



LO SPA

PATENTE DE INVENCION

Ref: Le A 10 260-Sp.

344891

344891

*Memoria Descriptiva*

*sobre:*

"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES REACTIVOS"

-----

*Solicitante:* FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad Alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, ALEMANIA.

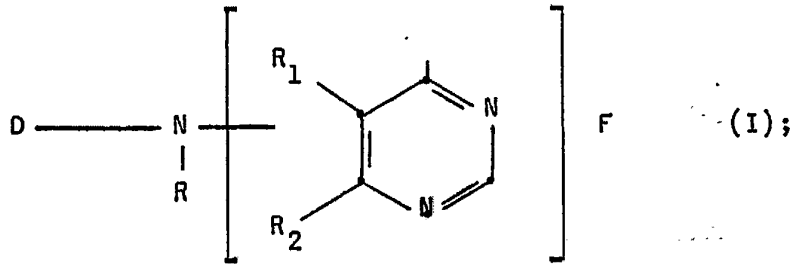
-----

La presente invención se refiere a nuevos colorantes reactivos valiosos de la composición general:

344891



5.



en esta fórmula representan D el resto de un colorante orgánico, R un miembro del grupo consistente en hidrógeno y un grupo alquilo de bajo peso molecular, R<sub>1</sub> un miembro del grupo consistente en hidrógeno y sustituyentes, R<sub>2</sub> un miembro del grupo consistente en hidrógeno, halógeno, restos alquilo, alquenilo, aralquilo y arilo, restos alquilo, alquenilo, aralquilo y arilo sustituidos, grupos de ésteres de ácido carboxílico, grupos de amidas de ácido carboxílico y grupos alquilsulfónicos, y arilsulfónicos, y F un sustituyente de fluor.

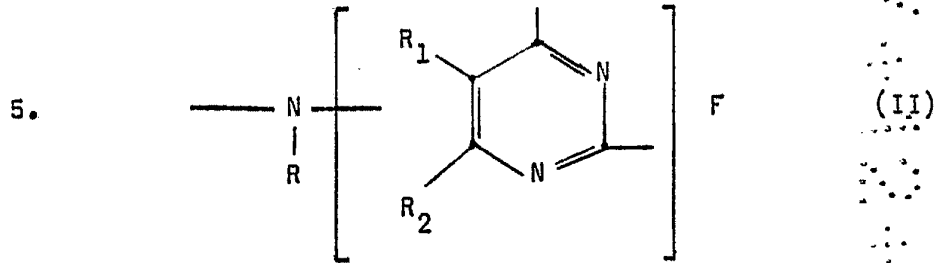
En los colorantes de la fórmula general (I), el grupo N(R) está ligado directamente con un átomo de carbono del anillo de pirimidina en la posición 2 ó 4. En el otro lado, el grupo N(R) está ligado con un anillo aromático del colorante D ya sea directamente o sea por medio de un miembro de puente, tal como -SO<sub>2</sub>- o -CO-, como en el caso de agrupaciones amido, o por medio de un grupo alquileno, un grupo alquileno -CO-, un grupo arileno, arileno-SO<sub>2</sub>- o arileno -CO- o por medio de un anillo de triacina o diacina o mediante un grupo arilenamido sulfonilo. Si tales miembros de puente posteriores contienen sistemas de anillo heterocíclico, como en el caso de restos triacínilo o pirimidínilo, también éstos pueden comprender to





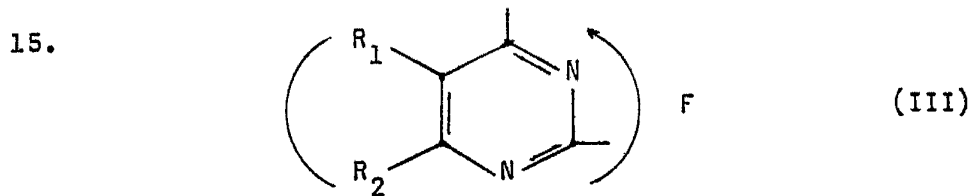
# 344891

Los nuevos colorantes pueden tener el resto



10. una o varias veces en la molécula. Los colorantes con 1 a 2 de tales restos reactivos son preferidos por razones económicas.

Anillos de pirimidina apropiados



20. que tienen por lo menos un sustituyente de fluor (reactivo) dissociable, son, por ejemplo: 2-fluor-4-pirimidinilo, 2,6-difluor-4-pirimidinilo, 2,6-difluor-5-cloro-4-pirimidinilo, 2-fluor-5,6-dicloro-4-pirimidinilo, 2,6-difluor-5-metil-4-pirimidinilo, 2,5-difluor-6-metil-4-pirimidinilo, 2-fluor-5-metil-6-cloro-4-pirimidinilo, 2-fluor-5-nitro-6-cloro-4-pirimidinilo, 5-bromo-2-fluor-4-pirimidinilo, 2-fluor-5-ciano-4-pirimidinilo, 2-fluor-5-metil-4-pirimidinilo, 2,5,6-trifluor-4-pirimidinilo, 5-cloro-6-clorometil-2-fluor-4-pirimidinilo, 2,6-difluor-5-bromo-4-pirimidinilo, 2-fluor-5-bromo-6-metil-4-pirimidinilo,

25.

30.

344891

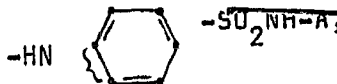


- lo, 2-fluor-5-bromo-6-clorometil-4-pirimidinilo, 2,6-di  
fluor-5-clorometil-4-pirimidinilo, 2,6-difluor-5-nitro-  
-4-pirimidinilo, 2-fluor-6-metil-4-pirimidinilo, 2-fluor  
-5-cloro-4-pirimidinilo, 2-fluor-6-cloro-4-pirimidinilo,  
5. 6-trifluormetil-5-cloro-2-fluor-4-pirimidinilo, 6-tri-  
fluormetil-5-cloro-2-fluor-4-pirimidinilo, 2-fluor-5-ni-  
tro-4-pirimidinilo, 2-fluor-5-trifluormetil-4-pirimidini-  
lo, 2-fluor-5-metilsulfonil-4-pirimidinilo, 2-fluor-5-  
-fenil-4-pirimidinilo, 2-fluor-5-carbonamido-4-pirimidi-  
10. nilo, 2-fluor-5-carbometoxi-4-pirimidinilo, 2-fluor-5-  
-bromo-6-trifluormetil-4-pirimidinilo, 2-fluor-6-carbona-  
mido-4-pirimidinilo, 2-fluor-6-carbometoxi-4-pirimidini-  
lo, 2-fluor-6-fenil-4-pirimidinilo, 2-fluor-6-cian-4-pi-  
rimidinilo, 2,6-difluor-5-metilsulfonil-4-pirimidinilo,  
15. 2-fluor-5-sulfonamido-4-pirimidinilo, 2-fluor-5-cloro-6-  
-carbometoxi-4-pirimidinilo, 2,6-difluor-5-trifluormetil-  
-4-pirimidinilo.

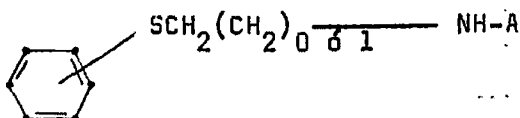
- Del gran número de ligaduras posibles del res-  
to (II) con D es preferida la ligadura directa de los gru-  
20. pos -N(R) con un átomo de carbono de un anillo carbocí-  
clico de D. Miembros de puente apropiados de tal u otra  
índole, bajo inclusión del grupo N(R), son, a título de  
ejemplo (A representa el resto de la fórmula III):  
-NH-A, -N(CH<sub>3</sub>)-A, -N(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)-A, -N(C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)-A, -CONH-A,  
25. -SO<sub>2</sub>NH-A, -CON(CH<sub>3</sub>)-A, -SO<sub>2</sub>N(CH<sub>3</sub>)-A, así como las corres-  
pondientes N-etil y N-propilamidas, -HN-CO-NH-A, -HN-CH<sub>2</sub>-  
CO-NH-A, -N(CH<sub>3</sub>)-CH<sub>2</sub>-CONH-A, -HN-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH-A, -NH-SO<sub>2</sub>-  
30. (CH<sub>2</sub>)<sub>1-3</sub>-NH-A, -NH-CO-(CH<sub>2</sub>)<sub>1-3</sub>-NH-A, -CH<sub>2</sub>-NH-CO-(CH<sub>2</sub>)<sub>1-2</sub>



344891



5.



así como las correspondientes N-alquil (1-3 C) amidas, respectivamente aminas de los referidos compuestos.

10.

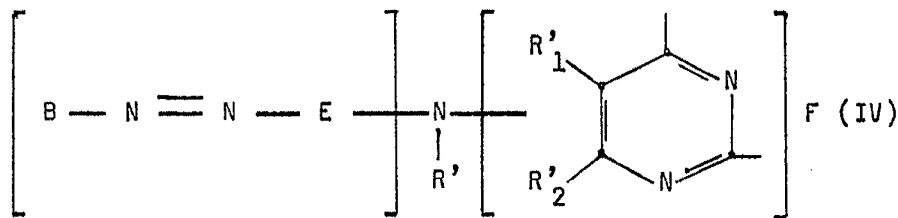
Los nuevos colorantes pueden pertenecer a las más diversas clases, por ejemplo a la serie de los colorantes mono y poliazóicos no metalíferos o metalíferos, a los colorantes azaporfínicos no metalíferos o metalíferos, tales como los colorantes de ftalocianina de cobre, respectivamente de níquel, a los colorantes de antraquinona, de oxacina, de trifenilmetano, a los nitro-colorantes, a los colorantes de azometina, de benzantrona y de dibenzantrona, así como a los compuestos de condensación policíclicos de compuestos de antraquinona, benzantrona y dibenzantrona. Dentro del margen de estas clases de colorantes, entre otros, son particularmente valiosos los colorantes de las siguientes composiciones generales:

15.

20.

1) Los colorantes azóicos

25.



30.

en cuya fórmula B y E representan restos aromáticos, carbocíclicos o heterocíclicos, siendo B particularmente el

344891



19 SEP. 1934

- resto de un componente diazónico carbocíclico de la serie de benzol o de naftalina y E el resto de un componente de copulación enólico o fenólico, por ejemplo de una 5-pirazolona, de una arilamida de ácido acetoacético, de una oxinaftalina o de una aminonaftalina; en lo demás, B y E pueden tener cualesquiera substituyentes usuales en colorantes azóicos, entre ellos también grupos azóicos ulteriores; R' representa un grupo  $-CH_3$  y preferiblemente un átomo de hidrógeno, y R'<sub>1</sub> y R'<sub>2</sub> representan independientemente uno de otro hidrógeno o grupos halógeno.
- 5.
- 10.

- Colorantes particularmente valiosos de esta serie son tales que son solubles en agua, y particularmente tales que contienen grupos de ácido sulfónico y/o de ácido carboxílico. Los colorantes azóicos pueden ser exentos de metales o bien pueden contener metales, siendo, entre los complejos metálicos, de un interés preferido los complejos de cobre, de cromo y de cobalto.
- 15.

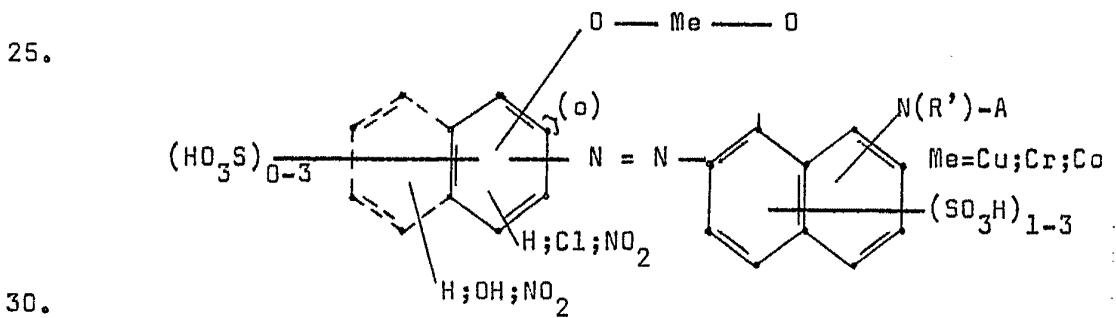
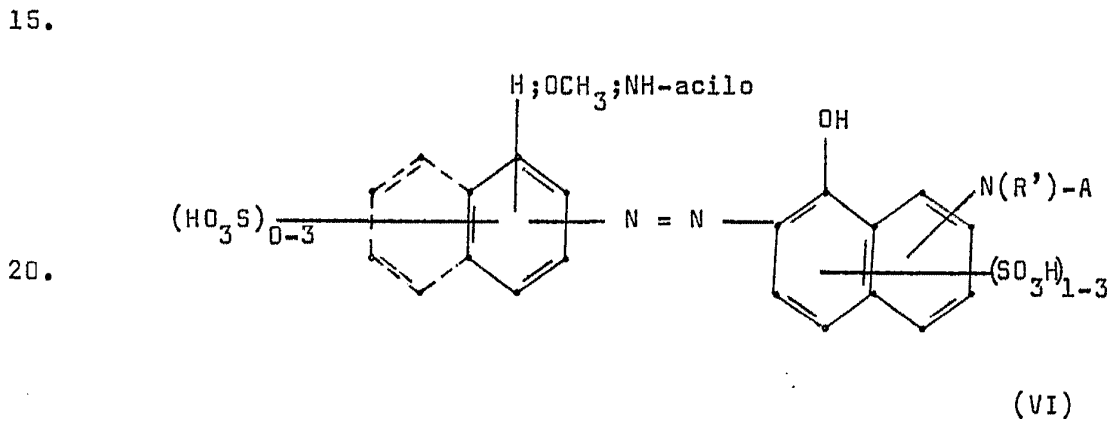
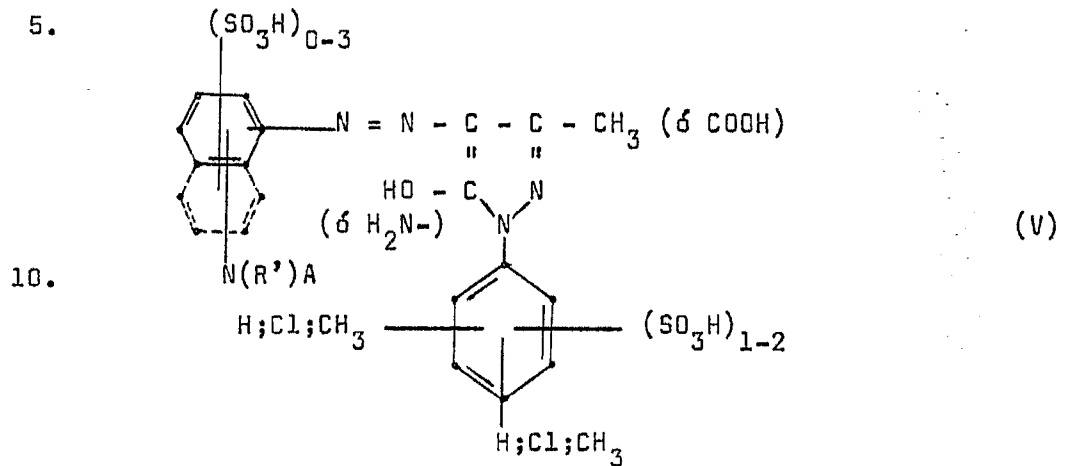
- Colorantes azóicos importantes son por ejemplo tales de la serie de benzol-azo-naftalina, de la serie de benzol-azo-1-fenil-pirazolona, de la serie de benzol-azo-aminonaftalina, de la serie de naftalin-azo-1-fenilpirazolona y de la serie de estilben-azo-benzol, siendo también aquí preferidos los colorantes que contienen grupos de ácido sulfónico. En el caso de colorantes azóicos de complejos metálicos, los grupos ligados con complejos metálicos se encuentran preferiblemente en las posiciones orto con relación al grupo azóico, por ejemplo en forma de agrupaciones o, o'-dihidroxi-azóicas, o-hidroxi-o'-carboxi-azóicas, o-carboxi-o-amino-azóicas y o-hidroxi-o'-amino-azóicas. Tipos particularmente excelentes de coloran-
- 20.
- 25.
- 30.



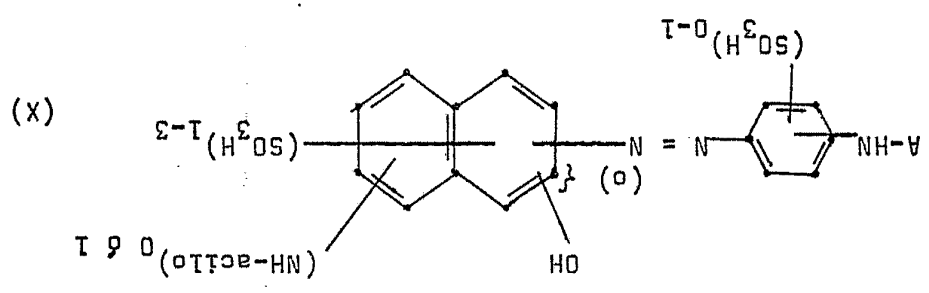
9 SEP. 1967

344891

tes monoazóicos de la clase susceptible de ser obtenida según el invento, están simbolizados por las siguientes fórmulas:

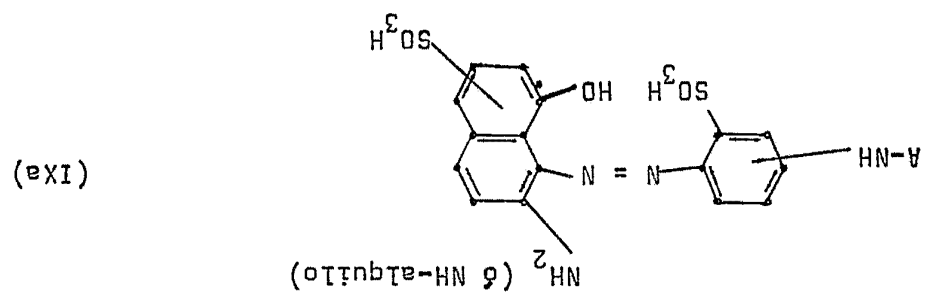


30.



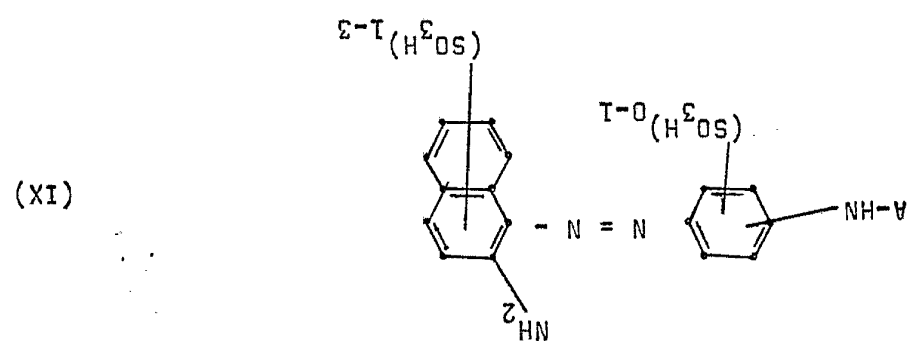
25.

20.

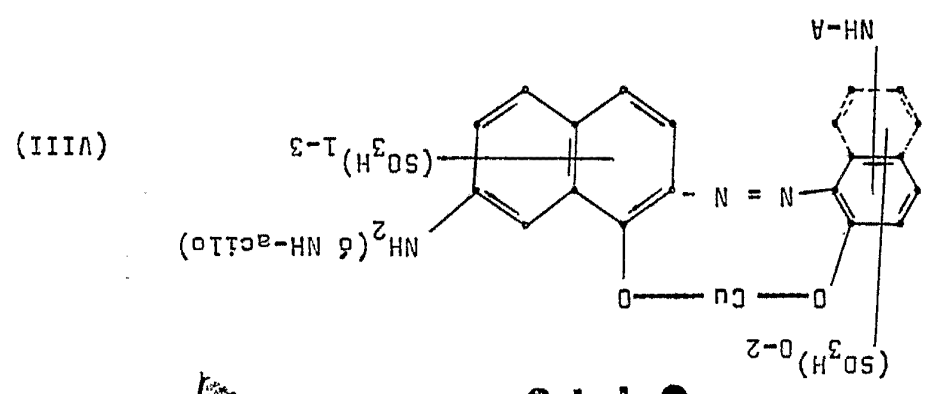


15.

10.



5.



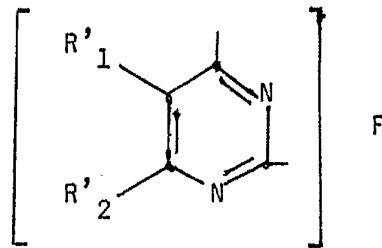
344891

344891



significando (o) la posición orto de los respectivos restos indicados en el núcleo de arilo y representando A el resto de la fórmula

5.



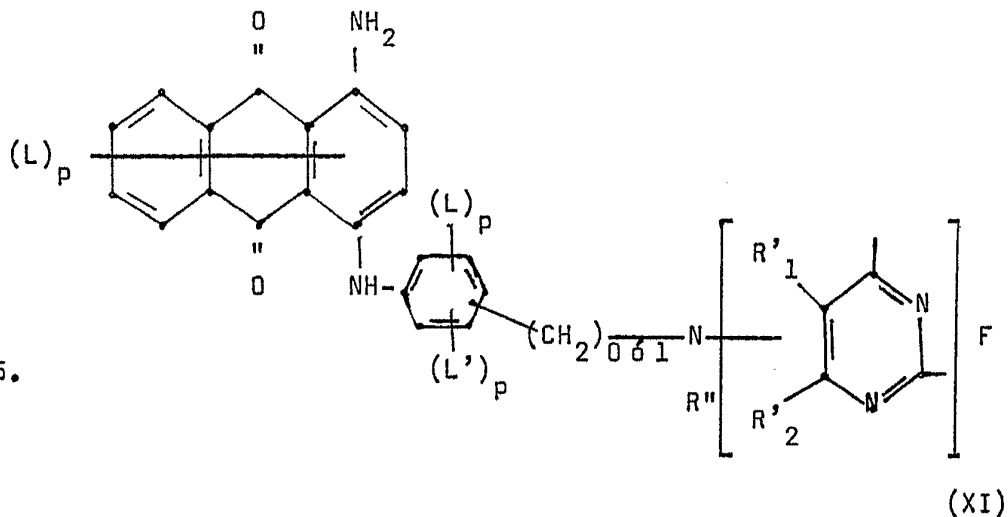
10.

en la cual R'1 y R'2 tienen los significados ya especificados; "acilo" significa un resto acilo y los núcleos dibujados con líneas interrumpidas indican que éstos pueden estar presentes o ausentes.

