñido se extrae, se enjuaga con agua fría y con agua caliente, se saponifica durante 20 minutos a 95-100° con una solución que contiene 0,03% de un
20. éter alquilpoliglicólico carboximetilado y 0,05 % de carbonato sódico calcinado, se vuelve a enjuagar y se seca. Se obtiene un teñido amarillo dorado de muy buena solidez al mojado (al agua, al agua de mar, al lavado, al sudor, al hervor con sosa, al alcali, al
25. ácido, al vapor de ácido, al sobreteñido ácido y al frote en estado húmedo), de buena solidez a la luz y muy buena solidez a la luz en estado mojado, también en combinación con colorantes antraquinónicos azules.

Ejemplo 2

30. 26,4 partes de ácido 4,4'-diamino-



- 1,1'-difenil-3-sulfónico se disuelven en 1500 partes de agua y 13 partes de solución al 30% de hidróxido sódico a 50°. Se agregan 33 partes de ácido -
- 2-fenilamino-4,6-dicloro-1,3,5-triacin-3'-sulfónico
5. y la mezcla se agita durante 2-4 horas a 45-50°. - Agregando igualmente solución al 15% de carbonato sódico se mantiene el pH entre 5 y 6. Terminada la reacción se precipita el producto de condensación - con cloruro sódico, se separa por filtración y se lava con solución diluída, de cloruro sódico.
- 10.

- El residuo de filtración húmedo de 4-amino-4'-(2"-fenilamino-4"-cloro-1",3",5"-triazinil-6"-amino)-1,1'-difenil-3,3"'-disulfonato ácido de sodio se disuelve en 3000 partes de agua de 40° y se -
15. diazotiza según las indicaciones del ejemplo 1.

- 25 partes de ácido 3-metil-1-fenil-5-pirazolon-4'-sulfónico se disuelven neutro en 250 partes de agua y 13 partes de solución al 30% de hidróxido sódico y se mezcla con 25 partes de bicarbonato sódico. Después de enfriar a 5° se vierte la suspensión del compuesto diazoico en agua de hielo. El compuesto diazoico se copula a un colorante monoazoi
20. co de color naranja-amarillo.

- Terminada la copulación se ajusta la solución de colorante, con algo de solución al 40% de ácido acético, a un pH de 6. Se calienta entonces a 80° y el colorante se precipita en forma de sal con cloruro sódico. El colorante se filtra y se lava con solución caliente, diluída, de cloruro sódico. Después de secar y molturar representa un polvo color -
- 25.
- 30.



naranja que, en agua, se disuelve con color naranja-amarillo y tiñe las fibras de celulosa en tonalidades naranja dorado de buena solidez a la luz y muy buenas solidez al mojado.

5. Ejemplo 3

264 partes de ácido 4,4'-diamino-1,1'-difeníl-3-sulfónico se disuelven en 2500 partes de agua de 70° con 133 partes de solución al 30% de hidróxido sódico, bajo reacción neutra. Agitando bien se vierten en el transcurso de aproximadamente una hora, a 70°, 140 partes de anhídrido del ácido acético. Agregando simultáneamente solución al 10% de hidróxido sódico se mantiene el pH entre 6 y 7.

15. Terminada la adición del anhídrido acético se agregan 420 partes de cloruro sódico y se agita en frío. Se precipita así el compuesto acético. El residuo se filtra y se lava con solución al 20% de cloruro sódico. La sal sódica obtenida del ácido 4'-acetilamino-4-amino-1,1'-difeníl-3-sulfónico se puede seguir elaborando como pasta húmeda o se car en vacío a 60-80° en vacío.

20. 30,6 partes de ácido 4'-acetilamino-4-amino-1,1'-difeníl-3-sulfónico se disuelven, en forma de pasta húmeda de su sal sódica, en 2500 partes de agua. Se agrega una solución acuosa de 7 partes de nitrito sódico y esta mezcla se vierte, agitando bien, a una solución enfriada con hielo de 60 partes de ácido clorhídrico al 30% en 250 partes de agua. El compuesto diazoico que se forma precipita con color naranja. Terminada la diazotización se -