15.

2) Los colorantes de antraquinona

25.



30.

en cuya fórmula L y L' significan sustituyentes, entre éstos, particularmente grupos de ácido sulfónico, p es un

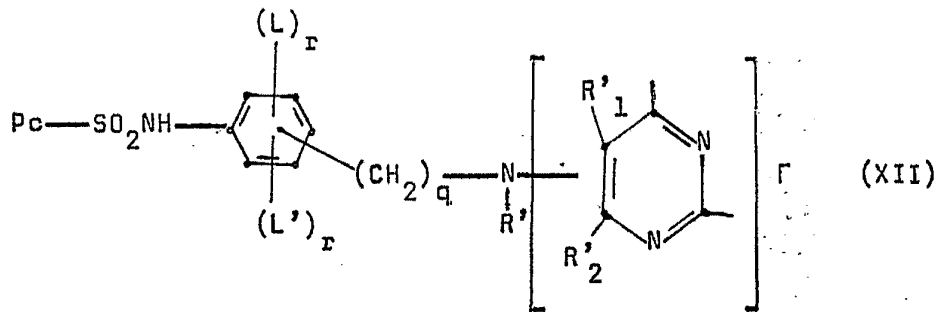
344891



número entero de 0 a 2, R'' representa un grupo metilo o etilo o hidrógeno y R'1 y R'2 independientemente uno de otro hidrógeno o restos de halógeno.

3) Los colorantes de ftalocianina

5.



15.

en cuya fórmula Pc representa el resto de una ftalocianina de níquel o cobre, L y L' representan substituyentes, particularmente grupos de ácido sulfónico, r significa un número entero de 0 a 2 y q el número 0 ó 1, R'1 y R'2 representan independientemente uno de otro, hidrógeno o restos de halógeno. El resto de ftalocianina Pc lleva preferiblemente, como substituyentes ulteriores, 1 a 2 grupos de ácido sulfónico y/o 1 a 2 grupos de amida de ácido sulfónico, tales como -SO2NH2, -SO2NH-alquilo, -SO2N(alquilo)2 y -SO2NH(arilo), representando "alquilo" restos alquilo con 1 a 3 átomos de carbono.

20.

25.

30.

El resumen precedente de una selección de colorantes azóicos, de antraquinona y de azoporfina, así como de anillos de pirimidina F-substituidos, no constituye ninguna limitación de las fórmulas generales, y es decir, ni con respecto a las posibilidades preparativas para la representación de tales colorantes dentro del margen de la fórmula general (I), ni en cuanto a las valiosas propie-

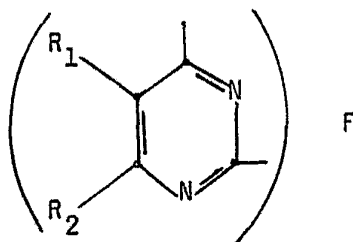
344891



- dades industriales de estos productos se refiere. En lo demás, los nuevos colorantes pueden comprender cualesquiera substituyentes usuales en colorantes, tales como grupos de ácido sulfónico y de ácido carboxílico, grupos sulfonamido y carbonamido que, en el átomo de nitrógeno de la amida pueden estar substituídos ulteriormente, grupos de ésteres de ácidos sulfónico y carboxílico, restos alquilo, aralquilo y arilo, agrupaciones alquilamino, aralquilamino, arilamino, acilamino, nítro, ciano, halógeno, por ejemplo, cloro, bromo, y fluor, hidroxí, alcoxi, tioéster, azo y similares. Los colorantes pueden comprender también agrupaciones ulteriores fijables, tales como los grupos mono o dihalogenotriacilamino, mono, di o trihalogenpirimidinilamino, 2,3-dihalogenquinoxalin-6-carbonilo o 2,3-dihalogenquinoxalin-6-sulfonilamino, 1,4-dihalogen-ftalacin-6-carbonilo o 1,4-dihalogen-ftalacin-6-sulfonilamino, 2-halogen-benzotiazol-5-carbonilo o 5-sulfonilamino, 2-alquilsulfonil-benzotiazol-5-carbonilo o 5-sulfonilamino, 2-arilsulfonil-benzotiazol-5-carbonilo o 5-sulfonilamino, alquilsulfonilpirimidinilo, arilsulfonilpirimidinilo, grupos esterificados de oxalquilamida de ácido sulfónico o grupos oxalquilsulfónicos esterificados, el grupo de sulfofluoruro y los grupos halogenalquilamino, acriloilamino y halogenacilamino o grupos reactivos ulteriores.

Los nuevos colorantes de la fórmula (I) son obtenidos de tal manera que en colorantes o productos previos de colorantes, según procedimientos en sí conocidos, por vía de un grupo amino -N(R)-, se introduce ligado por lo menos un anillo de pirimidina F-substituído

344891



5.

En el caso del empleo de productos previos de colorantes, éstos entonces son transformados en una forma en sí conocida, particularmente por una reacción de diazotación y/o de copulación y/o de condensación, en los colorantes finales deseados, En la citada fórmula (III) representan: R<sub>1</sub> hidrógeno o un sustituyente, y R<sub>2</sub> hidrógeno, halógeno y restos alquilo, alqueniilo, aralquilo, y arilo eventualmente substituídos, grupos de ésteres de ácido carboxílico, grupos de amidas de ácido carboxílico y grupos de alquil y arilsulfonas; F es un átomo de fluor.

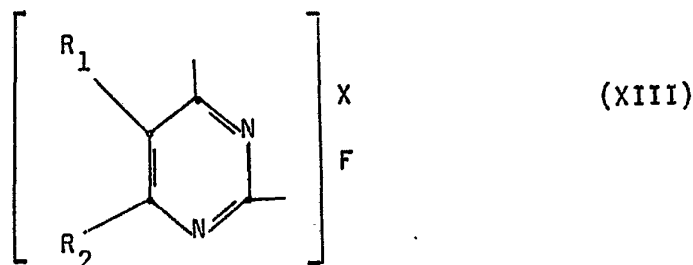
10.

15.

La introducción del resto (III), por vía de un grupo amino -N(R)-, en colorantes o productos previos de colorantes puede ser realizada según diversos métodos preparativos. Así, colorantes o productos previos de colorantes que contienen grupos amino o amido y que llevan un átomo de hidrógeno reactivo en el nitrógeno de la amina, respectivamente amida, se hacen reaccionar con compuestos de la fórmula general

20.

25.



30.

344891



- en la cual  $R_1$  y  $R_2$  tienen los significados arriba indicados, F es un sustituyente de fluor y X representa un resto aniónicamente dissociable, y en el caso de emplearse productos previos de colorantes, éstos se transforman de una manera apropiada en los colorantes finales deseados. Entre los sustituyentes reactivos X dissociables como restos aniónicos, el sustituyente de fluor tiene un interés preferido. Otros restos aniónicamente dissociables de caso en caso apropiados son por ejemplo grupos de amonio cuaternarios, tales como
5.  $\begin{matrix} + \\ -N(CH_3)_3 \end{matrix}$  y  $\begin{matrix} + \\ -N(C_2H_5)_3 \end{matrix}$ .
- 10.

- Compuestos heterocíclicos de pirimidina de la fórmula (XIII), apropiados para la reacción, son por ejemplo
15. 2,4-difluorpirimidina, 2,4-difluor-6-metilpirimidina, 2,6-difluor-4-metil-5-cloropirimidina, 2,4,6-trifluorpirimidina, 2,4-difluorpirimidina-5-etilsulfona, 2,6-difluor-4-cloropirimidina, 2,4,5,6-tetrafluorpirimidina, 2,4,6-trifluor-4-cloropirimidina, 2,6-difluor-4-metil-
20. -5-bromopirimidina, 2,4-difluor-5,6-dicloro o dibromopirimidina, 4,6-difluor-2,5-dicloro o dibromopirimidina, 2,6-difluor-4-bromopirimidina 2,4,6-trifluor-5-bromopirimidina, 2,4,6-trifluor-5-clorometilpirimidina, 2,4,6-trifluor-5-nitropirimidina, 2,4,6-trifluor-5-cianpirimidina,
25. los ésteres metílico y etílico del ácido 2,4,6-trifluorpirimidina-5-carboxílico, amida de ácido 2,4,6-trifluorpirimidina-5-carboxílico, 2,6-difluor-5-metil-4-cloropirimidina, 2,6-difluor-5-cloropirimidina, 2,4,6-trifluor-5-metilpirimidina, 2,4,5-trifluor-6-metilpirimidina,
30. 2,4-difluor-5-nitro-6-cloropirimidina, 2,4-difluor-5-cian

344891



19 SEP. 1967

- pirimidina, 2,4-difluor-5-metilpirimidina, 6-trifluor-5--cloro-2,4-difluorpirimidina, 6-fenil-2,4-difluorpirimidina, 6-trifluor-2,4-difluorpirimidina, 5-trifluormetil-2,4,6-trifluorpirimidina, 2,4-difluor-5-nitropirimidina,
5. 2,4-difluor-5-trifluormetil-pirimidina, 2,4-difluor-5-metilsulfonil-pirimidina, 2,4-difluor-5-fenil-pirimidina, 2,4-difluor-5-carbonamido-pirimidina, 2,4-difluor-5-carbometoxi-pirimidina, 2,4-difluor-6-trifluormetil-pirimidina, 2,4-difluor-5-bromo-6-trifluormetilpirimidina,
10. na, 2,4-difluor-6-carbonamido-pirimidina, 2,4-difluor-6-carbometoxi-pirimidina, 2,4-difluor-6-fenilpirimidina, 2,4-difluor-6-cianpirimidina, 2,4,6-trifluor-5-metilsulfonil-pirimidina, 2,4-difluor-5-cloro-6-carbometoxi-pirimidina, 2,4-difluor-5-sulfonamido-pirimidina.

15. En la reacción de condensación con colorantes, respectivamente productos previos de colorantes que contienen grupos amino o amido, estos derivados de pirimidina reaccionan bajo disociación del resto X, probablemente cada vez en la posición 4. En las fórmulas generales
20. (I), (II) y (IV) hasta (XII), por ello, el anillo de pirimidina está ligado probablemente y preferiblemente por vía de la posición 4 con el resto del colorante que contiene los grupos N(R), N(R').

- Los precitados y ulteriores compuestos de fluorpirimidina aplicables según el invento, por lo general, pueden ser obtenidos bien por reacción de los correspondientes compuestos de cloro o bromo con fluoruros de álcalis, por ejemplo fluoruro de potasio,  $\text{NaHF}_2$ ,  $\text{KSO}_2\text{F}$ ,  $\text{SOF}_3$ ,  $\text{AgF}_2$ , o por reacción de correspondientes compuestos de OH con  $\text{SF}_4$ ,  $\text{COF}_2$ ,  $\text{COClF}$  o fluoruro de cianuro o
- 30.

344891

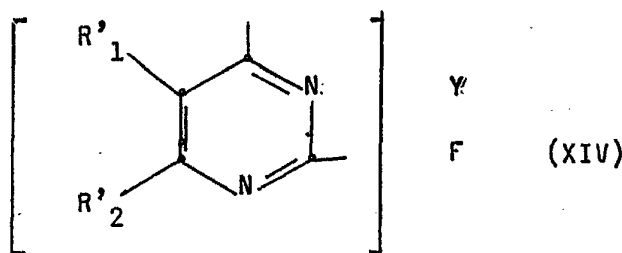
9 SEP. 1967



por calentamiento de correspondientes tetrafluorboratos de diazonio.

Para la reacción según el invento son particularmente preferidos tales componentes reactivos que corresponden a la fórmula

5.



15. en la cual R'<sub>1</sub> y R'<sub>2</sub> representan independientemente uno de otro hidrógeno o restos de halógeno (Cl, Br y F) e Y representa un resto aniónicamente dissociable, particularmente un substituyente de fluor.

20. La reacción de los colorantes que contienen grupos amino o amido o productos previos de colorantes con compuestos heterocíclicos de la fórmula (XIII) es llevada a cabo, según los compuestos de partida empleados, en un medio orgánico, orgánico-acuoso o acuoso a temperaturas de -10°C hasta 100°C, preferiblemente de 0°C hasta 50°C en presencia de medios alcalinos de condensación, tales como soluciones de carbonato de álcali o de hidróxido de álcali.

25. En el caso de emplearse productos intermedios de colorantes, los productos de condensación obtenidos son transformados de una manera en sí conocida en los deseados colorantes finales. Este procedimiento es de un interés preferido para la preparación de colorantes azó

344891



- cos, condensándose primeramente un componente diazótico y/o de copulación que lleva un grupo amino o amido capaz de reaccionar, con el componente reactivo (XIII) o (XIV) y transformándose el producto intermedio obtenido, por diazotación y/o copulación y/o condensación, en un colorante azótico. En éste pueden efectuarse posteriormente reacciones ulteriores de reacción, usuales en colorantes azóticos, por ejemplo reacciones de acilación, condensación, reducción y metalización.
- 5.
10. También en la preparación de otros colorantes, particularmente tales de las series de ftalocianina y de antraquinona, la condensación de un componente reactivo (XIII) o (XIV) puede efectuarse primeramente con un producto intermedio, por ejemplo con m-fenilendiamina, o un ácido sulfónico de m-fenilendiamina, y el producto de reacción obtenido subsiguientemente puede condensarse ulteriormente con un halogenuro de ácido sulfónico de antraquinona o con un halogenuro de ácido sulfónico de cobre o níquel-ftalocianina como para formar un colorante reactivo de ftalocianina.
- 15.
20. Una variante ulterior para la preparación de los nuevos colorantes de la fórmula (I), la cual es aplicable en algunos casos, consiste en que en colorantes o particularmente en productos previos de colorantes que comprenden por lo menos un grupo de la fórmula general
- 25.



344891



5. ácido sulfónico (ulteriores) en los productos, El procedimiento últimamente mencionado tiene a veces una importancia especial en la serie de colorantes de antraquinona y de ftalocianina. Los colorantes de la fórmula (I) que contienen grupos de ácido sulfónico y/o de ácido carboxílico, son preferidos dentro del margen de esta invención.

10. Según el número de las agrupaciones reactivas -HNR que entran en consideración para la reacción, presentes en el resto de colorante o en los productos previos de colorantes pueden incorporarse una o varias agrupaciones de la fórmula general (II) en los colorantes. En la mayoría de los casos, no se sobrepasa el número  $m = 4$ , sin embargo, pueden sintetizarse también colorantes, particularmente tales de una estructura de elevado peso molecular, con más de 4, por ejemplo de hasta 8 agrupaciones de la fórmula (II).

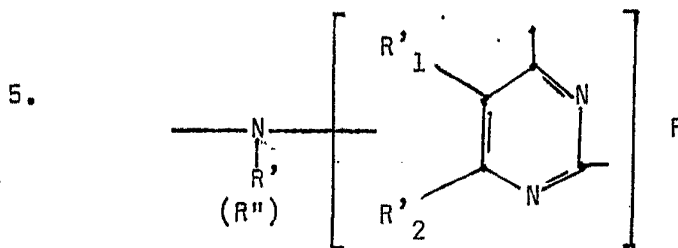
20. Si los colorantes a preparar según la invención contienen grupos formadores de complejos metálicos, éstos pueden transformarse en sus compuestos complejos metálicos por la acción de medios que ceden metales, por ejemplo sales de cobre, níquel, cromo o cobalto. También pueden ser sometidos a otras reacciones de transformación usuales, tales como las reacciones de diazotación, copulación, acilación y condensación.

25. En la reacción de colorantes que contienen grupos amino, con componentes reactivos de la fórmula (XIII) o (XIV) se obtienen grupos de colorantes particularmente preferidos, si se aplican los colorantes de partido conteniendo grupos amino que constituyen la base

344891



se de los colorantes de las fórmulas (IV) hasta (XII) y que comprenden, en lugar del grupo



10. respectivamente del grupo  $-N(R')$ -A, la agrupación  $-N(R')$ -H o  $-N(R'')$ -H.

- En la preparación de colorantes de ftalocianina, puede prepararse primeramente un compuesto de diaminoarilo mono-condensado con el componente reactivo (XIII) ó (XIV) y condensar éste preferiblemente con halogenuros de ácido sulfónico de preferiblemente cobre o níquel-ftalocianina, pudiendo emplearse concomitantemente otros amino-compuestos, tales como amoniacó, amino-compuestos alifáticos y/o amino-compuestos aromáticos, simultánea o subsiguientemente. Por esta vía, se obtienen colorantes de sulfonamidas de ftalocianina, preferiblemente de cobre o níquel-ftalocianina, que contienen cierta proporción de grupos sulfonarilamido que llevan el grupo reactivo, y además cierta proporción de grupos sulfonamido y/o grupos de ácido sulfónico libres. También amidas o aminoarilamidas de ácido sulfónico de cobre o níquel-ftalocianina que, en el caso dado, pueden contener adicionalmente grupos sulfonamido N-substituídos de otra índole y grupos de ácido sulfónico libres, en el grupo amino del resto aminoarilo, pueden ser
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



344891

condensadas con componentes reactivos (XIII) o (XIV) como para formar los nuevos colorantes (I).

- Los nuevos colorantes constituyen productos s $\acute{u}$ mamente valiosos que son apropiados para las m $\acute{a}$ s di
5. versas tareas de aplicaci $\acute{o}$ n. Como compuestos hidrosolubles encuentran un inter $\acute{e}$ s preferido para te $\acute{n}$ ir materiales textiles que contienen grupos hidr $\acute{o}$ xilo y que contienen nitr $\acute{o}$ geno, particularmente materiales textiles de celulosa nativa y regenerada, adem $\acute{a}$ s, materia-
10. les textiles de lana, seda y fibras sint $\acute{e}$ ticas de poliamidas y poliuretanos. Gracias al substituyente o a los substituyentes reactivos de fluor en el anillo de pirimidina, los productos se prestan particularmente bien como colorantes reactivos para te $\acute{n}$ ir materiales de ce-
15. lulosa seg $\acute{u}$ n las t $\acute{e}$ cnicas para ello dadas a conocer en los  $\acute{u}$ ltimos tiempos. Las propiedades de resistencia, particularmente la resistencia a la mojadura, son exce-
- lentes.

- Para te $\acute{n}$ ir celulosa, los colorantes son apli-
20. cados preferiblemente en una soluci $\acute{o}$ n acuosa que puede ser mezclada con sustancias de reacci $\acute{o}$ n alcalina, tales como hidr $\acute{o}$ xido de  $\acute{a}$ lcali o carbonato de  $\acute{a}$ lcali, o con compuestos que se transforman en sustancias de re-
25. acci $\acute{o}$ n alcalina, tales como bicarbonato de  $\acute{a}$ lcali,  $Cl_3C-COONa$ . A la soluci $\acute{o}$ n pueden agregarse sustancias auxiliares ulteriores que, sin embargo, no deben reaccionar con los colorantes en forma no deseada. Tales aditivos son, por ejemplo: sustancias superficialmente activas, tales como sulfatos alqu $\acute{i}$ licos, o sustancias
30. que impiden la migraci $\acute{o}$ n del colorante, o productos



344891

auxiliares de tintorería, tales como úrea, o espesantes indiferentes, tales como emulsiones de aceite en agua, tragacanto, almidón, alginato o metilcelulosa.

- Las soluciones o pastas así preparadas son aplicadas al material a teñir, por ejemplo por impregnación en el Foulard (baño corto) o por estampación, y subsiguientemente son calentadas por algún tiempo a una temperatura elevada, preferiblemente a 40-150°C. El calentamiento puede ser efectuado en el llamado equipo "Hotflue" (de flujo en caliente), en el aparato de tratamiento con vapor, sobre cilindros con calefacción o por introducción en baños calientes concentrados de sal, en uno de estos tratamientos o también en sucesión arbitraria.
5. En el caso de un baño de impregnación o teñidura sin álcali, se agrega una pasada de la mercadería seca por una solución de reacción alcalina, a la cual se agrega sal común o sulfato de sosa, reduciendo esta adición de sal la migración del colorante de las fibras.
10. También puede tratarse el material a teñir previamente con uno de los precitados agentes ligadores de ácidos, tratándose subsiguientemente con la solución o pasta del colorante y efectuándose finalmente la fijación, como se indicó, a una temperatura elevada.
15. Para teñir en baño largo, se introduce el material a teñir en una solución acuosa del colorante (relación de baño 1 : 5 hasta 1 : 40) a la temperatura ambiente y se tiñe durante 40 a 90 minutos, eventualmente bajo un aumento de la temperatura hasta 20-90°C, preferiblemente hasta 30-50°C, bajo adición en porcio-
- 20.
- 25.
- 30.



344891

19 SEP. 1968

- nes de sal, por ejemplo sulfato de sodio, y subsiguientemente de álcali, por ejemplo fosfatos de sodio, carbonato de sodio, NaOH o KOH, con lo que se produce la reacción química entre colorante y fibra. Una vez efectuada la fijación química, el material teñido es enjuagado en caliente y finalmente enjabonado, con lo cual son eliminados los restos no fijados del colorante. Se obtienen teñiduras de excelente resistencia, particularmente a la mojadura y a la luz.
- 5.
10. En el llamado procedimiento de impregnación retardada en frío puede ahorrarse un calentamiento posterior del tejido impregnado, de tal manera que se deja el tejido en reposo durante algún tiempo, por ejemplo de 2 a 20 horas, a la temperatura ambiente. En este procedimiento se agrega un álcali más fuerte que aquél en el procedimiento de teñir en baño largo arriba descrito:
- 15.
20. Para estampar materiales que contienen grupos hidróxilo, se emplea una pasta para imprimir preparada de la solución del colorante, de un agente espesativo, tal como alginato de sodio y de un compuesto de reacción alcalina o de un compuesto que al enfriarse disocia álcali, tal como carbonato de sodio, carbonato de potasio, acetato de potasio y carbonato de sodio o potasio hidrogenado, y se enjuaga el material estampado y se lo jabona.
- 25.
30. Si los colorantes contienen agrupaciones formadoras de complejos metálicos, muchas veces las teñiduras y las estampaciones pueden ser mejoradas en sus propiedades de resistencia mediante un tratamiento pos

344891



terior con medios que ceden metales, tales como sales de cobre, por ejemplo sulfato de cobre, con sales de cromo, cobalto y níquel, tales como acetato de cromo, sulfato de cobalto o sulfato de níquel.

5. Materiales textiles que contienen grupos amido, tales como lana, seda, fibras sintéticas de poliamidas y de poliuretanos, por lo general son teñidos, según métodos para ello usuales, dentro del margen ácido hasta neutro, siendo a veces ventajoso un aumento final del valor pH del baño de teñir, por ejemplo a un pH de 6,5 hasta 8,5.

10. Los colorantes son aplicados, por ejemplo a tejidos sintéticos de poliamidas, como soluciones o preferiblemente en forma dispersada y subsiguientemente son sometidos a un tratamiento posterior, en el caso dado, conjuntamente con (preferiblemente pequeñas cantidades) agentes ligadores de ácidos, tales como carbonato de sodio. Resultados particularmente ventajosos son obtenidos con tales colorantes que no son solubles o son tan solo difícilmente solubles en agua. Estos son elaborados según técnicas en sí usuales y con la adición de las sustancias auxiliares conocidas como para formar una dispersión de colorante y como tal son utilizados en un baño de teñir y/o un baño de impregnación o en una pasta para imprimir. Las sustancias auxiliares apropiadas para esta aplicación son, entre otros, compuestos que impiden la migración del colorante sobre la fibra, tales como éter de celulosa, cloruros de metales alcalinos y sulfatos de metales alcalinos, agentes de humectación, tales como productos de
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

344891

9 SEP. 1967



condensación obtenidos de óxido de etileno y de alcoholes grasos o fenoles, alcoholes grasos sulfonados, disolventes, tales como tioglicol, y además agentes espesativos, tales como almidón, tragacanto, espesativo de alginato, goma arábica, etc.

5. El tratamiento posterior de las teñiduras, impregnaciones y estampaciones obtenidas sobre tejidos de poliamidas, es efectuado preferiblemente a una temperatura de 50 a 110°C y con una duración de 5 a 60 minutos. En el caso de que los colorantes empleados contienen agrupaciones formadoras de complejos metálicos, también aquí pueden mejorarse a veces las propiedades de resistencia de las teñiduras con medios que ceden metales, tales como sales de cobre, por ejemplo sulfato de cobre, y sales de cromo, cobalto y níquel, tales como acetato de cromo, sulfato de cobalto y sulfato de níquel.

10. Las teñiduras susceptibles de obtenerse con los nuevos colorantes se distinguen generalmente por propiedades de resistencia buenas hasta muy buenas, particularmente por una resistencia excelente a la mojadura.

15. Los nuevos productos de la fórmula (I) presentan, en comparación con conocidos colorantes reactivos de una constitución más aproximada comparable que contienen grupos cloro o bromopirimidinilamino, tales como los descritos por ejemplo en las Patentes Belgas Nos. 572.973, 573.299 y 578.742, ventajas esenciales desde el punto de vista de la aplicación técnica. Así, los nuevos colorantes que contienen un resto 2,6-difluor-



344891

5. -5-cloropirimidinilamino o 2-fluor-5,6-dicloropirimidinilamino, en comparación con los tricloropirimidinilamino-colorantes más aproximados comparables, dan sobre algodón y fibras de celulosa regenerada un mejor rendimiento de color y son superiores a los colorantes de comparación en la intensidad de color, cuando se tiñe en baño largo. En contraposición con los conocidos colorantes reactivos de cloropirimidina, los nuevos colorantes reactivos de fluorpirimidina son bien apropiados también para el llamado procedimiento de impregnación retardada en frío para algodón y fibras de celulosa regenerada. En el procedimiento de estampación, los nuevos colorantes pueden ser aplicados para una fijación rápida. La ligadura entre fibra y colorante, en el medio alcalino, muchas veces es más firme que en el caso de los colorantes conocidos.

10. Los nuevos colorantes reactivos de fluorpirimidina, en comparación con los conocidos colorantes de clorpirimidina, se distinguen, además, por el hecho de que sobre algodón dan teñiduras valiosas con buena resistencia al lavado; al batanado y a la cocción. También sobre seda y fibras sintéticas de superpoliamidas y de superpoliuretanos pueden obtenerse teñiduras resistentes a la mojadura.

15. En los siguientes ejemplos, las partes indicadas son partes por partes, siempre que no se indique otra cosa.

EJEMPLO 1

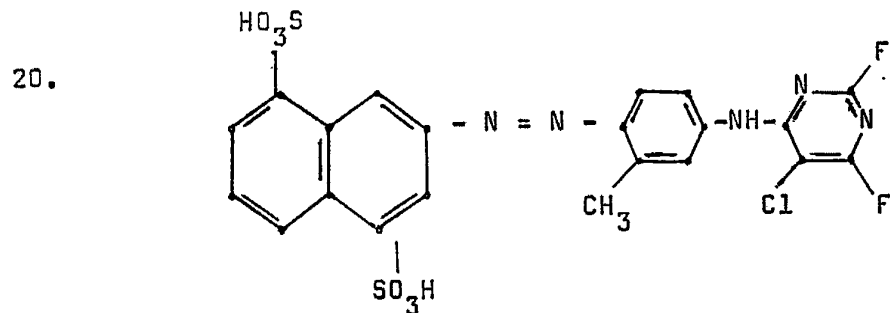
20. Ala solución de 34,7 partes de 2-aminonaftalín-4,8-disulfonato de sodio y de 7 partes de nitrito

30.

344891



- de sodio en 300 partes de agua se agregan bajo enfriamiento con hielo 28 partes por volumen de ácido clorhídrico concentrado y se agita la mezcla durante media hora a 0 - 10°C. Después de haberse eliminado ácido nítrico en exceso, se agregan 10,7 partes de 3-aminotoluol disueltas en 10 partes por volumen de ácido clorhídrico concentrado y 150 partes de agua y se termina la copulación por neutralización de la mezcla al valor pH de 3-5. Se separa con sal el colorante aminoazóico, se lo recoge por succión, se lo lava y entonces vuelve a disolverse en 1400 partes de agua y 200 partes de acetona bajo adición de lejía sódica al valor pH de 7. A esta solución se agregan gota a gota a 20-30°C 19,2 partes de 2,4,6-trifluor-5-cloro-pirimidina y con una solución 2-normal de sosa se mantiene un valor pH de 5,5-6. Una vez terminada la reacción, se separa el colorante formado de la probable fórmula



- con 210 partes de una solución saturada de sal común y se recoge por succión el producto cristalizado en agujas amarillas y se lo lava con una solución al 2 % de NaCl y se lo seca en el vacío a 50°C.
30. Estampándose un tejido de celulosa con una

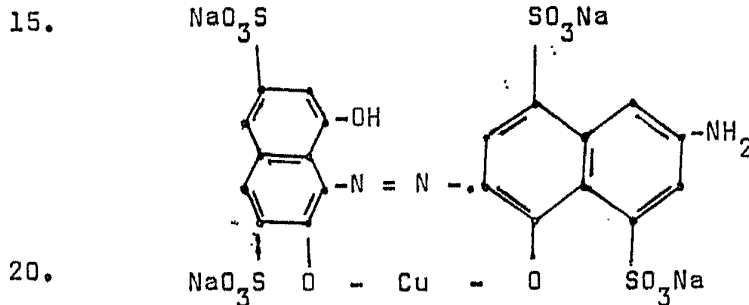
344891



5. pasta de imprimir que por kilogramo contiene 15 g del colorante, 100 g de úrea, 300 ml de agua, 500 g de un espesativo de alginato (60 g de alginato de sodio por kilogramo de espesativo), 20 g de sosa y que se completó con agua hasta 1 kg, secándose el tejido estampado, tratándose con vapor durante un minuto a 105°C, enjuagándose con agua caliente y jabonándose a la temperatura de ebullición, se obtiene un estampado de un color fuerte amarillo tirante al tojo de buena resistencia al lavado y a la luz.

EJEMPLO 2

0,1 mol del compuesto complejo de cobre de la fórmula



25. (preparado según las indicaciones de la Patente alemana No. 1.117.235, por copulación de ácido 1-amino-8(benzol sulfoniloxi)-naftalin-disulfónico -(3,6) diazotado con la cantidad equivalente del ácido 2-acetilamino-5-hidroxinaftalindisulfónico-(4,8) en un medio sosa-alcalino por transformación del compuesto monoazónico en el complejo de cobre por metalización oxidativa con cobre y por hidrólisis del grupo acetilo y del grupo benzolsulfonilo, se disuelve en 2500 partes por volumen de agua

30.

344891



a 60-65°C a un valor pH de 6-6,5 y se mezcla a 20-30°C con 0,12 moles de 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina.

5. Durante la condensación se mantiene un valor pH de 6-6,5 por adición de una solución de carbonato de sodio. Una vez terminada la reacción, se separa el colorante con sal y se lo aísla. El colorante seco forma un polvo oscuro que se disuelve en agua con color azul.

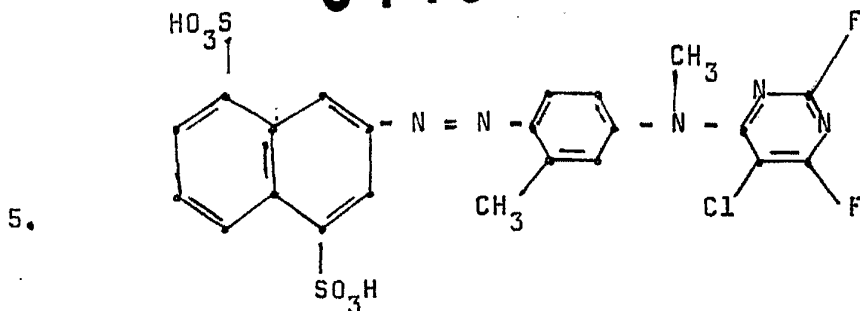
10. 100 partes por peso de un tejido de algodón son impregnadas en el Foulard a la temperatura ambiente con una solución acuosa que contiene un 2 % del colorante, 15 g/l de carbonato de sodio hidrogenado y 150 g/l de úrea, son secadas intermedicamente, calentadas durante 2 minutos a 140°C, luego enjuagadas y jabonadas a la temperatura de ebullición. El tejido así es teñido de un matiz azul muy claro resistente a la mojadura.

### EJEMPLO 3

20. 46 partes del colorante monoazóico obtenido en forma análoga a las indicaciones del Ejemplo 1, por copulación de ácido 2-aminonaftalin-4,8-disulfónico diazotado con 3-metilamino-toluol, se disuelven en 400 partes de agua y 100 partes de acetona a 20-30°C; se agregan gota a gota 20 partes de 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina y se mantiene, con una solución de sosa normal, un valor pH de 6 -7, se continúa la condensación hasta que una prueba en la acidulación deje de mostrar un cambio de matriz. El colorante formado tiene la probable fórmula



344891



10. y es separado con sal, recogido por succión, lavado y secado en el vacío a 30°C.

15. Se impregna un tejido de algodón con una solución de 20-25°C que por litro de baño contiene 20 g del colorante arriba descrito y 0,5 g de un agente humectante no ionógeno (por ejemplo un alcohol olefílico polioxetilado), así como 150 g de úrea y 15 g de bicarbonato de sodio. Subsiguientemente se exprime el tejido entre dos cilindros de goma hasta un contenido de humedad de aproximadamente un 100 %. Después del secamiento intermedio a 50-60°C, se calienta durante 2 minutos a 20. 140°C y se enjuaga la teñidura así obtenida cuidadosamente con agua caliente y se la trata durante 20 minutos a la temperatura de ebullición con una solución que por litro contiene 5 g de jabón de Marsella y 2 g de soda. Después del enjuague y del secamiento se obtiene una 25. teñidura fuerte de amarillo tirante al rojo de buena resistencia a la mojadura, al frotamiento y a la luz.

30. En la siguiente tabla están indicados los componentes diazónicos, los componentes de copulación y los componentes reactivos ligables con el grupo amino, de los cuales en forma análoga a las indicaciones de los

344891



Ejemplos 1 a 3, pueden sintetizarse colorantes cuyos matices - obtenidos según cualquiera de los procedimientos de aplicación descritos - están especificados también en la tabla.

5. Abreviaciones de los componentes reactivos:  
 A = 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina  
 B = 2,4,6-trifluorpirimidina

Ejem- plo No	componente diazónico	componente de copulación	componen te reacti vo.	ma- tiz
10.				
4	ácido 2-aminonaf- talin-4,8-disulfónico	1-amino-2-me toxi-5-metil benzol	A	Amarillo
5	"	"	B	"
15.	6 ácido 1-aminonaf- talin-3,6-disulfónico	1-amino-3-me tilbenzol	A	"
7	"	"	B	"
8	ácido 2-aminonaf- talin-5,7-disulfónico	"	A	"
9	"	"	B	"
20.	10 ácido 2-aminonaf- talin-6,8-disulfónico	"	A	"
11	"	"	B	"
12	ácido 4-aminoazoben- zol-3,4'-disulfónico	"	A	Amarillo parduzco
13	ácido 1-aminobenzol- 4-sulfónico → ácido 1-aminonaftalín-6-sul- fónico	"	B	"
25.	14 ácido 2-(3'-sulfo-4'- aminofenil)-6-metil- benztiazol-7-sulfónico	"	A	Amarillo
30.	15 ácido 2-aminonaftalin- 4,8-disulfónico	1-metilamino- B 3-metoxibenzol		"

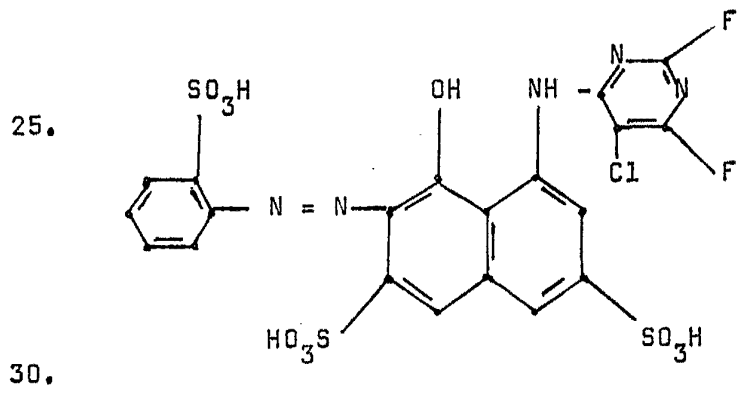


# 344891

Ejem- plo No	Componente diazónico	componente de copulación	componente ma- reactivo	tiz
16	ácido 2-aminonaftha- lin-4,8-disulfónico	1-amino-3-ace til-aminobenzol	A	Amarillo
5. 17	"	anilina	A	"

### EJEMPLO 18

En la solución de 36,5 partes de la sal sódica del ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico en 200 partes de agua se introducen gota a gota a 8 - 10°C 20 partes de 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina y bajo neutralización continuada del ácido fluorhídrico que se libera, se mantiene un valor pH de 5,5-6. Se vigila la reacción cromatográficamente. La solución obtenida del producto de colorante intermedio es introducida en 900 partes de agua y es sometida a la copulación a 0 - 5°C a un valor pH de 7-8 con 17,5 partes de ácido 2-aminobenzolsulfónico diazotado disueltas en 200 partes de agua. A un valor pH final de 6,5 se separa el colorante con 80 partes de sal común, se lo recoge por succión y se lo lava con una solución al 10 % de sal común. Se seca en el vacío a 30-40°C. El colorante





344891

forma agujitas rojas.

- Si se tiñe o se estampa con este colorante un tejido de algodón o de celulosa regenerada según cualquiera de los procedimientos descritos en los Ejemplos 1 a 3, se obtienen teñiduras y estampados claros de rojo tirante al azul de buena resistencia a la mojadura, al frotamiento y a la luz.

Resultados igualmente buenos son obtenidos con el siguiente procedimiento:

10. 50 g de una madeja de algodón son teñidos en 1 litro de baño que contiene 1,5 g del precitado colorante, agregándose dentro de 30 minutos a 20-30°C 50 g de sal común en varias porciones, agregándose subsiguientemente 20 g de sosa y tratándose durante 60 minutos a dicha temperatura. Después de enjuagar, jabonar a la temperatura de ebullición y secar, se obtiene una teñidura de rojo tirante al azul de buena resistencia a la mojadura, al frotamiento y a la luz.

15. En la siguiente tabla está indicados los matices de colorantes ulteriores que fueron sintetizados de los indicados componentes diazóticos, de los componentes de copulación y de los componentes reactivos ligables con el grupo amino en los últimos, en forma análoga a las indicaciones del Ejemplo 18 - o también por reacción de los correspondientes colorantes aminoazóticos con los componentes reactivos - y con los cuales pueden teñirse o estamparse materiales de celulosa según cualquiera de los procedimientos arriba descritos:

20. Abreviaciones de los componentes reactivos como en la tabla pertinente al Ejemplo 3.

25.  
30.

344891



Ejem- plo No	componente diazódico	componente de copulación	compone n	ma- te reactivo	tiz
5.	19 ácido 1-amino-2-sulfónico	ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico	B		rojo
	20 aminobenzol	ácido 1-(3'-aminobenzoil-amino)-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico	A		"
10.	21 "	"	B		"
	22 ácido 1-amino-2-carboxibenzol-4-sulfónico	ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico	A		"
15.	23 ácido 1-amino-4-metilbenzol-2-sulfónico	"	A		"
	24 ácido 1-amino-3-acetilaminbenzol-6-sulfónico	"	B		"
20.	25 ácido 1-amino-3-(2'-/4"-sulfofenil-amino-7-4'-clorotriacín-1',3',5'-il-6')-aminobenzol-6-sulfónico	"	A		"
25.	26 ácido 1-aminobenzol-2-sulfónico	ácido 2-amino-5-hidroxi-naftalin-7-sulfónico	A		anaranjado
30.	26a ácido 1-amino-3-(2'-/4"-sulfofenil-amino-7-4'-metil-amino-triacín-1',3',5'-il-6')-aminobenzol-6-sulfónico	ácido 2-amino-5-hidroxi-naftalin-7-sulfónico	A		"



344891

Ejem- plo No	componente diazótico	componente de copulación	componente reactivo	matiz
5. 27	ácido 1-aminobenzol-2-sulfónico	ácido 2-metil-amino-5-hidroxi-naftalin-7-sulfónico	A	anaranjado
28	ácido 1-amino-4-acetilamino-6-sulfónico	"	A	escarlata
10. 29	"	ácido 2-amino-5-hidroxi-naftalin-7-sulfónico	A	"

EJEMPLO 30

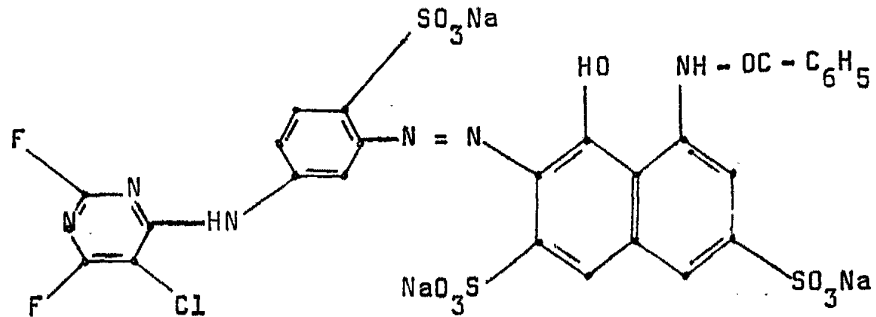
15. A la solución de 21 partes de la sal sódica del ácido 1,3-diaminobenzol-6-sulfónico en 700 partes de agua bajo buena agitación se agregan gota a gota 20,0 partes de 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina y a 20-30°C bajo neutralización continuada del ácido fluorhídrico liberado a un valor pH de 6-7 se sigue agitando, hasta que una prueba en la diazotación y copulación con

20. ácido 1-hidroxinaftalin-4-sulfónico da un matiz claro rojo tirante al amarillo. El producto de colorante intermedio, después de la adición de hielo, es diazotado directamente con 7 partes de nitrito de sodio y 28 partes de ácido clorhídrico concentrado y subsiguientemente

25. es reunido con una solución preparada separadamente de 47 partes de la sal sódica del ácido 1-benzoilamino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico y 12 partes de sosa en 200 partes de agua, con lo cual se produce la copulación formadora del colorante de la fórmula

30.

344891



10. que es separado con sal, recogido por succión, lavado y secado a 30 - 40°C en el vacío. El colorante se disuelve fácilmente en agua con color rojo y da según cualquiera de los procedimientos descritos teñiduras y estampados claros de rojo tirante al azul sobre materia les de celulosa.

15. En la siguiente tabla están indicados los matices y el valor pH del medio de copulación de colorantes que son preparados análogamente a las indicaciones del Ejemplo 30, a partir de un componente diazónico que contiene un grupo amino ulterior preferiblemente acilable, de un componente de copulación y de un componente reactivo ligable con el componente diazónico. Para teñir y estampar materiales de celulosa con los colorantes de la tabla pueden emplearse los procedimientos arriba mencionados.