- destruye el ligero exceso en ácido nitroso mediante adición de poco ácido aminosulfónico. 28 partes de ácido 3-metil-1-fenil-5-pirazolon-4'-sulfónico se disuelven neutro en 300 partes de agua y 14 partes de solución al 30% de hidróxido sódico y se mezcla con 60 partes de carbonato sódico. La mezcla se enfría a 5° y se vierte la suspensión del compuesto diazoico agitando bien. Se forma un colorante monoazoico amarillo, tirando a rojo. Terminada la copulación se calienta la mezcla a 80° y el colorante monoazoico se precipita de su solución mediante adición de cloruro sódico. Se deja enfriar, el colorante se separa por filtración y el residuo de filtración se lava con solución de cloruro sódico.
5. Para la disociación del radical acetílico se disuelve el colorante húmedo en 1000 partes de agua caliente. Con solución de hidróxido sódico concentrada se ajusta la solución de colorante a un contenido de 3% en volumen de NaOH y se calienta durante una hora a temperatura de ebullición. Terminada la disociación del radical acetílico se neutraliza a 80° el hidróxido sódico en exceso mediante adición de solución al 30% de ácido clorhídrico. Después se precipita el colorante aminoazoico mediante adición de cloruro sódico, se separa por filtración y se lava con solución de cloruro sódico. El colorante amino-
10. monoazoico obtenido se disuelve en 1000 partes de agua y esta solución se vierte a una suspensión fría como el hielo de 16 partes de cloruro cianúrico en 100 partes de agua. Mediante un buen enfriamiento -
15. -
20. -
25. -
30. -



se mantiene la temperatura a 0-3°. Mediante adición igualada de solución al 15% de carbonato sódico se mantiene el pH de la mezcla de reacción entre 5 y 6.

5. Terminada la condensación se precipita totalmente el colorante reactivo obtenido mediante adición de cloruro sódico, se separa por filtración y se lava con solución de cloruro sódico diluida.

10. El colorante se seca en vacío a 40°. Después de molturar representa un polvo color naranja que, en agua, se disuelve con color amarillo tirando a rojo.

Instrucciones de teñido

15. 100 partes de satén de algodón mercerizado se introducen a 25° en un baño de teñido compuesto de 3000 partes de agua y 2 partes del colorante arriba descrito. En el transcurso de los próximos 30 minutos se agregan a la flota de teñido 150 partes de sulfato sódico calcinado en pequeñas porciones y se agita a 25-30° para que todo se disuelva.
20. Ahora se agregan aún 6 partes de carbonato sódico anhidro, en forma de una solución al 20%, y se tiñe aún durante una hora a 25-30°. El material teñido se termina en la forma indicada en el ejemplo 1 y posee
25. las propiedades de solidez allí mencionadas.

Ejemplo 4

30. El colorante aminoazoico, obtenido según las indicaciones en el ejemplo 3 de 30,6 partes de ácido 4'-acetilamino-4-amino-1,1'-difenil-3-sulfónico y 28 partes de ácido 3-metil-1-fenil-5-pirazo



- lon-4'-sulfónico y mediante disociación del radical acetilo, se disuelve en forma de pasta húmeda en 800 partes de agua de 30°. Agitando bien se introducen en porciones 27 partes de cloruro de 2,3-dicloroquinoxalina-6-carboxilo finamente pulverizado. Mediante introducción simultánea de solución al 15% de carbonato sódico se mantiene el pH entre 6 y 7. Terminada la reacción se precipita totalmente el colorante reactivo formado mediante adición de cloruro sódico, se filtra y se lava con solución diluida de cloruro sódico. El colorante se seca en vacío a 60°. Después de molturar representa un polvo naranja que, en agua, se disuelve con color amarillo tirando a rojo. Sustituyendo las 27 partes de cloruro de 2,3-dicloroquinoxalina-6-carboxilo por 31 partes de cloruro de 2,3-dicloroquinoxalina-6-sulfonilo se obtiene un colorante parecido.
- 5.
- 10.
- 15.

La tabla a continuación contienen ulteriores colorantes de fórmula (I) que se obtienen según la presente invención. Estan caracterizados - por los restos R,X, e Y, la posición del resto X y el radical ácido sulfónico en el núcleo fenílico así como por la tonalidad de color del tejido sobre algodón.

20.