25. Abreviaciones para los componentes reactivos como en la tabla perteneciente al Ejemplo 3.



344891

Ejem- Componente Componente de Compo pH del me- matiz  
 plo No diazónico copulación nente dio de co- matiz  
 reac- pulación  
 tivo

5.	31	ácido 1,3-diaminoben- zol-4-sul- fónico	ácido 2-amino- naftalin-5,7- disulfónico	A	4 - 5	anaranja do
	32	"	ácido 2-amino- naftalin-3,6- disulfónico	A	4 - 5	"
10.	33	"	ácido 2-amino naftalin-6- sulfónico	B	4 - 5	"
	34	"	ácido 2-N-me- tilamino-8-hi- droxi-nafta- lin-6-sulfónico	A	4 - 5	"
15.	35	"	ácido 1-(3',5',- dicloro-1',2'- tiazol-4'-carbon amido)-8-hidro- xinaftalin-3,6- disulfónico	A	7 - 8	rojo
20.	36	"	ácido 1-(2',4'- dihidroxi-tria- cin-1',3',5'-il- 6'-amino)-8-hidroxi naftalin-3,6-disul- fónico	A	7 - 8	"
25.	37	"	ácido 1-(3',5'- dicloro-1',2'- tiazol-4'-carbon -amido)-8-hidro- xinaftalin-3,6- disulfónico	B	7 - 8	"
30.	38	"	ácido 2-hidroxi naftalin-3,6-di- sulfónico	A	8	escarla- ta



344891

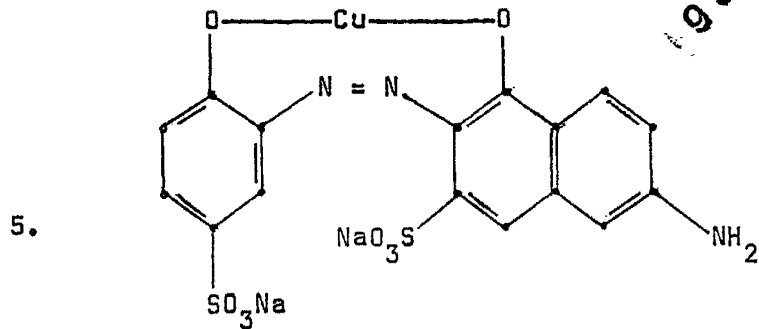
Ejem- plo	Componente No diazónico	Componente de copulación	Compo- nente reac- tivo	pH del me- dio de co- pulación	matiz
5.	39 ácido 1,3-diaminobenzol-4-sulfónico	ácido 1-acetil-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico	B	7-8	rojo
	40 "	1-(3'-sulfofenil)-3-metil-pirazolona-5	A	6	amari- llo
10.	41 "	1-(2',5'-dicloro-4'-sulfofenil)-3-metil-pirazolona-5	A	6	"
	42 "	1-(5',7'-disulfonafetil-2'-)-3-metil-pirazolona-5	A	6	"
15.	43 "	1-(3'-sulfofenil)-3-metil-5-amino-pirazol	B	6	"
	44 ácido 1,4-diaminobenzol-3-sulfónico	ácido 2-amino-8-hidroxinaftalin-6-sulfónico	A	4-4,5	rojo
20.	45 "	ácido 2-acetil-amino-5-hidroxinaftalin-7-sulfónico	A	6-7	escarla ta
25.	46 "	ácido 1-acetilamino-5-hidroxinaftalin-7-sulfónico	B	6-7	rojo

EJEMPLO 47

51,6 partes del colorante de la fórmula

344891

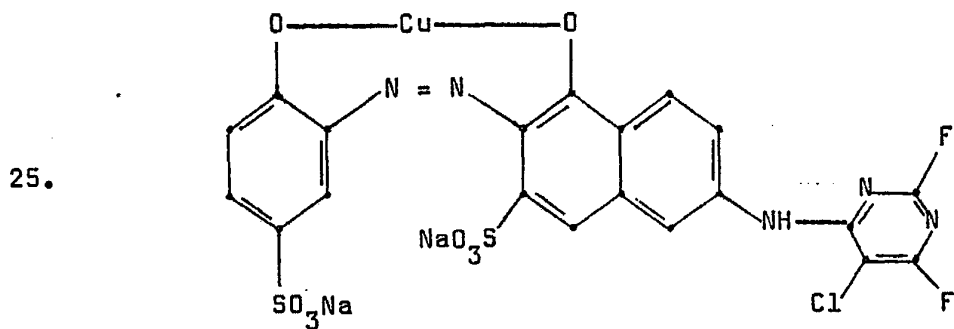
9 SEP. 1967



10. obtenida por diazotación de ácido 1-hidroxi-2-amino-benzol-4-sulfónico y copulación con ácido 2-amino-5-hidroxinaftalín-7-sulfónico en agua / pirimidina en presencia de sosa y por tratamiento subsiguiente con un medio que cede cobre, son disueltas en 1500 partes de agua a un pH de 7. Bajo buena agitación a 20-30°C se agregan

15. gota a gota 20,0 partes de 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina y se neutraliza continuamente el ácido fluorhídrico liberado con una solución de sosa a un valor pH de 6-7. Cuando deja de comprobarse la existencia de

20. algún grupo amino libre, el colorante reactivo formado de la fórmula



30. es separado con sal, lavado y secado en el vacío a 30 -



344891-9 SEP 1951

-40°C. Con este colorante pueden teñirse o estamparse materiales de celulosa según cualquiera de los procedimientos arriba descritos en matices rubí resistentes a la mojadura, al frotamiento y a la luz.

5. En la siguiente tabla están indicados los complejos de metales pesados de colorantes aminoazóicos ulteriores y los componentes reactivos ligados con el grupo amino, así como los matices de estos colorantes sobre materiales de celulosa. La preparación de los colorantes aminoazóicos, de sus complejos y su reacción con los componentes reactivos puede ser efectuada en forma análoga a las indicaciones del Ejemplo 47.

10. Abreviaciones para los componentes reactivos como en la tabla pertinente al Ejemplo 3.

15.	Ejem- plo No	Colorante aminoazóico	metal sado li- gado en el comple- jo.	pg sado li- gado en el comple- jo.	compo nente reac- tivo.	matiz
20.	48	ácido 1-hidroxi-2-amino-benzol-4,6-disulfónico → ácido 2-amino-5-hidroxi-naftalin-7-sulfónico	Cu	A		rubí
25.	49	ácido 1-hidroxi-2-amino-benzol-4-sulfónico → ácido 2-etilamino-5-hidroxi-naftalin-7-sulfónico	Cu	A		"
	50	ácido 1-amino-2-hidroxi-6-nitronaftalin-4-sulfónico → ácido 2-amino-5-hidroxi-naftalin-7-sulfónico	Cu	A		"
30.	51	"	Cr	A		gris tirante al verde

344891



Ejem- plo No	Colorante aminoazóico	metal pe sado li- gado en el comple jo	compo nente reac- tivo.	matiz
-----------------	-----------------------	--	----------------------------------	-------

5.	52	ácido 1-amino-2-hidroxi-6-nitronaftalin-4-sulfónico → ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-4-sulfónico	Co	B	negro <u>ti</u> rante al rojo
	53	1-amino-2-hidroxi-5-metilsulfonil-benzol → ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico	Cu	A	violeta
10.	54	"	Co	A	gris
	55	"	Cr	A	negro <u>ti</u> rante al verde
15.	56	ácido 1-amino-2-metilbenzol-4-sulfónico → 1-amino-2-hidroxi-5-metilbenzol → ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-4,6-disulfónico	Cu	B	azul
	57	"	Co	B	gris
20.	58	"	Cr	A	negro <u>ti</u> rante al verde
	59	(ácido 1-amino-2-clorobenzol-4-sulfónico → 1-hidroxi-2-acetilaminobenzol), saponificado → ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico	Cu	A	azul ma- rino
25.	60	"	Co	A	gris
	61	ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-4-sulfónico ← ácido 1-hidroxi-2,6-diaminobenzol-4-sulfónico → 1,3-dihidroxibenzol	Co	A	negro
30.					

344891



Ejem- plo No	Colorante aminoazóxico	metal pe sado li- gado en el comple jo.	comp nente reac- tivo	matiz
-----------------	------------------------	---	--------------------------------	-------

- |    |    |   |    |   |       |
|----|----|---|----|---|-------|
| 5. | 62 | ácido 1-amino-8-hidroxi-<br>naftalin-3,6-disulfónico<br>← ácido 1-hidroxi-2,6-<br>diaminobenzol-4-sulfóni-<br>co → 2-hidroxinaftalina | Co | A | negro |
|    | 63 | ácido 1-amino-8-hidroxi-<br>naftalin-4-sulfónico ←<br>ácido 1-hidroxi-2,6-diami<br>nobenzol-4-sulfónico →<br>3-metil-pirazolona-(5)   | Co | A | "     |

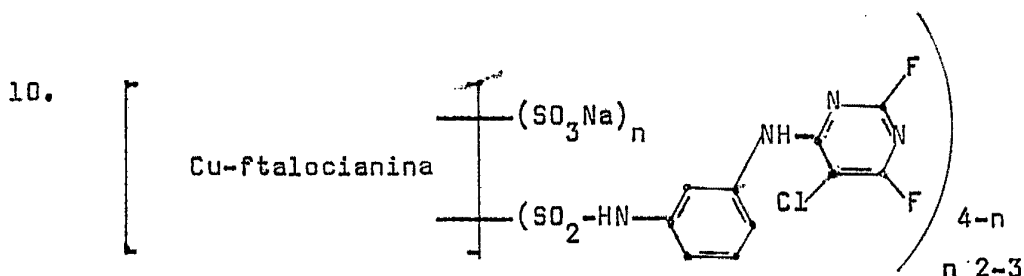
EJEMPLO 64

15. 96 partes (calculadas sobre mercadería al 100 %) del tetrasulfocloruro de Cu-ftalocianina recién preparado en la forma usual por la acción de ácido clorosulfónico y de cloruro de tionilo sobre fta locianina de cobre, o del tetrasulfocloruro de Cu-ftalocianina isómero sintetizado a partir de ácido 1-sulfo-benzol-3,4-dicarboxílico por vía del correspondiente ácido tetrasulfónico de Cu-ftalocianina, en forma de la torta de filtración por succión, húmeda y bien lavada, son suspendidas en 500 partes de agua y 500 partes de hielo, agregándose la solución de 50 partes de 1,3-diaminobenzol en 500 partes de agua y ajustándose el pH con sosa a 8,5. Se agita la suspensión durante 24 horas a la temperatura ambiente y, por adición continua da de sosa, se mantiene el pH siempre a 8,5. El producto de condensación formado es precipitado al valor pH de 1 a 2 por adición de sal común, es recojido por suc-
- 20.
- 25.
- 30.



# 344891

5. ción, lavado y entonces nuevamente disuelto en 1000 partes de agua en condición neutra. En la solución azul se introducen bajo agitación intensiva 57 partes de 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina y, bajo neutralización continuada con una solución de sosa al pH de 6, se agita a 20 - 30°C hasta que deja de comprobarse la existencia de algún grupo libre. El colorante reactivo así obtenido de la fórmula



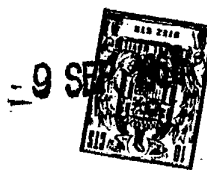
15. es separado con sal, lavado y secado a 30 - 40°C en el vacío. El mismo forma un polvo azul oscuro soluble en agua con color azul y tiñe algodón y celulosa regenerada, según cualquiera de los procedimientos de teñir o estampar arriba mencionados, en matices claros azules de buena resistencia a la mojadura, al frotamiento y a la luz.

20.

25. En lugar de las 96 partes de tetrasulfocloruro de Cu-ftalocianina - en los demás, con igual modo operativo que en el Ejemplo 64 - pueden aplicarse también 87 partes (calculadas sobre mercadería al 100 %) del trisulfocloruro de Cu o Ni-ftalocianina, obtenido por la acción de ácido clorosulfónico sobre Cu o Ni-ftalocianina, en forma de una torta de filtración a succión, húmeda y bien lavada con agua helada; entonces

30. se obtiene también un colorante reactivo que tiñe con

344891



un color claro azul.

- También si se trabaja según lo indicado en el Ejemplo 64, pero si se parte de 87 partes de trisulfocloruro de Cu-ftalocianina y, en lugar de las 50 partes de la sal sódica del ácido 1,3-diaminobenzol-4-sulfónico, se aplican 90 partes de la sal sódica del ácido 4,4'-diamino-difenil-2,2'-disulfónico o 90 partes de la sal sódica del ácido 4,4'-diamino-estilbeno-2,2'-disulfónico, se obtienen colorantes reactivos que tiñen materiales de celulosa según cualquiera de los procedimientos arriba descritos en matices claros azules resistentes a la mojadura, al frotamiento y a la luz.

- Partiéndose de la 4', 4'', 4''', 4''''-tetrafenil-Cu-ftalocianina, después de la sulfocloración y de la reacción con 1,3-fenilendiamina y después de la acilación con 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina, se obtiene un colorante reactivo que tiñe materiales de celulosa, en presencia de agentes ligadores de ácidos, en matices claros verdes resistentes a la mojadura y a la luz.

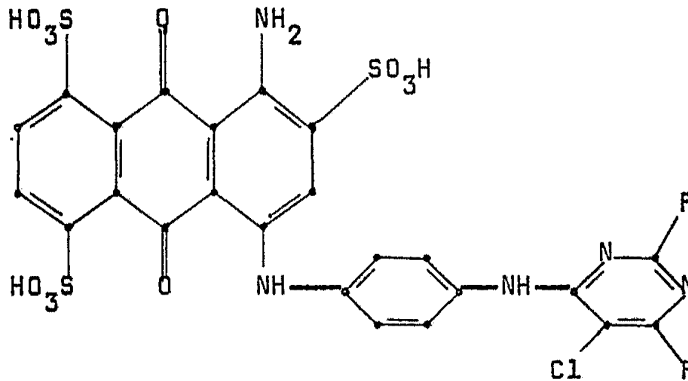
#### EJEMPLO 65

- 63 partes de ácido 1-amino-4-(4'-aminofenil)-amino-antraquinon-2,5,8-trisulfónico se disuelven en 630 partes de agua; se ajusta la solución con lejía sódica al valor pH de 6; entonces a 0 - 5°C se agregan gota a gota 18 partes de 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina y, con una solución de sosa, se mantiene el valor pH a 6 - 6,5. Una vez terminada la reacción, se separa el colorante con 7 partes de cloruro de potasio, se re



344891

coge por succión y se lava con una solución al 3 % de cloruro de potasio. El colorante que se precipita en forma de agujitas verdes azuladas, es secado en el vacío a 30 - 40°C. El mismo tiene probablemente la siguiente fórmula



15.

y tiñe algodón en matices azules tirantes al verde.

EJEMPLO 66

Si se procede según se ha indicado en el Ejemplo 47, pero, en lugar del colorantes amino-monoazóico conteniendo cobre ahí empleado, se parte de la cantidad equivalente del complejo de cromo del colorante aminoazóico obtenido por copulación del ácido 1-amino-2-hidroxi-3-clorobenzol-5-sulfónico con 1-[3'-(3''-aminofenil)]-7-sulfonilimido-sulfonil-fenil-3-metil-pirazolona-(5), se obtiene un colorante reactivo que tiñe materiales de celulosa según cualquiera de los procedimientos arriba indicados en matices amarillos parduzcos de buena resistencia a la mojadura, al frotamiento y a la luz.

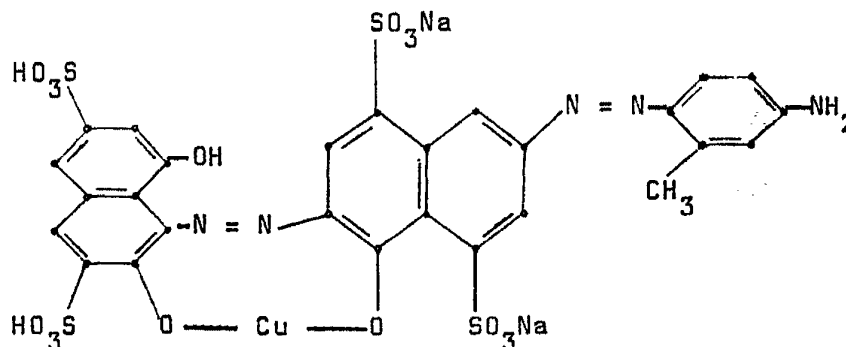
30.



# 344891

## EJEMPLO 67

0,1 mol del compuesto complejo de cobre de la fórmula



- se disuelve en 3000 partes por volumen de agua a un pH de 6, y bajo agitación a una temperatura de 20 - 30°C
15. se mezcla la solución con 16,8 partes por peso (0,1 mol) de 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina y con una solución de carbonato de potasio 2-normal se mantiene el valor pH de 6. Se agita la mezcla hasta que haya terminado la condensación, se separa el colorante por adición de un poco de cloruro de sodio y se lo aísla. Se lava el residuo con acetona y se lo seca a la temperatura ambiente bajo presión reducida, Se obtiene un polvo oscuro que se disuelve en agua con color verde y que tinte algodón en matices verdes según los modos operativos indicados en los Ejemplos 1 a 3.
- 20.
- 25.

Se impregna algodón con una solución de 20 - 25°C que por litro de baño contiene 25 g del colorante arriba descrito y 0,5 g de un agente humectante no ionógeno (por ejemplo un alcohol oleílico polioxetilado), 150 g de úrea y 20 g de carbonato de sodio. Subs

30.



# 344891

- guntamente se exprime el tejido entre dos cilindros de goma hasta un contenido de humedad de aproximadamente un 100 %. Después del secamiento intermedio a 50 - 60°C, se calienta durante 2 minutos a 140°C y se enjuaga la teñidura cuidadosamente con agua caliente y se la trata entonces durante 20 minutos a la temperatura de ebullición con una solución que por litro contiene 5 g de jabón de Marsella y 2 g de sosa. Después del enjuague y del secamiento se obtiene una teñidura de verde de buena resistencia a la mojadura, al frotamiento y a la luz.

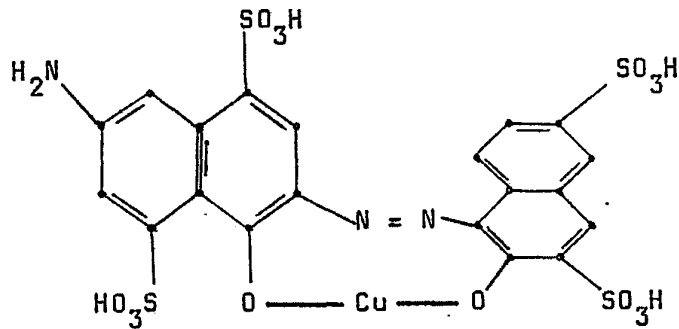
También según uno de los demás procedimientos de teñir o de estampar descritos en los Ejemplos 1 a 3, 18 y 30, se obtienen sobre materiales de celulosa matices claros verdes de buenas propiedades de resistencia.

### EJEMPLO 68

0,1 mol de la pasta del compuesto aminoazóico de la fórmula

20.

25.



30.

obtenido por copulación del compuesto de diazonio a partir del ácido 6-acetamino-2-aminonaftalin-4,8-disulfónico



344891

9 SEP. 1964

co con el ácido 6-oxinaftalin-3,6-disulfónico y por sa  
ponificación y por transformación del compuesto monoa-  
zóico en el complejo de cobre, se disuelve en 2000 par  
tes por volumen de agua al pH de 6,5 y se mezcla con  
5. 20 partes por peso de 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidi-  
na. Se agita la mezcla de reacción a 20 - 30°C hasta  
que se haya terminado la condensación, manteniéndose  
el valor pH de la solución de reacción a 6 - 7 por a-  
dición de una solución de soaa. Una vez terminada la  
10. reacción, el colorante es separado con sal, aislado y  
secado en el vacío.

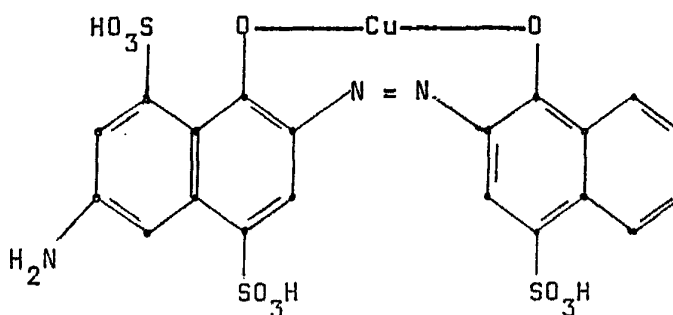
El colorante seco forma un polvo oscuro que  
se disuelve en agua con color violeta y tiñe algodón  
en presencia de álcali en matices violetas tirantes al  
15. azul.

EJEMPLO 69

La solución acuosa de 0,1 mol del complejo  
de cobre de la fórmula

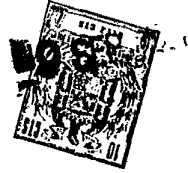
20.

25.



preparado según las indicaciones de la Patente alemana  
No. 1.061.460, respectivamente No. 1.085.988, se hace  
30. reaccionar en forma usual con 22 partes por peso de

344891



2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina. Por adición de sosa se mantiene el valor pH a 6 - 7, una vez terminada la reacción, se aísla el colorante por separación con sal. En estado seco, el mismo forma un polvo oscuro que se disuelve en agua con color violeta y tinte tejidos de algodón en matices violetas resistentes a la luz y a la mojadura.

5.

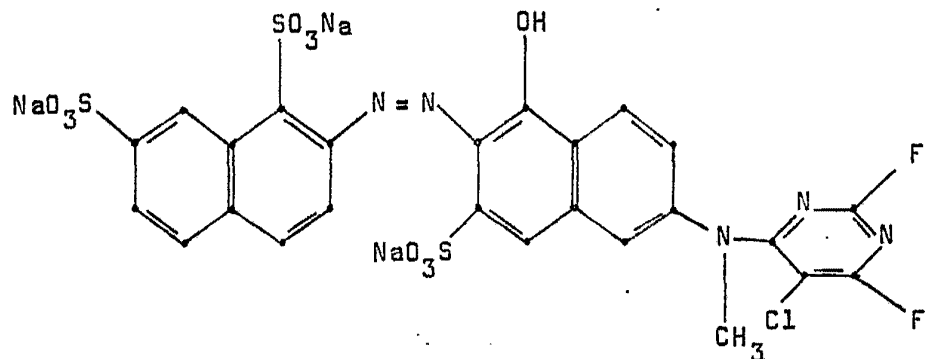
EJEMPLO 70

10. 27,5 partes de 2-metilamino-5-hidroxi-naftalín-7-sulfonato de sodio se disuelven en 150 partes de agua, se mezcla la solución con 20 partes de 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina y se agita la mezcla a 30°C bajo neutralización continuada del ácido fluorhídrico formado con en total 34 partes por volumen de una solución al 16 % de sosa a un pH de 6 - 7. Al cabo de poco tiempo la acilación ha terminado, el valor pH es de 6 y no cambia.

15.

20. Entonces se agregan 30 partes de bicarbonato de sodio y a 20°C dentro de 15 minutos se agrega gota a gota la suspensión diazónica de 34 partes de la sal disódica del ácido 2-amino-naftalín-1,7-disulfónico en 200 partes de agua. El colorante reactivo de color anaranjado inmediatamente formado de la fórmula

25.



344891



después de la agitación durante una hora, por adición de 80 partes de sal común, es separado totalmente, aislado por filtración, lavado con una solución diluída de sal común y secado en el vacío a 35°C. El mismo tipo de materiales de celulosa según los procedimientos arriba indicados en matices anaranjados tirantes al rojo.

En forma análoga se obtienen colorantes reactivos anaranjados hasta rojos por acilación de los ácidos aminonaftolsulfónicos indicados en la columna 3 de la siguiente tabla, con 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina y por copulación de los ácidos acilamino-naftolsulfónicos formados con los componentes diazóticos citados en la columna 2.

15.	Ejem- plo No	componente diazótico	ácido aminonaftol- sulfónico	matiz so- bre algodón
	71	ácido 2-aminonaf- talin-1,7-disul- fónico	ácido 2-etilamino-5- hidroxi-naftalín-7- sulfónico	anaranjado
20.	72	"	ácido 2-(β-hidroxi- etilamino)-5-hidroxi- naftalin-7-sulfónico	"
	73	"	ácido 2-amino-5-hidro- xinaftalin-7-sulfóni- co	"
25.	74	"	ácido 2-amino-5-hidro- xinaftalin-1,7-disul- fónico	"
	75	"	ácido 2-amino-8-hidro- xinaftalin-6-sulfóni- co	escarlata
30.	76	"	ácido 2-amino-8-hidro- xinaftalin-3,6-disul- fónico	"

344891



Ejem- plo No	componente diazóico	ácido aminonaftol- sulfónico	matiz sobre algodón	
5.	77	ácido 2-aminonaf- talin-1,5-disul- fónico	ácido 2-metilamino-5- hidroxinaftalin-7-sul- fónico	anaranjado
	78	"	ácido 2-etilamino-5-hi- droxinaftalin-7-sulfó- nico	"
	79	"	ácido 2-(β-hidroxietil- amino)-5-hidroxinafta- lin-7-sulfónico	"
10.	80	"	ácido 2-amino-5-hidroxi- haftalin-7-sulfónico	"
	81	"	ácido 2-amino-5-hidroxi- naftalin-1,7-disulfóni- co	"
15.	82	"	ácido 2-amino-8-hidroxi- naftalin-6-sulfónico	escarla- ta
	83	"	ácido 2-amino-8-hidroxi- naftalin-3,6-disulfóni- co	"
20.	84	ácido 2-aminonaf- talin-1,5,7-tri- sulfónico	ácido 2-amino-5-hidroxi- naftalin-7-sulfónico	anaranja- do
	85	"	ácido 2-metilamino-5- hidroxinaftalin-7-sul- fónico	"
	86	"	ácido 2-amino-8-hidro- xinaftalin-6-sulfónico	escarlata
25.	87	ácido 2-amino- benzolsulfónico	ácido 2-metilamino-5- hidroxinaftalin-7-sul- fónico	anaranjado
	88	"	ácido 2-(β-hidroxietil- amino)-5-hidroxinaftalin -7-sulfónico	"
30.	89	"	ácido 2-amino-8-hidroxi- naftalin-6-sulfónico	escarlata



344891

98

Ejem- plo No.	Componente diazóico	ácido aminonaftol- sulfónico	matiz so- bre algodón	
5.	90	ácido 2-amino- benzolsulfónico	ácido 2-amino-8-hidro xinaftalin-3,6-disul- fónico	escarlata
	91	"	ácido 2-amino-5-hidro xinaftalin-1,7-disul- fónico	anaranja- do
	92	ácido 2-aminonaf talin-1-sulfónico	ácido 1-amino-8-hidro xinaftalin-3,6-disul- fónico	rojo ti- rante al azul
10.	93	"	ácido 1-amino-8-hidro xinaftalin-4,6-disul- fónico	"
	94	ácido 2-aminonaf talin-1,5-disulfó nico	ácido 1-amino-8-hidro xinaftalin-3,6-disul- fónico	"
15.	95	"	ácido 1-amino-8-hidro xinaftalin-4,6-disul- fónico	"
	96	"	ácido 1-amino-8-hidro xinaftalin-6-sulfónico	"
	97	ácido 2-aminonaf talin-1,7-disul- fónico	ácido 1-amino-8-hidro xinaftalin-3,6-disul- fónico	"
20.	98	"	ácido 1-amino-8-hidro xinaftalin-4,6-disul- fónico	"
	99	"	ácido 1-amino-8-hidro xinaftalin-6-sulfónico	"
25.	100	ácido 2-aminonaf talin-1,5,7-tri- sulfónico	"	"
	101	ácido 1-amino-4- clorobenzol-2- sulfónico	ácido 1-amino-8-hidro xinaftalin-3,6-disul- fónico	"
30.				

344891

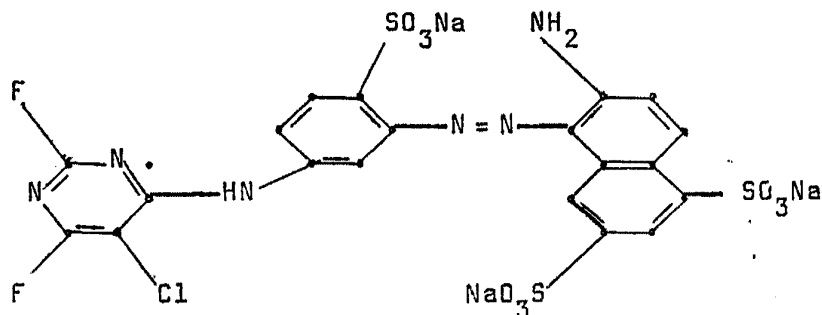


Ejem- plo No.	Componente diazóico	ácido aminonaftol- sulfónico	matiz sobre algodón
5. 102	ácido 1-amino-2- metoxibenzol-5- sulfónico	ácido 1-amino-3-hidro xinaftalin-3,6-disul- fónico	rojo ti- rante al azul
103	ácido 1-amino- benzol-2-carboxí lico-4-ácido sul fónico	"	"
10. 104	ácido 1-amino-4- acetilaminobenzol- 2-sulfónico	"	violeta
105	"	ácido 1-amino-8-hidro xinaftalin-4,6-disul- fónico	rojo ti- rante al azul

EJEMPLO 106

15. 56,8 partes del colorante diaminoazóico obte  
nido por copulación del ácido 1-amino-3-acetilaminoben  
zol-6-sulfónico con ácido 2-aminonaftalin-5,7-disulfó-  
nico en un medio acético y por subsiguiente hidrólisis  
alcalina o ácida del grupo acetilamino, se disuelven a  
20. un pH de 7 en 450 partes de agua. Después de la adición  
de 20 partes de 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina bajo  
neutralización continuada del ácido fluorhídrico libera  
do con una solución de sosa a un valor pH de 6-7, se  
agita durante aproximadamente una hora a 30°C. Una vez  
25. terminada la acilación, el colorante reactivo formado  
que corresponde probablemente a la fórmula

344891



10. es separado con sal, aislado por filtración, nuevamente disuelto en 4000 partes de agua a 30°C y filtrado. Por adición de 400 partes de sal común el colorante es separado en condición completamente pura. El mismo tinte materiales de celulosa según cualquiera de los procedimientos arriba indicados en matices anaranjados tirantes al amarillo resistentes.
- 15.

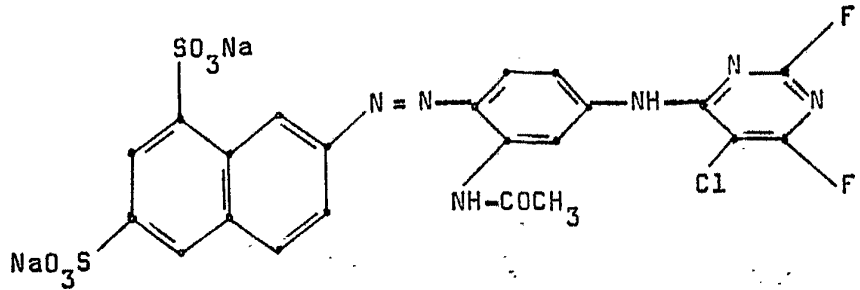
EJEMPLO 107

20. A la solución neutra de 60 partes de la sal trisódica del colorante aminoazóico obtenido por copulación del ácido 2-aminonaftalín-3,6,8-trisulfónico con 3-acetilamino-anilina en un medio acético, en 500 partes de agua, se agregan 20 partes de 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina y se agita durante una hora a 30°C, manteniéndose un valor pH de 6 por adición continuada de lejía sódica. El producto de acilación parcialmente precipitado es separado totalmente a un pH de 7 por adición de 100 partes de sal común y es aislado por filtración. Para su purificación, el colorantes así obtenido puede ser disuelto nuevamente en 2500 partes de agua de 30°C, clarificado y nuevamente separado del filtrado
- 25.
30. con 350 partes de sal común. El colorante tiene la fór-



344891

mula



10. y después de la filtración, del secamiento a 35°C y del molimiento forma un polvo amarillo que se disuelve fácilmente en agua con color amarillo y que tiñe fibras de celulosa según cualquiera de los procedimientos arriba mencionados en presencia de agentes ligadores de ácidos en matices amarillos tirantes al rojo de muy buenas propiedades de resistencia. También sobre lana y fibras
15. de poliamidas se obtienen teñiduras de amarillo resistentes.

20. Llega a obtenerse colorantes similares, si se procede como arriba indicado, pero en lugar de las 60 partes de 4'-amino-2'-acetilamino-fenil-(1')-azo-naftalín-(2)-3,6,8-trisulfonato de sodio, se aplican cantidades correspondientes de los colorantes aminoazdicos obtenidos a partir de los amino-compuestos indicados en la columna 2 y de los componentes de copulación indicados en la columna 3, en la forma usual por diazotación
25. y por copulación en un medio acético, y se los acilan con 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina.

344891



Ejem- plo No.	Componente diazóico	Componente de copulación	matiz sobre algodón
5.	108 ácido 2-aminonaf- talin-1,5-disul- fónico	1-amino-3-metil-6- metoxibenzol	amarillo fuer- temente tiran- te al rojo
	109 "	1-amino-3-metilben- zol	amarillo
	110 "	ácido 1-aminonaf- lin-6-sulfónico	amarillo ti- rante al rojo
10.	111 "	1-amino-3-acetilami- nobenzol	"
	112 "	3-aminofenilúrea	"
	113 "	1-amino-3-hidroxi- cetil-aminobenzol	"
15.	114 ácido 2-aminonaf- talin-5,7-disul- fónico	1-amino-3-metil-6- metoxibenzol	amarillo fuer- temente tiran- te al rojo
	115 "	ácido 1-aminonaf- lin-7-sulfónico	amarillo ti- rante al rojo
	116 "	1-amino-3-acetila- minobenzol	"
20.	117 "	3-aminofenilúrea	amarillo ti- rante al rojo
	118 "	1-amino-3-hidroxi- cetil-amino-benzol	"
	119 ácido 1-aminonaf- talin-3,7-disulfó- nico.	1-amino-3-metil-6- metoxibenzol	amarillo fuer- temente tiran- te al rojo
25.	120 "	1-amino-3-metilben- zol	amarillo ti- rante al rojo
	121 "	ácido 1-aminonaf- lin-6-sulfónico	"
30.	122 ácido 2-aminonaf- talin-3,6-disul- fónico	1-amino-3-metilben- zol	"



SEP. 1967

344891

Ejem- ploNo.	Componente diazóico	Componente de copulación	matiz sobre algodón	
5.	123	ácido 2-aminonaf- talin-3,6-disul- fónico	1-amino-3-metil-6- metoxibenzol	amarillo fuer- temente tiran- te al rojo
	124	"	1-amino-3-acetila- minobenzol	amarillo ti- rante al rojo
	125	"	3-aminofenilúrea	"
	126	"	1-amino-3-hidroxi- acetil-aminobenzol	"
10.	127	"	ácido 1-aminonaf- lin-6-sulfónico	"
	128	ácido 2-aminonaf- talin-6,8-disul- fónico	1-amino-3-acetila- minobenzol	"
15.	129	"	ácido 1-amino-2-me- toxinaftalin-6-sul- fónico	amarillo fuer- temente tiran- te al rojo
	130	"	ácido 1-aminonaf- lin-6-sulfónico	amarillo ti- rante al rojo
	131	ácido 2-aminonaf- talin-4,8-disul- fónico	ácido 1-aminonaf- lin-6-sulfónico	amarillo
20.	132	"	ácido 1-aminonaf- lin-7-sulfónico	"
	133	"	ácido 1-amino-2-me- toxinaftalin-6-sul- fónico	amarillo fuer- temente tiran- te al rojo
25.	134	"	1-metilamino-3-me- tilbenzol	amarillo
	135	"	1-etilamino-3-metil- benzol	"
	136	"	N-metil-anilina	"
30.	137	"	N-etil-anilina	"
	138	"	N-(β-hidroxietil)-ani- lina	"

344891



Ejem- plo No.	Componente diazóico	Componente de copulación	matiz sobre algodón
	139 ácido 2-aminonaf talin-4,8-disulfónico.	N-butilanilina	amarillo
5.	140 ácido 2-aminonaf talin-3,6,8-trisul fónico	anilina	amarillo ti- rante al rojo
	141 "	1-amino-3-metilben zol	"
	142 "	3-aminofenilúrea	"
10.	143 "	1-amino-3-hidroxi cetilamino-benzol	"
	144 "	1-amino-3-acetila- mino-6-metoxiben- zol	anaranjado ti rante al ama- rillo
	145 "	1-amino-3-acetila- mino-6-metilbenzol	amarillo ti- rante al rojo
15.	146 "	1-amino-3-metano- sulfonilaminoben- zol	"
	147 "	2,5-dimetoxianili- na	anaranjado ti rante al ama- rillo
20.	148 "	3-metil-6-metoxia- nilina	"
	149 "	N-metilanilina	amarillo ti- rante al rojo
	150 "	N-etilanilina	"
	151 "	N-butilanilina	"
25.	152 "	N-( $\beta$ -hidroxietil)- -anilina	"
	153 "	3-(N-etilamino)-to luol	"
	154 "	2-aminotoluol	"
30.	155 "	1-amino-2,5-dimetil- benzol	amarillo fuer temente tiran te al rojo

344891



Ejem- plo No.	Componente diazóico	Componente de copulación	matiz sobre algodón	
5.	156	ácido 2-aminonaf talin-3,6,8-tri- sulfónico	1-amino-2-metoxi- benzol	amarillo fuer temente tiran te al rojo
	157	"	1-amino-3-metoxi- benzol	amarillo ti- rante al rojo
	158	"	1-etilamino-3-meto xi-benzol	"
	159	"	ácido 1-aminonaf lin-6-sulfónico	"
10.	160	"	ácido 1-aminonaf lin-7-sulfónico	"
15.	161	ácido 2-aminonaf talin-4,6,8-tri- sulfónico	1-amino-3-metilben zol	"
	162	"	1-amino-3-acetilami no-benzol	"
	163	ácido 1-aminonaf talin-2,4,7-tri- sulfónico	1-amino-3-metilben zol	amarillo
	164	"	ácido 1-aminonaf lin-6-sulfónico	"
20.	165	ácido 4-nitro-4'- amino-estilben- 2,2'-disulfónico	1-amino-3-acetila- mino-benzol	amarillo ti- rante al rojo
25.	166	"	3-aminofenilúrea	"
	167	"	1-amino-3-hidroxi cetil-aminobenzol	"
	168	"	N-metilanilina	"
	169	"	N-etilanilina	"
	170	"	N-butilanilina	"
30.	171	"	N-(β-hidroxietyl)- anilina	"
	172	"	1-(N-etilamino)-3- metilbenzol	"

344891

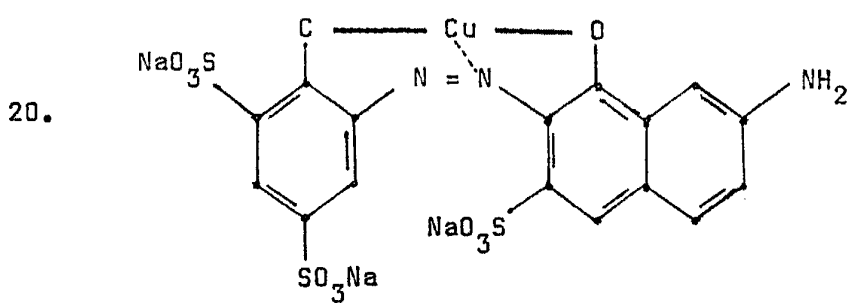


Ejem- plo No.	Componente diazóico	Componente Copulación	matiz sobre algodón
173	ácido anilin-2,5- disulfónico	ácido 1-aminonaf <sup>ta</sup> lin-6-sulfónico	amarillo ti- rante al rojo
5. 174	"	ácido 1-aminonaf <sup>ta</sup> lin-7-sulfónico	"
175	"	1-amino-3-metilben <sup>z</sup> zol	amarillo
176	"	1-amino-3-acetila- minobenzol	"
10. 177	"	1-amino-2-metoxi-5- metilbenzol	amarillo ti- rante al rojo
178	"	1-amino-2,5-dimetoxi benzol	"
179	ácido anilin-2,4- disulfónico	1-amino-2-metoxi-5- metilbenzol	"

15.

EJEMPLO 180

65 partes del colorante de la fórmula



25.

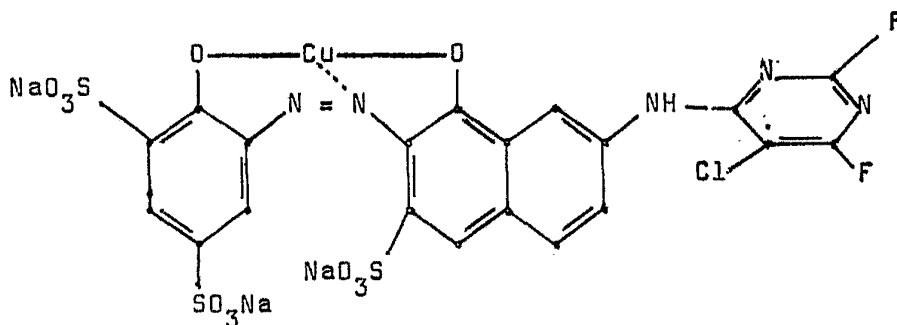
(preparado por copulación del ácido 1-hidroxi-2-amino-  
benzol-4,6-disulfónico con el ácido 2-amino-8-hidroxi-  
naftalín-6-sulfónico y por metalización del colorante  
azóico obtenido con cobre) se disuelven en condición  
30. neutra en 700 partes de agua. Se agregan 20 partes de



344891

2,4,6-trifluor-5-cloropirrimidina y se agita a 20-30°C bajo neutralización continuada del ácido liberado con una solución de sosa a un valor pH de 6 - 7, hasta que deja de comprobarse la existencia de un grupo amino libre. El colorante formado de la fórmula

5.



10.

15.

20.

25.

30.

es separado con sal, aislado por filtración, lavado y secado a 30 - 40°C. El mismo tinte materiales de celulosa según cualquiera de los procedimientos en matices rubís de muy buenas propiedades de resistencia.

Colorantes de propiedades similares son obtenidos análogamente al modo operativo arriba descrito a partir de los complejos de cobre de los colorantes azóicos preparados de los componentes diazóticos y azóicos citados en la siguiente tabla:

No.	Componente diazótico	Componente de copulación	matiz sobre algodón
181	ácido 1-hidroxi-2-aminobenzol-4-sulfónico	ácido 2-metilamino-5-hidroxinaftalin-7-sulfónico	rubí
182	"	ácido 2-etilamino-5-hidroxinaftalin-7-sulfónico	"
183	"	ácido 2-(β-hidroxietilamino)-5-hidroxinaftalin-7-sulfónico	"



344891

No.	Componente diazónico	componente de copulación	matíz sobre algodón
	184	ácido 2-amino-8-hidroxi- naftalin-3,6-disulfónico	rubí
5.	185	ácido 1-hidroxi- 2-aminobenzol- 4,6-disulfónico	"
	186	" ácido 2-amino-8-hidroxi- naftalin-3,6-disulfónico	"
	187	" ácido 2-metilamino-5-hidroxi- xinaftalin-7-sulfónico	"
10.	188	" ácido 2-etilamino-5-hidroxi- naftalin-7-sulfónico	"
	189	" ácido 2-(β-hidroxietilami- no)-5-hidroxinaftalin-7- sulfónico	"
15.	190	" ácido 1-amino-8-hidroxi- naftalin-3,6-disulfónico	violeta
	191	" ácido 1-amino-8-hidroxi- naftalin-4,6-disulfónico	"
	192	ácido 1-hidroxi- 2-aminobenzol-5- sulfónico	ácido 1-amino-8-hidroxi- naftalin-3,6-disulfónico violeta
20.	193	" ácido 1-amino-8-hidroxi- naftalin-4,6-disulfónico	"
	194	ácido 1-hidroxi- 2-amino-4-acetil- aminobenzol-6- sulfónico	ácido 1-amino-8-hidroxi- naftalin-3,6-disulfónico violeta tirante al azul
25.	195	ácido 1-hidroxi- 2-amino-4-acetil- aminobenzol-6- sulfónico	ácido 1-etoxi-8-hidroxi- naftalin-3,6-disulfónico violeta tirante al rojo
		(grupo acetilamino en la posición 4 subsiguientemente saponificado)	
30.			