T a b l a

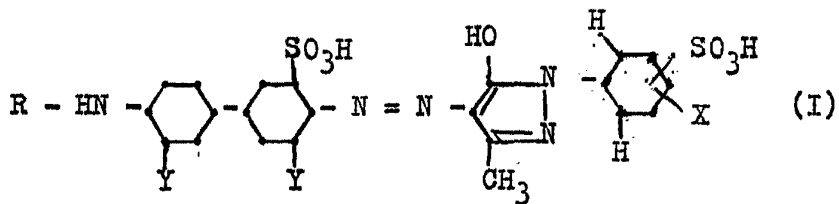
Nº	R= resto de	X		SO ₃ H	Y	Tonalidad de color del - teñido sobre algodón
		Clase	Posición	Posición		
5	2,4,5,6-tetracloro-pirimidina	H	4'	3'	H	Amarillo tirando a rojo
6	"	CH ₃	4'	3'	H	"
7	"	CH ₃	3'	4'	H	"
8	"	Cl	3'	5'	H	"
9	"	OCH ₃	4'	3'	H	"
10	"	OC ₂ H ₅	4'	3'	H	"
11	"	H	3'	4'	CH ₃	Amarillo
12	"	H	3'	4'	OCH ₃	Amarillo tirando a rojo
13	2,4,6-tricloro-pirimidina	H	3'	4'	H	"
14	"	H	4'	3'	H	"
15	2-amino-4,6-dicloro-1,3,5-triacina	H	3'	4'	H	"
16	2-metilamino-4,6-dicloro-1,3,5-triacina	H	3'	4'	H	"
17	Acido 2-fenilamino-4,6-dicloro-1,3,5-triacina	H	3'	4'	H	"
18	Acido 2-(2'-carboxifenilamino)-4,6-dicloro-1,3,5-triacin-5'-sulfónico	H	3'	4'	H	"
19	2-metoxi-4,6-dicloro-1,3,5-triacina	H	3'	4'	H	"
20	Cloruro de 2,3-dicloroquinoxalin-6-carboxilo	H	4'	3'	H	"



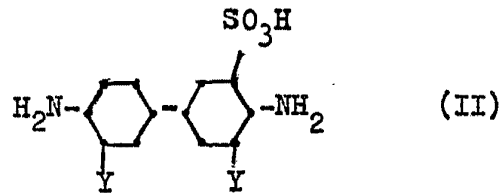
N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo - en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de -
5. modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente - presentada en Suiza con fecha 16 de julio de 1.965,
10. bajo el número 10004/65, acogiéndose por tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia - del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COLORANTES REACTIVOS";
15. caracterizándose por lo siguiente:

1ª.- Procedimiento para la obtención de colorantes reactivos de fórmula

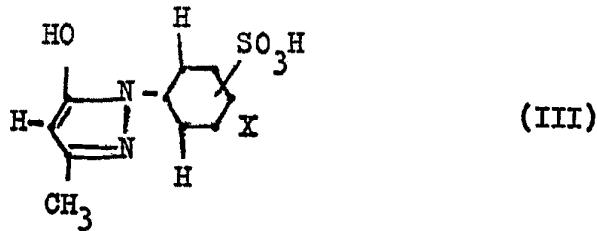


20. en la cual R significa un radical reactivo de la serie heterocíclica, en caso dado ligado a través de -CO-, -SO₂- ó -CH₂-, X hidrógeno, halógeno- alquilo o alcoxi de baja molecularidad e Y hidrógeno, metilo o alcoxi de baja molecularidad, caracterizado porque
25. 1 Mol de una amina de fórmula



o bien se hace reaccionar con 1 Mol de un componente reactivo de la serie heterocíclica, que lleva en caso dado un radical halogenometilo, halogenosulfonilo o halogenocarbonilo, seguidamente el radical amino -

5. aún libre se diazotiza y se copula con 1 Mol de un -
componente azoico de fórmula



o porque 1 Mol de una amina de fórmula (II) primeramente de acila, seguidamente se diazota el radical -

10. amino aún libre y se copula con 1 Mol de un componente azoico de fórmula (III), después se vuelve a di-
sociar el radical acilo y el radical amino liberado
se hace reaccionar con 1 Mol de un componente reactivo
de la serie heterocíclica que lleve en caso dado
un radical halogenometilo, halogenosulfonilo o halo-
15. genocarbonilo.

2ª.- Procedimiento para la obten-
ción de colorantes reactivos; tal y como queda sustan-
cialmente descrito en la presente Memoria.



Esta Memoria consta de veintitres
hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

SANDOZ, A.G., 14 JUL 1966

L. GÓMEZ ACEBO Y MODESTO
P. P. Firmado: F. Hernández Ruiz