344891



Ejem- plo No.	Componente diazóico	Componente de copulación	matiz sobre algodón
5.	196 ácido 1-hidroxi-2- -amino-4-acetila- minobenzol-6-sul- fónico	ácido 1-amino-8-hi- droxinaftalin-2,4- disulfónico	azul
	197 "	ácido 1-amino-8-hi- droxinaftalin-2,4, 6-trisulfónico	"
10.	198 ácido 1-hidroxi-2- -amino-6-acetil- aminobenzol-4-sul- fónico	ácido 1-amino-8-hi- droxinaftalin-2,4- disulfónico	"
	(grupo acetilamino en la posición 6 saponificado)		
15.	199 ácido 1-amino-2- hidroxi-6-nitronaf- talin-4-sulfónico	"	"
	(grupo nitro en la posición 6 subsiguientemente re- ducido a -NH <sub>2</sub> )		
20.	200 "	ácido 1-amino-8-hi- droxinaftalin-2,4, 6-trisulfónico	"
	(grupo nitro en la posición 6 subsiguientemente re- ducido a -NH <sub>2</sub> )		
25.	201 ácido 1-hidroxi-2- amino-6-acetil-ami- nobenzol-4-sulfóni- co	"	"
	(grupo acetilamino en la posición 6 saponificado)		

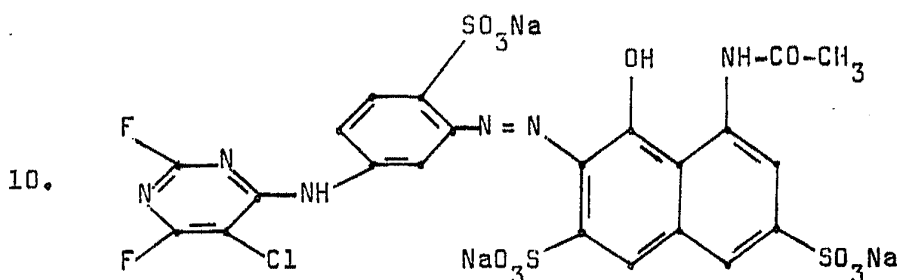
EJEMPLO 202

Se procede según lo indicado en el Ejemplo 30, pero se somete a la copulación el producto intermedio diazotado conteniendo grupos reactivos, en un medio so-  
30. sa-alcalino, en lugar de las 47 partes de la sal sódica



344891

de 1 ácido 1-benzodiazolamino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico, con 40 partes de sal sódica del ácido 1-acetilamino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico y se aísla, de la manera indicada en el Ejemplo 30, el colorante formado de la fórmula



15. El colorante soluble en agua tiñe materiales de celulosa, según el procedimiento de impregnación y de tratamiento al vapor o según el procedimiento de impregnación y de fijación térmica (a 140°C), en matices rojos tirantes al azul canterizables de blanco, resistentes a la mojadura, al frotamiento y a la luz.

20. EJEMPLO 203

La solución de 19,5 partes de la sal sódica del ácido 1-aminobenzol-4-sulfónico y de 6,9 partes de nitrito de sodio en 200 partes de agua se hace entrar en una mezcla de 100 partes de hielo y de 28 partes por volumen de ácido clorhídrico concentrado; entonces se agita durante media hora a 0 - 10°C y subsiguientemente se elimina el ácido nitroso en exceso. A la suspensión diazónica así obtenida a 0 - 10°C se agrega la solución enfriada y por ello parcialmente cristalizada de 26,2 partes de la sal potásica del ácido 1-amino-

25.

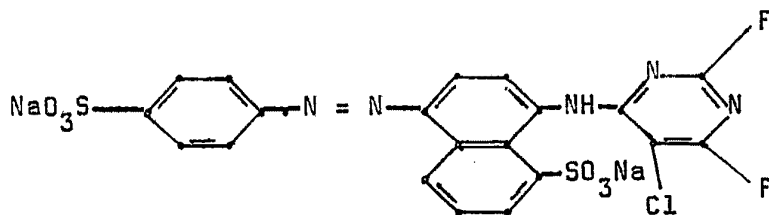
30.

344891



-naftalin-8-sulfónico en 250 partes de agua caliente y se neutraliza a 10 - 20°C la mezcla de copulación fuertemente ácida por adición cuidadosa de lejía sódica hasta un pH de 4. La copulación termina rápidamente; el colorante aminoazóico es separado totalmente con 100 partes de sal común, recogido por succión, lavado y nuevamente disuelto en 500 partes de agua a 10°C y a un pH de 6 - 7. En la solución acuosa se introducen gota a gota 20 partes de 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina y se agita durante una hora a 20 - 30°C bajo neutralización continuada del ácido liberado con una solución de sosa hasta un pH de 6 a 7. Cuando deja de comprobarse la existencia de colorante aminoazóico, el colorante reactivo de la fórmula

15.



20.

es separado con 40 partes de sal común, aislado por filtración y, para su purificación, es disuelto nuevamente en 800 partes de agua caliente. Después de la clarificación de la solución, del filtrado se separa el

25.

colorante puro por la adición de 80 a 100 partes de sal común. Después de la filtración, del secamiento a 35°C y del molimiento se obtiene un polvo amarillo que se disuelve fácilmente en agua con color amarillo y que tinte

30.

fibras de celulosa según cualquiera de los procedimientos de teñir arriba mencionados en presencia de agentes



344897

ligadores de ácidos en matices amarillos de muy buena resistencia a la mojadura, a la luz y al cloro. También sobre lana y fibras de poliamidas se obtienen teñiduras de amarillo resistentes.

5. Si se procede como arriba se ha indicado, pero en lugar de las 19,5 partes de la sal sódica del ácido 1-aminobenzol-4-sulfónico, se someten a la copulación cantidades equivalente de los componentes diazóticos citados en la siguiente tabla, con el ácido 1-amino-naftalin-8-sulfónico, entonces después de la acilación con 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina se obtienen también valiosos colorantes reactivos amarillos hasta pardos.

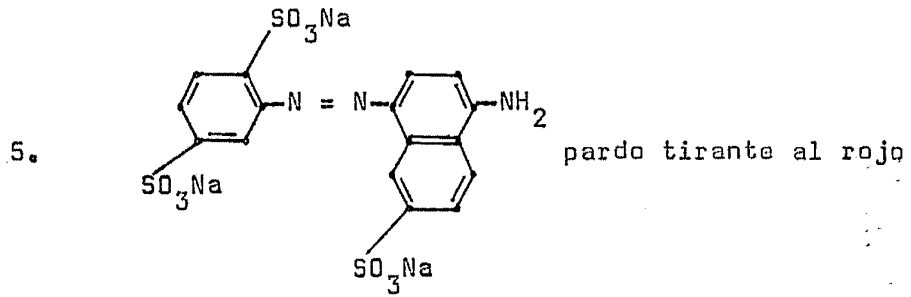
Componente diazótico matiz sobre fibras de celulosa

15. ácido 1-aminobenzol-2,5-di sulfónico amarillo tirante al rojo sulfónico
- ácido 2-amino-naftalin-4,8-disulfónico amarillo fuertemente tirante al rojo
- ácido 2-amino-naftalin-5,7-disulfónico "
20. ácido 2-amino-naftalin-6,8-disulfónico "
- ácido 2-amino-naftalin-3,6,8-trisulfónico "
- ácido 2-amino-naftalin-4,6,8-trisulfónico "
25. ácido 4-amino-azobenzol-3,4'-disulfónico pardo tirante al amarillo
- ácido 4-amino-2-acetilamino-azobenzol-2',5'-disulfónico pardo anaranjado nico
- 30.

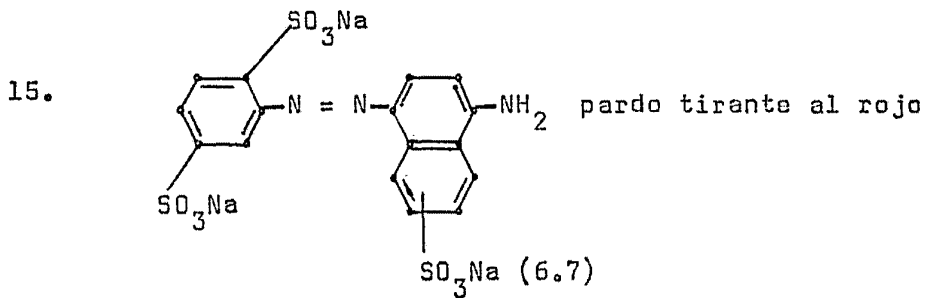


344891 SEP. 1967

Componente diazónico matiz sobre fibras de celulosa



10. (copulación ácida de ácido 1-aminobenzol-2,5-disulfónico con ácido 1-amino-naf talin-6-sulfónico)



20. (copulación ácida de ácido 1-aminobenzol-2,5-disulfónico con la mezcla técnica de los ácidos 1-aminonaf ta lin-6-sulfónico y 7-sulfónico)

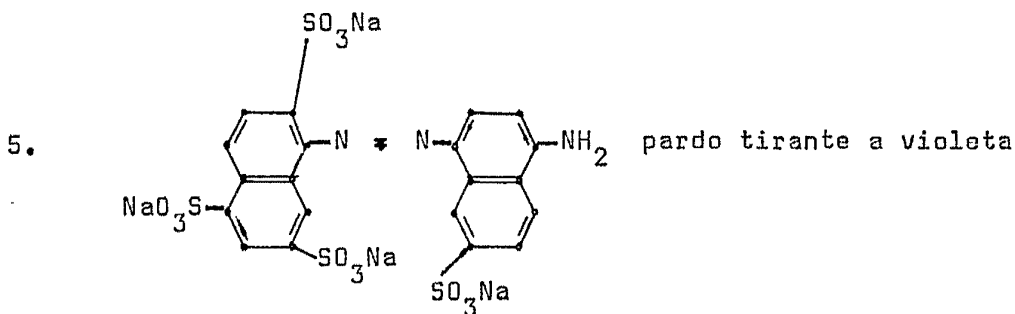
25.



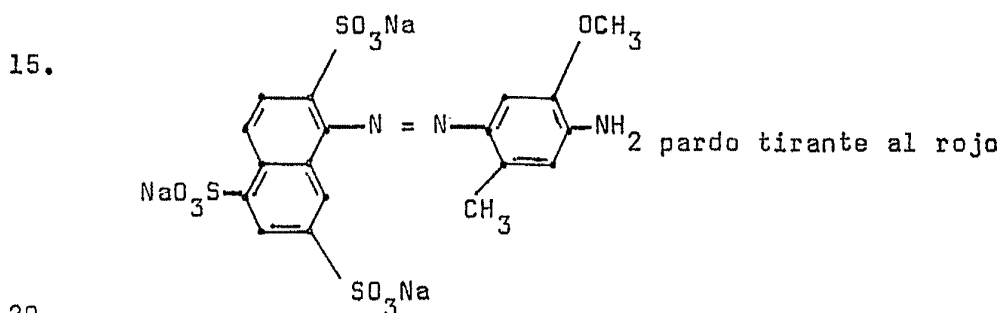
344891

9 SEP. 1967

Componente diazónico matiz sobre fibras de celulosa



10. (copulación ácida de ácido 1-amino-naftalin-2,5,7-tri sulfónico con ácido 1-amino-naftalin-6-sulfónico)



(copulación ácida de ácido 1-amino-naftalin-2,5,7-tri sulfónico con 1-amino-2-metoxi-5-metilbenzol)

25.

EJEMPLO 204

Si se estampa un tejido de celulosa con una pasta para imprimir que por kilogramo contiene 30 g del colorante descrito en el Ejemplo 18, 100 g de úrea, 300 g de agua, 500 g de espesativo de alginato ( 60 g de alginato de sodio

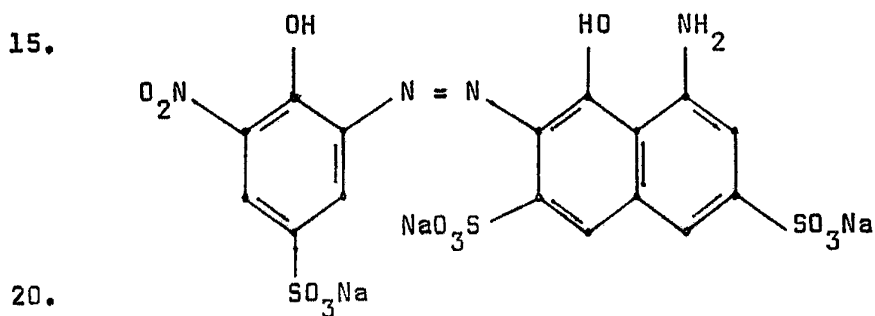


344891-9 SEP. 1967

- por kg de la preparación espesativa), 10 g de sosa y 10 g de la sal sódica del ácido 3-nitrobenzol-sulfónico y que se completó con agua hasta 1 kg; y si subsiguientemente se hace un secamiento intermedio y entonces se somete el tejido en un aparato apropiado a un tratamiento con vapor durante 30 segundos a 103-115°C, se obtiene, después de enjuagar y de jabonar a la temperatura de ebullición, un estampado fuerte rojo tirante al azul de buena resistencia a la mojadura, al frotamiento y a la luz.

EJEMPLO 205

Una mezcla de la solución de 65,5 partes del complejo 2 : 1 de cromo del colorante de la fórmula



- en 400 partes de agua con la solución de 65,5 partes del complejo 2 : 1 de cobalto del mismo colorante en 400 partes de agua, es agitada con 40 partes de 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina durante aproximadamente 2 horas a 30-40°C bajo mantenimiento de un valor pH de 6-7. Cuando ya no puede comprobarse la existencia de ningún colorante aminoazóico (complejo de cobalto: azul; complejo de cromo: verde azulado), la mezcla formada de los dos colorantes reactivos es precipitada con cloruro

344891



19 SEP. 1967

de potasio, aislada por filtración y secada.

El colorante dá sobre materiales de celulosa, según el procedimiento de impregnación o de estampación, en presencia de agentes ligadores de ácidos, matices negros de muy buena resistencia a la mojadura y a la luz.

Si se procede correspondientemente, pero se aplica la mezcla del complejo 2 : 1 de cromo y del complejo 2 : 1 de cobalto de los siguientes colorantes aminoazóicos, se obtienen también valiosos colorantes negros.

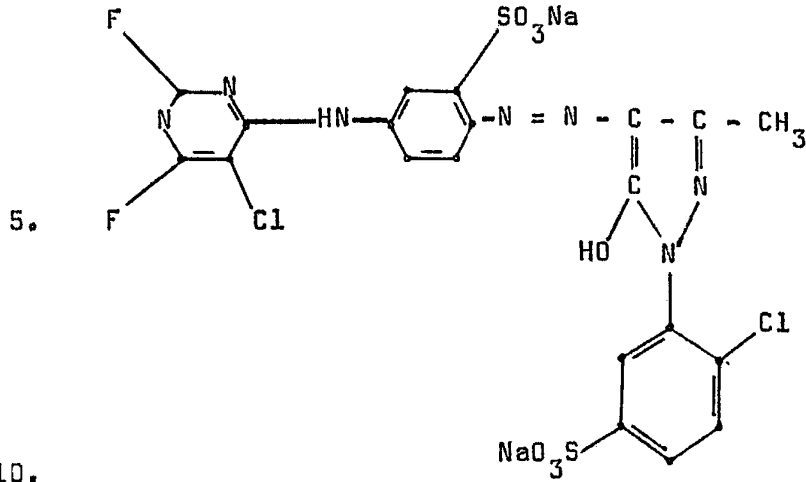
	componente diazónico	componente de copulación	pH de copulación
15.	1-hidroxi-2-amino-4-nitrobenzol	ácido 1-hidroxi-8-amino-naftalín-3,6-disulfónico	9
	ácido 1-hidro-2-amino-4-nitronaftalín-7-sulfónico	"	9

EJEMPLO 206

20. A la solución neutra de 53,15 partes de la sal disódica del colorante aminoazóico obtenido por copulación de ácido 1-amino-4-nitrobenzol-2-sulfónico diazotado con 1-(2'-cloro-5'-sulfofenil)-3-metil-pirazolona-(5) y subsiguiente reducción del grupo nitro con sulfuro de sodio, en 300 partes de agua se agregan 20 partes de 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina y se agita la mezcla durante una hora a 30°C, neutralizándose continuamente el ácido liberado con una solución de sosa a un valor pH de 6,0. El colorante separado de la fórmula

30.

344891



15. es aislado por filtración, disuelto en 3000 partes de agua al pH de 6-7 en caliente y precipitado de la solución filtrada por adición de sal común. Después de filtrar, secar y moler, se obtiene un polvo amarillo bien hidrosoluble que tiñe materiales de celulosa en baño largo a 30°C o según el procedimiento de impregnación retardada en frío con sosa como agente ligador de ácidos en matices claros amarillos resistentes al lavado, al frotamiento y a la luz.

20. Si se procede como arriba se ha indicado, pero en lugar del colorante aminoazóico ahí aplicado, se emplean cantidades equivalentes de los colorantes aminoazóicos sintetizados de los componentes indicados en la siguiente tabla, se obtienen también nuevos colorantes reactivos valiosos.

25. En la tabla, el término "saponificado" significa que un grupo acilamino contenido en el colorante aminoazóico ha sido saponificado posteriormente, mientras que el término "reducido" significa que un grupo

30.



344891

nitro contenido en el componente diazónico, después de la copulación, es reducido al grupo amino, con lo que se forma el colorante aminoazónico deseado.

Ejem- plo No.	componente diazónico	componente azónico	pH del me- dio de co- pulación	matiz sobre celulosa
5.	207	ácido 1-amino-4-nitrobenzol-2-sulfónico	1-(4'-sulfo-fenil)-3-metil-pirazolona-(5)	5-6 amarillo
10.		(grupo nitro en la posición 4 subsiguientemente reducido)		
	208	"	1-(4'-sulfo-fenil)-3-carboxi-pirazolona-(5)	5-6 amarillo tinte al rojo
15.	209	"	1-(3'-sulfo-fenil)-3-metil-5-amino-pirazol	6-7 amarillo
20.	210	ácido 1-amino-3-acetilamino-benzol-6-sulfónico	"	6-7 amarillo
		(grupo acetilamino en la posición 3 subsiguientemente saponificado)		
	211	"	1-(β-hidroxitil)-3-metil-pirazolona-(5)	5-6 amarillo
25.	212	2 moles de ácido 1-amino-3-acetilamino-benzol-6-sulfónico (saponificado)	1 mol de bis-pirazolona a partir de ácido 4, 4'-bis-hidracino-dibencil-2,2'-disulfónico y de éster etílico acetoacético	5-6 amarillo
30.				

344891



Ejem- plo No.	componente diazóico	componente azóico	pH del me dio de co pulación	matiz sobre celulosa
5.	213 1 mol de ácido 1-amino-3-ace- tilamino-ben- zol-6-sulfóni- co(saponificado)	1-(4'-sulfo- fenil)-3-car- boxi-pirazo- lona-(5)	5-6	amarillo
10.	214 ácido 1-amino- -5-acetilamino- -naftalin-3,7- disulfónico (sa- ponificado)	1-(4'-sulfo- fenil)-3-carbo- xi-pirazolo- na-(5)	5-6	amarillo ti- rante al rojo
	215 ácido 1-amino- 2-metilbenzol- 4,6-disulfóni- co	ácido 2-acetil- amino-5-naftol -7-sulfónico (saponificado)	7-8	anaranjado
15.	216 "	ácido 2-acetil- amino-8-naftol -6-sulfónico (saponificado)	7-8	rojo
20.	217 ácido 1-amino- 2-metilbenzol- 4,6-disulfóni- co	ácido 1-cloro- 2-acetilamino- 5-naftol-7-sul- fónico (saponi- ficado)	7-8	anaranjado
	218 ácido 1-amino- benzol-2-sulfó- nico	ácido 1-acetil- amino-8-hidro- xinaftalin-4,6- disulfónico (saponificado)	7-8	rojo
25.	219 ácido 2-amino- naftalin-3,6- disulfónico	"	7-8	rojo tirante al azul
	220 ácido 2-amino- naftalin-3,7- disulfónico	"	7-8	rojo tirante al azul
30.	221 ácido 2-amino- naftalin-4,8- disulfónico	"	7-8	rojo tirante al azul

344891



Ejem-	componente	dia	Componente	pH del me	matiz so-
plo No.	zóico		azóico	dio de co	bre celu-
				pulación	losa

5.	222	ácido 2-amino-naftalin-3,6-di sulfónico	ácido 1-acetil amino-8-hidroxi naftalin-3,6-di sulfónico (saponificado)	7-8	rojo tirante al azul
	223	ácido 2-amino-naftalin-4,8-di sulfónico	"	7-8	rojo tirante al azul
10.	224	ácido 1-amino-4-metoxibenzol-2-sulfónico	ácido 2-(N-acetil-N-metilamino)-5-hidroxi-naftalin-7-sulfónico (saponificado)	7-8	rojo tirante al amarillo
15.	225	"	ácido 2-(N-acetil-N-metilamino)-8-hidroxi-naftalin-6-sulfónico (saponificado)	7-8	rojo
	226	ácido 1-amino-benzol-2-sulfónico	"	7-8	rojo
20.	227	ácido 1-amino-benzol-3-sulfónico	"	7-8	rojo
	228	ácido 1-amino-benzol-4-sulfónico	"	7-8	rojo
25.	229	ácido 1-amino-4-metilbenzol-2-sulfónico	"	7-8	rojo
	230	ácido 1-amino-2,4-dimetilbenzol-6-sulfónico	"	7-8	rojo
30.					



344891

Ejem- plo No.	Componente diazóico	componente azóico	pH del me dio de co pulación	matiz sobre celulosa
5.	231 ácido 1-amino-2,4-dimetilbenzol-6-sulfónico	ácido 2-acetilamino-8-hidroxinaftalin-6-sulfónico (saponificado)	7-8	rojo
10.	232 "	ácido 2-acetilamino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico (saponificado)	7-8	rojo
	233 ácido 4-amino-benzol-3,4-disulfónico	1-amino-3-acetil-aminobenzol	5-6	pardo amarillento
15.	234 ácido 4-amino-benzol-3,4'-disulfónico	1-amino-3-hidroxiacetilaminobenzol	5-6	pardo amarillento
	235 "	ácido 1-amino-naftalin-6-sulfónico	5-6	pardo amarillento
	236 "	ácido 1-amino-naftalin-7-sulfónico	5-6	pardo amarillento
20.	237 "	ácido 1-amino-2-(4'-amino-2'-sulfenil-(1')-azo)-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico	8	negro

25.

EJEMPLO 238

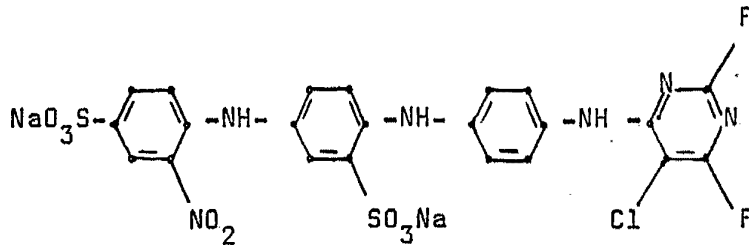
52,4 partes de la sal disódica del ácido 4-  
 -([4"-aminofenil]-amino)-2'-nitro-difenilamino-3,4'-  
 -disulfónico son disueltas en 1000 partes de agua y agi-  
 30. tadas con 20 partes de 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina



344891

durante una hora a 2-30°C, neutralizándose continuamente el ácido liberado con sosa a un valor pH de 5,5-6. El nitro-colorante reactivo formado de la fórmula

5.



10.

es precipitado con sal, aislado por filtración, lavado y secado. El mismo tiñe fibras de celulosa en baño largo o según uno de los usuales procedimientos de impregnación en presencia de sosa como agente ligador de ácidos en matices profundos pardos tirantea a violeta resistentes a la mojadura y al frotamiento.

15.

EJEMPLO 239

52 partes de ácido 1-amino-4-(4'-N-metilaminometilnilino)-antraquinon-2,2'-disulfónico son disueltas en 550 partes de agua y ajustadas con lejía sódica a un valor pH de 6. Entonces a la temperatura ambiente se agregan gota a gota 18 partes de 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina y con una solución de sosa 2-normal se mantiene un pH de 6. Se vigila la reacción cromatográficamente. Se recoge por succión el producto de reacción cristalizado en agujas azules y se lava el residuo de filtración con una solución al 3% de sal común. Sobre algodón se obtienen teñiduras claras de azul de buena resistencia a la mojadura, así como de

20.

25.

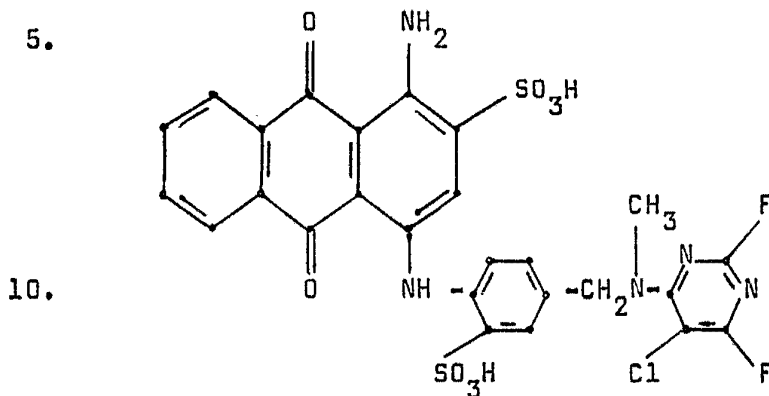
30.



344891 - 9 SEP. 1951

buena resistencia a la luz.

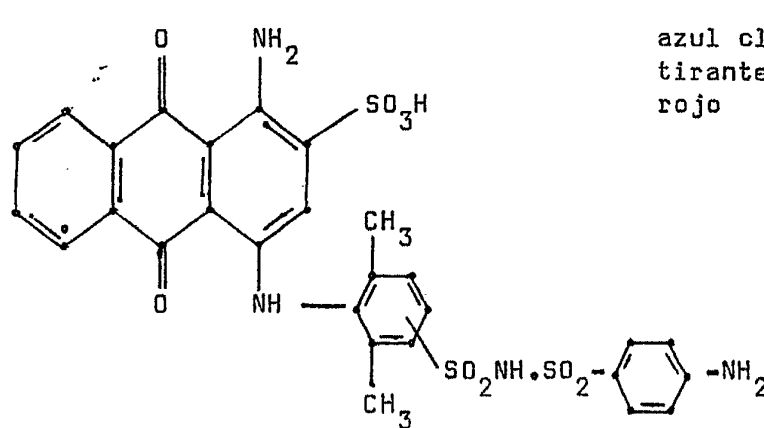
El colorante obtenido corresponde a la probable fórmula



Ejem- plo No.	derivado hidrosoluble de amino-antraquinona	matiz
15.	240 ácido 1-amino-4-(4'-N-metilaminometilani- lino)-antraquinon-2,6,2'-trisulfónico	azul ti- rante al verde
20.	241 ácido 1-amino-4-(4'-N-metilaminometilani- lino)-antraquinon-2,5,8-trisulfóni- co	azul ti- rante al verde
	242 ácido 1-amino-4-(4'-N-metilaminometilani- lino)-antraquinon-2,8-disulfónico	azul
	243 ácido 1-amino-4-(4'-aminoanilino)-antra- quinon-2,6-disulfónico	verde azu- lado
25.	244 ácido 1-amino-4-(4'-aminoanilino)-antra- quinon-2,5-disulfónico	azul ti- rante al verde
	245 ácido 1-amino-4-(3'-aminoanilino)-antra- quinon-2,6-disulfónico	azul
	246 ácido 1-amino-4-(3'-aminoanilino)-antra- quinon-2,5-disulfónico	azul
30.	247 ácido 1-amino-4-(3'-aminoanilino)-antra- quinon-2,4-disulfónico	azul algo tirante al rojo

344891

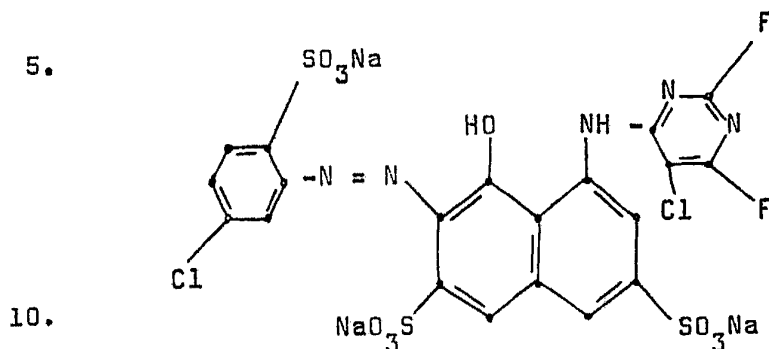


Ejem- plo No.	derivado hidrosoluble de amino-antraquinona	matiz
248	ácido 1-amino-4-(3'-aminoanilino)-antraquinon-2,4'-disulfónico	azul tirante al rojo
5. 249	ácido 1-amino-4-(4'-aminociclohexilamino)-antraquinon-2,5,8-trisulfónico	azul claro
250	ácido 1-amino-4-(4'-N-metilaminometilanilino)-antraquinon-2,3'-disulfónico	azul
251	ácido 1-amino-4-(4'-/4"-aminobenzoilamino 7-anilino)-antraquinon-2,5,8-trisulfónico	verde azulado
10. 252	ácido 1-amino-4-(4'-/4"-aminobenzosulfamido 7-anilino)-antraquinon-2,5,8-trisulfónico	azul tirante al verde
253	ácido 1-amino-4-(4"-aminoestilbenamino)-antraquinon-2,2',2"-trisulfónico	verde
15. 254		azul claro tirante al rojo
20. 255	<u>EJEMPLO 255</u>	
25.	Si se procede según las indicaciones del Ejemplo 18, pero si se somete el producto intermedio de colorante a la copulación, no con el compuesto diazónico a partir de 17,5 partes de ácido 2-aminobenzosulfónico,	
30.	sino con el compuesto diazónico a partir de 20,8 par	



344891 9 SEP 1954

tes de ácido 3-cloranilin-6-sulfónico en presencia de 12 partes de sosa a un pH final de 7, se obtiene un colorante reactivo de la fórmula



15. con el cual pueden teñirse o estamparse materiales de celulosa en baño largo a 40°C o según uno de los procedimientos de impregnación o de estampación usuales para colorantes reactivos, con sosa como agente ligador de ácidos, matices rojos brillantes resistentes a la mojadura.

20. En forma análoga, de los componentes de copulación indicados en la siguiente tabla, por acilación de su grupo amino con 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina y por copulación de los productos intermedios de colorantes con los componentes diazóticos indicados, se obtienen valiosos colorantes reactivos, con los cuales

25. pueden teñirse o estamparse materiales de celulosa en los matices mencionados, preferiblemente en presencia de sosa.

344891



Ejem- plo No.	componente diazóico	componente de copulación	pH de copulación	matiz
5.	256 ácido 1-amino-4- metoxibenzol-6- sulfónico	ácido 1-amino-8 -hidroxinafta- lin-3,6-disulfó nico	7-8	violeta
	257 "	ácido 1-amino-8 -hidroxinafta- lin-4,6-disulfó nico	7-8	violeta tirante al rojo
10.	258 "	ácido 2-amino-5 -hidroxinaftalin -1,7-disulfónico	7	escarlata
	259 ácido 1-amino-5- cloro-benzol-2- sulfónico	"	7	anaranja- do
15.	260 ácido 1-aminoben zol-3-sulfónico	"	7	anaranja- do
	261 ácido 1-aminoben zol-4-sulfónico	"	7	anaranja- do
	262 "	ácido 2-amino-8 -hidroxinafta- lin-3,6-disulfó nico	7-8	escarlata
20.	263 (β-sulfoetil)-ami da de ácido 4-ami no-benzóico	ácido 1-amino-8 -hidroxinafta- lin-3,6-disulfó nico	7-8	rojo
25.	264 ácido 1-amino-4- sulfoacetilamino -benzol-6-sulfó- nico	"	7-8	violeta
	265 ácido 1-amino-3- sulfoacetilamino -benzol-6-sulfóni co	ácido 2-amino-5 -hidroxinafta- lin-1,7-disulfó nico	7	anaranja- do
30.	266 1-amino-4-sulfoace tilamino-benzol	"	7	escarlata

344891



Ejem- plo No.	componente diazóico	componente de copulación	pH de copulación	matiz
267	ácido 1-aminoben- zol-2,4-disulfó- nico	1-(2'-metil-3'- amino-5'-sulfo- fenil)-3-metil- pirazolona-(5)	6	amarillo
268	ácido 2-aminonaf- talin-4,8-disul- fónico	"	6	amarillo

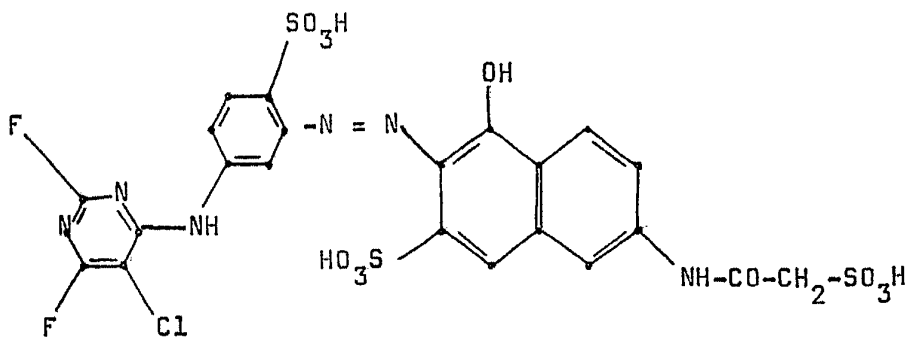
5.

EJEMPLO 269

Si se procede según las indicaciones del Ejem-  
plo 30, pero si se somete a la copulación el producto  
intermedio de colorante obtenido a partir del ácido  
1,3-diaminobenzol-6-sulfónico y de la 2,4,6-trifluor-5-  
-cloropirimidina, después de la diazotación, a 10°C y  
un pH de 7,5 con la solución de 40,5 partes de la sal  
disódica del ácido 2-sulfoacetilamino-5-hidroxinaftalin-  
-7-sulfónico, se obtiene un colorante reactivo de la fó-  
mula

15.

20.



25.

que tiñe materiales de celulosa, según los procedimien-  
tos usuales de aplicación con sosa como agente ligador

30.

344891

9 SEP



de ácidos, en matices anaranjados resistentes.

EJEMPLO 270

Si se procede como se ha indicado en el Ejemplo 206, pero en lugar del colorante aminoazóico ahí aplicado, se acilan 53,15 partes de la sal disódica del colorante aminoazóico obtenido por copulación del ácido 1-amino-4-nitrobenzol-2-sulfónico diazotado con 1-(2'-cloro-5'-sulfofenil)-3-metil-pirazolona-(5) y por sub-  
 5. siguiente reducción del grupo nitro con sulfuro de sodio, con la 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina, se obtie-  
 10. ne también un valioso colorante activo, con el cual pueden teñirse o estamparse, según los usuales procedimientos de teñir o estampar, materiales de celulosa en matices amarillos resistentes.

15. Se obtienen colorantes reactivos similares, si en lugar del colorante aminoazóico arriba mencionado, se acila con 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina cualquiera de los colorantes aminoazóicos sintetizados de los componentes indicados en la siguiente tabla:

20.	Ejem- plo No.	componente diazóico	componente azóico	matiz
	271	ácido 1-amino-4-nitrobenzol-2-sulfónico (reducido)	1-(2'-metil-4'-sulfofenil)-3-metil-pirazolona-(5)	amarillo
25.	272	"	1-(2',5'-disulfofenil)-3-metil-pirazolona-(5)	amarillo
	273	"	1-(2'-metil-4'-sulfo-6'-clorofenil)-3-metil-pirazolona-(5)	amarillo
30.	274	"	1-(2',5'-dicloro-4'-sulfofenil)-3-metil-pirazolona-(5)	amarillo



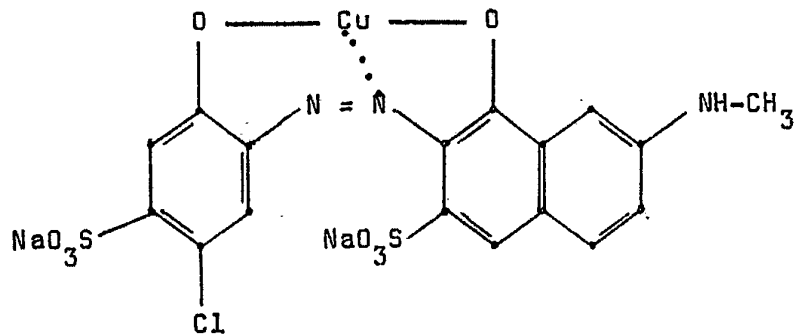
344891

Ejem- plo No.	componente diazóico	componente azóico	matiz
5.	275 ácido 1-amino-3-acetilamino-benzol-6-sulfónico (saponificado)	1-(2'-metil-4'-sulfofenil)-3-metil-pirazolona-(5)	amarillo tirante al verde
	276 "	1-(4'-sulfofenil)-3-metil-pirazolona-(5)	amarillo tirante al verde
10.	277 "	1-(2'-metil-4'-sulfofenil)-3-carboxi-pirazolona-(5)	amarillo tirante al Verde
	278 "	1-(2'-cloro-4'-sulfofenil)-3-carboxi-pirazolona-(5)	amarillo tirante al verde

EJEMPLO 279

15. 58 partes del colorante de la fórmula

20.

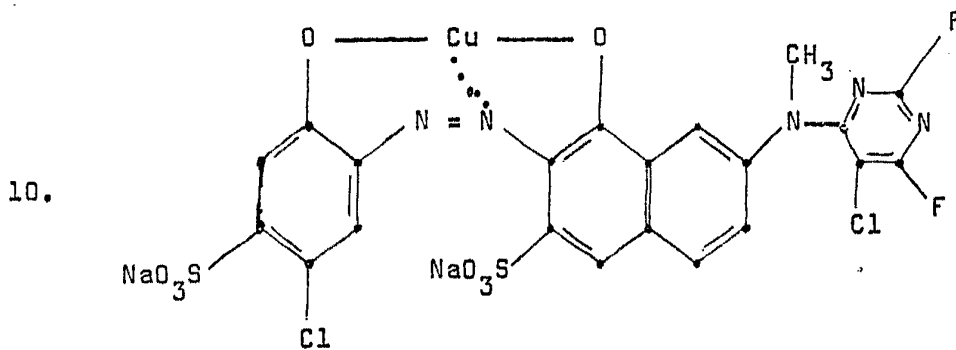


25. (preparado por copulación del ácido 1-hidroxi-2-amino-4-clorobenzol-5-sulfónico diazotado con el ácido 2-metilamino-8-hidroxinaftalin-6-sulfónico y por metalización con cobre del colorante azóico obtenido) se disuelven en condición neutra en 700 partes de agua. Se agregan gota a gota 20,0 partes de 2,4,6-trifluor-5-cloro

30.

34489 19 SEP 1967

- pirimidina y se agita a 20-30°C bajo neutralización del ácido fluorhídrico liberado con una solución de sosa a un valor pH de 6,0-6,5, hasta que ya no pueda comprobarse la existencia de ningún grupo amino libre. El colorante reactivo de la fórmula



15. es precipitado con sal, aislado por filtración, lavado y secado a 30-40°C. El mismo tiñe materiales de celulosa, según cualquiera de los procedimientos arriba indicados) en matices violetas muy resistentes.

20. Colorantes de propiedades similares son obtenidos, en forma análoga al modo operativo arriba descrito, de los complejos de cobre - obtenidos por simple Cu - metalización de desmetilación u oxidación - de los colorantes mono y diazóticos preparados de los componentes diazóticos y azóticos detallados en la siguiente tabla:

Ejem- plo No.	componente diazótico	componente azótico	pH de copulación	matiz
280	ácido 1-hidroxi-2-amino-4-clorobenzol-5-sulfónico	ácido 2-amino-8-hidroxinaftalín-3,6-disulfónico	10	violeta tirante al rojo



9 SEP. 1957

344891

Ejem- plo No.	componente diazónico	componente azónico	pH de copulación	matiz
5.	281 ácido 1-hidroxi-2-amino-4-clorobenzol-5-sulfónico	ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico	10	violeta tirante al azul
	282 ácido 2-amino-naftalin-4,6,8-trisulfónico (Cu-metalizado por oxidación)	ácido 2-hidroxi-6-acetilamino-naftalin-4-sulfónico (saponificado)	8-9	azul tirante al rojo
10.	283 ácido 1-amino-2-hidroxi-6-nitronaftalin-4-sulfónico (reducido)	ácido 1-hidroxi-8-etoxinaftalin-3,6-disulfónico	10	azul
15.	284 ácido 1-hidroxi-2-aminobenzol-4,6-disulfónico	ácido 2-hidroxi-3-aminonaftalin-5,7-disulfónico	10	rojo
	285 ácido 2-amino-naftalin-4,8-disulfónico (Cu-metalizado por oxidación)	"	8-9	azul
20.	286 ácido 2-amino-naftalin-4,6,8-trisulfónico (Cu-metalizado por oxidación)	ácido 2-hidroxi-3-amino-naftalin-7-sulfónico	8-9	azul
	287 ácido 3-metoxi-4-amino-6-metil-azobenzol-2',4'-disulfónico (Cu-metalizado bajo desmetilación)	ácido 2-metilamino-5-hidroxi-naftalin-7-sulfónico	10	azul marino
25.	288 "	ácido 2-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico	10	azul marino
	289 "	ácido 2-amino-5-hidroxi-naftalin-1,7-disulfónico	10	azul marino
30.				



344891

Ejem- plo No.	componente diazónico	componente azónico	pH de copulación	matiz
5.	290 ácido 2-metoxi-4-amino-6-metil-azobenzol-2',5'-disulfónico (Cu-metalizado bajo desmetalación)	ácido 2-metil-amino-5-hidroxi-naftalin-7-sulfónico	10	azul marino
10.	291 "	ácido 2-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico	10	azul marino
	292 "	ácido 2-amino-5-hidroxi-naftalin-1,7-disulfónico	10	azul marino

15.

EJEMPLO 293

62,0 partes de la sal trisódica del colorante obtenido por copulación sosa-alcalina del ácido 4-cloro-2-amino-1-hidroxibenzol-6-sulfónico diazotado con el ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico, son mezcladas, en 300 partes de agua a 70-80°C y a un valor pH de 8-9, con 54,2 partes del complejo 1 : 1 de cromo del colorante obtenido a partir de ácido 6-nitro-1-diazo-2-hidroxi-naftalin-4-sulfónico y de 2-hidroxi-naftalina. Al cabo de 10 minutos se ha formado una solución de color azul profundo.

25.

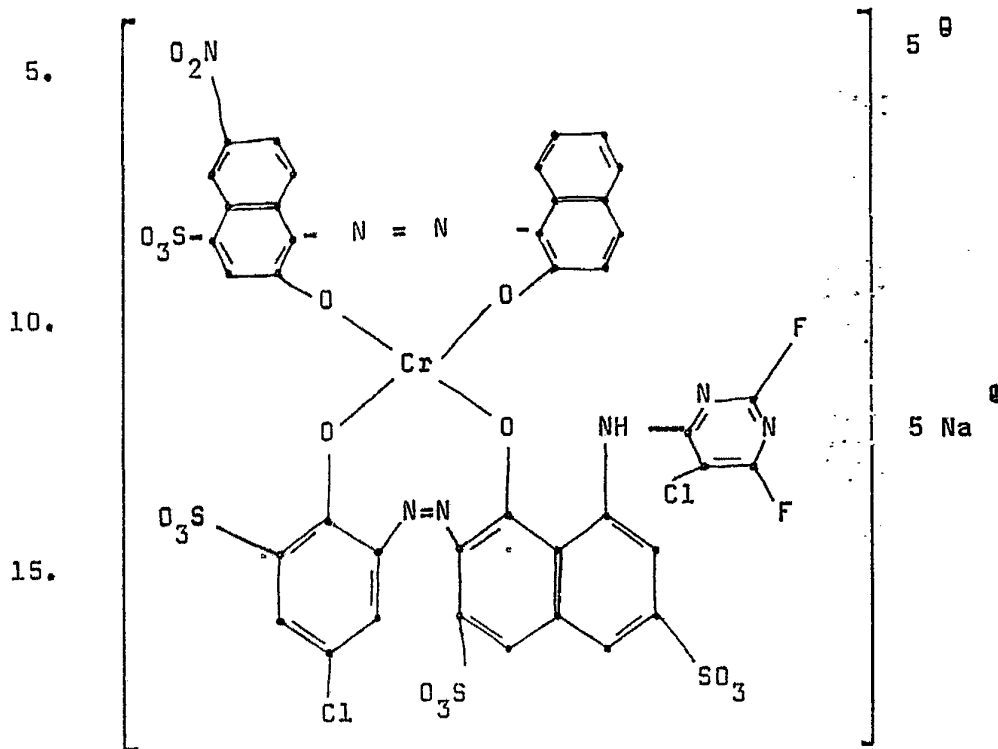
El complejo mixto es acilado en aproximadamente una hora a 30-40°C y a un valor pH de 6,5-7,5 con 20 partes de 2,4,6-trifluor-5-cloro-pirimidina, manteniéndose constante el valor pH por agregarse continuamente gota a gota una solución de sosa. El colorante

30.



# 344891

acilado es precipitado con un 20 % de cloruro de sodio, recogido por succión y secado a 30°C.



Sobre algodón se obtiene, según el procedimiento indicado en el Ejemplo 3, un estampado negro azulado de excelente resistencia a la luz y al lavado.

### EJEMPLO 294

25. 30,4 partes de ácido 2-amino-8-oxinaftalin-3,6-disulfónico son disueltas en condición neutra en 300 partes de agua y son calentadas a 60-65°C. A la solución se agregan 20 partes de 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina. En el transcurso de una hora se agregan

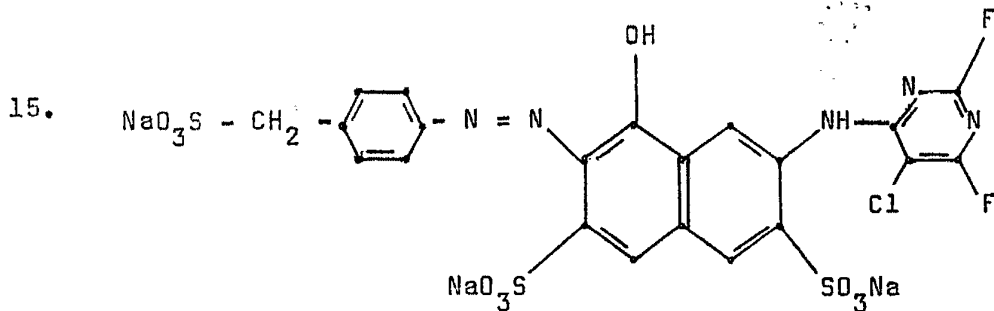
30. 40 partes de una solución de sosa al 15 %, de modo que



344891

el valor pH está a 6-6,5. El producto de acilación se precipita en parte.

Una solución de diazonio recientemente preparada de 13,6 partes de ácido p-aminobencilsulfónico es introducida gota a gota a 0-5°C en la suspensión del producto de acilación, mezclada con 12,5 partes de sosa. Después de una agitación durante 5 horas a la temperatura de un baño de hielo, se precipita el colorante formado con sal común, se lo recoge por succión, se lo lava con una solución diluida de sal común y se lo seca a 30°C en el secadero de vacío. El colorante obtenido corresponde a la fórmula



20.

Si se procede como arriba se ha indicado, pero en lugar de 30,4 partes de ácido 2-amino-8-oxinaftalín-3,6-disulfónico, se acilan 30,4 partes de ácido 2-amino-5-oxinaftalín-1,7-disulfónico y se somete a la copulación el componente de copulación que contiene grupos reactivos, con ácido p-aminobencilsulfónico, se obtiene un colorante reactivo fácilmente soluble que tinte tejidos que contienen fibras de celulosa, en mates brillantes anaranjados tirantes al rojo.

30.

Se impregna un tejido de algodón o celulosa



344891

9 SEP. 1944

5. en el Foulard a 20-25<sup>o</sup> con una solución que por litro de baño contiene 30 g del colorante descrito en el primer párrafo de este ejemplo, 100 g de úrea y 20 g de sosa, se exprime el tejido hasta un contenido de humedad de aproximadamente un 100 % y se vuelve a arrollar el tejido húmedo. Después de un reposo durante 4 horas a la temperatura ambiente, se enjuaga el tejido, se lo jabona en la forma usual a la temperatura de ebullición y se lo seca. Se obtiene una teñidura brillante de color escarlata de buena resistencia a la mojadura y a la luz.

10. Se impregna un tejido de algodón o celulosa en el Foulard a 20-25<sup>o</sup>C con una solución que por litro de baño contiene 30 g del colorante descrito en el primer párrafo de este ejemplo, 100 g de úrea y 20 g de sosa, se exprime el tejido hasta un contenido de humedad de aproximadamente un 100 % y se lo trata con vapor durante 30 segundos a 103<sup>o</sup>C. Después de enjuagar, de jabonar a la temperatura de ebullición y de secar, se obtiene también una teñidura brillante de color escarlata de buena resistencia a la mojadura y a la luz.

15. Un tejido de algodón es impregnado con una solución de 20-25<sup>o</sup>C que por litro de baño contiene 20 g del colorante que puede ser obtenido según este ejemplo, párrafo 1, y 0,5 g de un agente humectante no ionógeno (por ejemplo, un alcohol oleílico polioxetilado) así como 150 g de úrea y 15 g de bicarbonato de sodio. Subsiguientemente se exprime el tejido entre dos cilindros de goma hasta un contenido de humedad de aproximadamente un 100 %. Después del secamiento intermedio a

3448919 SEP 1964



50-60°C, se calienta durante 10 minutos a 140°C y se enjuaga la teñidura así obtenida cuidadosamente con agua caliente y se lo trata durante 10 minutos a la temperatura de ebullición con una solución que por litro contiene 5 g de jabón de Marsella y 2 g de sosa. Después del enjuague y del secamiento se obtiene una teñidura fuerte de color escarlata de buena resistencia a la mojadura y a la luz.

10. Si se estampa un tejido de celulosa con una pasta para el estampado que por kilogramo contiene 30 g del colorante descrito en el primer párrafo de este ejemplo, 100 g de úrea, 300 g de agua, 500 g de espesativo de alginato (60 g de alginato de sodio por kg de preparación espesativa), 10 g de sosa y 10 g de la sal sódica del ácido 3-nitrobenzolsulfónico y se completó con agua hasta 1 kg, si subsiguientemente se efectúa un secamiento intermedio y entonces se trata el tejido con vapor durante 30 segundos a 103-115°C en un aparato de vapor apropiado, se obtiene, después de enjuagar y de jabonar a la temperatura de ebullición, una teñidura intensa de color escarlata de buenas propiedades de resistencia.

25. 100 partes de lana son introducidas a 40°C en un baño que en 5000 partes de agua contiene 1,5 partes del colorantes descrito en el primer párrafo de este ejemplo, así como 6 partes de ácido acético al 30 % y 0,5 partes de un derivado polioxetilado de estearilamina conteniendo grupos hidroxilo, Se calienta el baño de teñir dentro de 30 minutos hasta la temperatura de ebullición y entonces a esta temperatura se tifie duran

344891

9 SEP



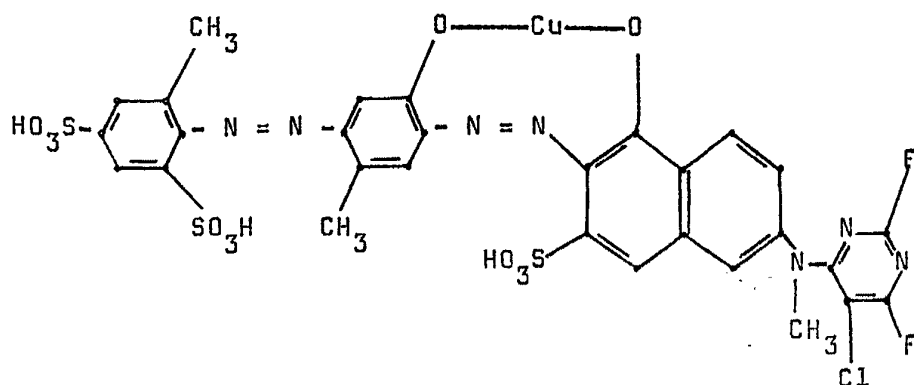
te una hora. Después del enjuague y del secamiento, se obtiene una teñidura de escarlata brillante de buena resistencia al lavado, al batanado y a la luz.

EJEMPLO 295

5. Se diazotan 28,9 partes de ácido 2-amino-1-metilbenzol-3,5-disulfónico (sal monosódica) y se somete el compuesto diazónico a la copulación con 13,7 g de 1-amino-2-metoxi-5-metilbenzol en un medio debilmente ácido. El colorante monoazónico obtenido es aislado y subsiguientemente o también sin aislamiento directamente en solución es diazotado y sometido a la copulación en un medio alcalino con 25,3 partes de ácido 2-metilamino-5-hidroxinaftalin-7-sulfónico, El colorante diazónico obtenido es precipitado por adición de cloruro de sodio, es recogido por succión y el producto aislado es metalizado con aproximadamente 50 partes de sulfato de cobre cristalizado, 40 partes de dietanolamina y 50 partes de amoniaco (D : 0,88) en 5 horas a 95-100°C. De la solución de Cu-metalización el colorante es aislado por adición de sal y por una cuidadosa acidulación.
- 10.
- 15.
- 20.
- Ahora el colorante amino-disazónico Cu-metalizado es acilado en solución acuosa a un pH de 7 y a una temperatura de 20-30°C con 20 partes de 2,4,6-trifluor-5-cloro-pirimidina, manteniéndose el valor pH por adición de sosa dentro del margen indicado, Una vez terminada la acilación, el colorante es aislado con cloruro de sodio y secado a 35°C. El colorante corresponde, en la forma del ácido sulfónico libre, a la fórmula:
- 25.
- 30.



344891



10. El mismo tinte tejidos de celulosa, según los procedimientos conocidos para colorantes reactivos, en matices de azul marino resistentes a la mojadura y a la luz.

En forma similar pueden prepararse colorantes ulteriores de acuerdo con la invención, si se combina el colorante monoazóico de ácido 2-amino-1-metilbenzol-3,5-disulfónico y de 1-amino-2-metoxi-5-metilbenzol arriba indicado, con los ácidos aminonaftolsulfónicos detallados en la siguiente tabla y con 2,4,6-trifluor-5-cloro-pirimidina en una forma correspondiente a las prescripciones arriba indicadas.

Componente de copulación:

ácido 2-amino-5-hidroxinaftalin-1,7-disulfónico

ácido 2-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico

EJEMPLO 296

25. 0,1 mol de ácido 4-ureido-2-amino-1-hidroxibenzol-5-sulfónico es diazotado y es sometido a la copulación en un medio sosa-alcalino con 0,1 mol de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-2,4-disulfónico. La solución de copulación es ajustada con sosa cáustica a un contenido de 2 moles/litro y entonces es calentada a la tem

30.

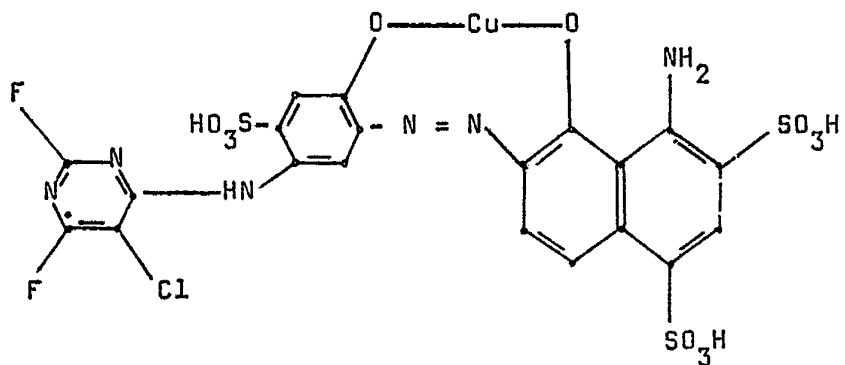
344891



5. temperatura de ebullición durante 3 horas con reflujo para la saponificación del grupo ureido. Por adición de 25 partes de sulfato de cobre y de 100 partes de lejía sódica 2-normal, el colorante es metalizado a 45°C y a un valor pH de 4-6 y al cabo de 30 minutos, a un pH de 6-7 y a una temperatura de 20-30°C es acilado con 0,1 mol de 2,4,6-trifluor-5-cloro-pirimidina. El colorante obtenido de la fórmula

10.

15.



20. es precipitado con sal. Sobre algodón se obtiene una teñidura azul.

EJEMPLO 297

25. Una pasta neutra de cloruro de ácido Cu-ftalocianin-3,3',3''-trisulfónico, preparada de 600 g de Cu-ftalocianina técnica al 96 % es amasada con un poco de agua y ajustada a 4 litros, y se la hace reaccionar a un valor pH de 3,5-6,0 con 216 g de N-metil-N-(4'-amino-2'-sulfobencil)-amina inicialmente a 0-3°C, finalmente a 20-35°C, bajo adición de 300 ml (= 295 g) de piridina, y subsiguientemente a un valor pH de 9 la

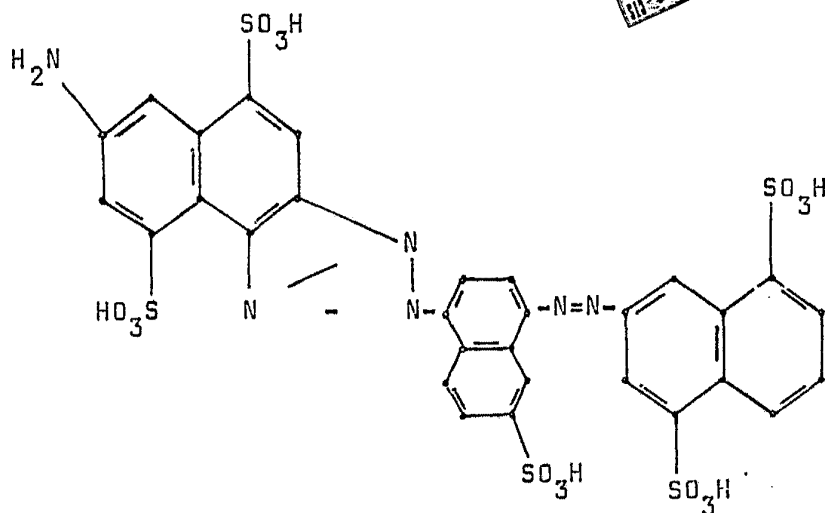
30. piridina es eliminada por destilación con vapor de agua

344891



- de la solución formada de 3'-sulfo-4'-metil-amino metil-anilida de ácido Cu-ftalocianin-disulfónico- ácido monosulfónico; en la solución calentada a 20-30°C, en el transcurso de 1 a 2 horas, se introducen en porciones gota a gota 300 g de 2,4,6-trifluor-5-cloro-pirimidina y por adición de lejía sódica diluída se mantiene un valor pH de 6-7. Al mismo tiempo, según necesidad, la mezcla de reacción es diluída con agua a tal grado que el colorante queda siempre disuelto.
- 5.
10. Se obtienen 10 litros de solución de colorante, de la cual se elimina el medio de acilación en exceso y que por adición de ácido acético se ajusta a un valor pH de 7,0 y de la cual se precipita el colorante por introducción bajo agitación de 2,5 litros de una
15. solución de sal común.
- Después de recoger por succión y de secar a 30°C, se obtiene un colorante claro azul turquí que en solución sosa-alcalina a 40-60°C es fijado sobre algodón con muy buen rendimiento y con muy buena resistencia al lavado.
20. Si se emplea el cloruro de ácido Ni-ftalocianin-3,3',3"-trisulfónico como material de partida, se obtiene un azul turquí tan solo un poco más verde con propiedades igualmente valiosas.
25. EJEMPLO 298
- 0,1 mol del colorante aminoazóico de la fórmula
- 30.

344891



15. - preparado según las indicaciones de nuestra Patente alemana nº. 1.115.865, por copulación del compuesto de diazonio a partir del ácido 2-aminonaftalin-4,8-disulfónico con el ácido 1-aminonaftalin-6-sulfónico, por diazotación ulterior del colorante aminoazóico obtenido, por copulación con la cantidad equivalente de ácido 2,5-diaminonaftalin-4,8-disulfónico y por transformación en el aminotriazol - es disuelto en 1000 partes por volumen de agua a un valor pH de 6 y mezclado bajo agitación a una temperatura de 20-30°C con 21 partes de 2,4,6-trifluor-5-cloro-pirimidina. Se neutraliza el ácido fluorhídrico lentamente liberado con una solución de sosa hasta la terminación de la reacción. Subsiguientemente el colorante es precipitado por adición de cloruro de sodio, aislado y secado en el vacío a aproximadamente 50°C. El mismo forma un polvo amarillo, soluble en agua con color amarillo.
- 20.
- 25.
- 30.

344891

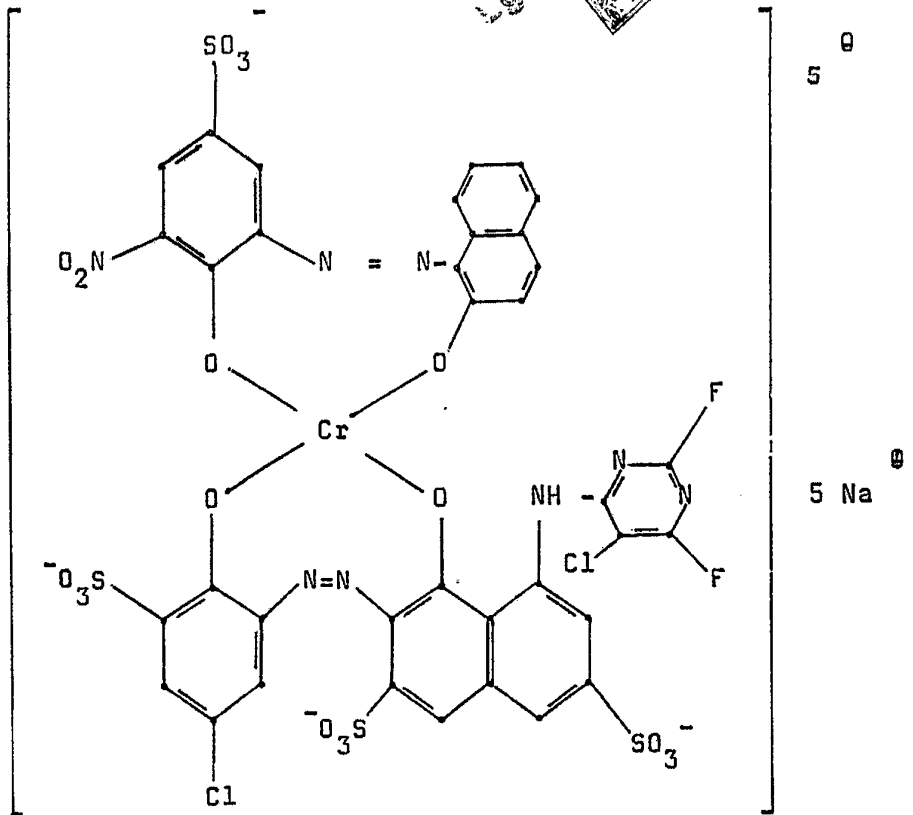


EJEMPLO 299

38,9 partes del colorante obtenido por copu-  
lación en un medio sosa-alcalino, de ácido 6-nitro-2-  
diazol-1-hidroxibenzol-4-sulfónico y de 2-hidroxinafta  
5. lina, son agitadas en 200 partes de agua a un pH de 8  
y a una temperatura de 70-80°C. En esta suspensión se  
introducen 67,9 partes del compuesto complejo de cromo  
que contiene 1 átomo de cromo por molécula de coloran-  
te, del colorante azóico a partir de ácido 4-cloro-2-  
10. diazo-1-hidroxibenzol-6-sulfónico y de ácido 1-amino-  
8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico, manteniéndose el va  
lor pH entre 7 y 9 por adición de gota a gota de una so  
lución de sosa. Al cabo de 20 minutos a 70-80°C se ha  
formado una solución de color azul oscuro. El cromato-  
15. grama de papel demuestra que se ha formado un complejo  
mixto uniforme. El complejo mixto es acilado dentro de  
una hora a 40°C y al pH de 6,5-7,5 con 22,0 partes de  
2,4,6-trifluor-5-cloro-pirimidina, manteniéndose el va  
lor pH dentro del margen indicado por agregarse gota a  
20. gota una solución de sosa. El colorante acilado es pre  
cipitado con un 20 % de cloruro de potasio, aislado por  
filtración y secado a 30°C. Se obtiene un polvo oscuro  
que se disuelve en agua con color gris azulado.

El colorante como sal pentasódica correspon-  
25. de a la fórmula

344891



20. y tinte algodón, según los procedimientos indicados en los Ejemplos 1 a 3 en matices gris hasta negro.

25. De los componentes de partida indicados en la siguiente tabla, en la forma descrita en este ejemplo, pueden obtenerse también colorantes valiosos. Para la preparación de estos colorantes, se aplicó siempre, como complejo 1 : 1 de cromo, el colorante azóico que contiene el grupo reactivo en el complejo mixto 2 : 1.



# 344891

Ejem- plo No.	complejo 1:1 de cromo	colorante exen to de metal	matiz sobre algodón
5.	300 ácido 4-nitro-2-amino- 1-hidroxibenzol-6-sul- fónico → ácido 1-amino- 8-hidroxinaftalin- 3,6-disulfónico	4-nitro-2-amino- 1-hidroxibenzol → 2-hidroxinafta- lina	negro
	301 "	"	negro
	302 "	"	negro
10.	303 "	4-nitro-2-amino- 1-hidroxibenzol → ácido 2-hidro xinaftalin-6-sul fónico	negro
	304 "	"	negro
15.	305 "	4-nitro-2-amino- 1-hidroxibenzol → ácido 1-hidro xinaftalin-4-sulfónico	azul mari no
	306 "	ácido 6-nitro-2- amino-1-hidroxi- benzol-4-sulfóni co → 2-hidroxi- naftalin	negro
20.	307 "	4-nitro-2-amino- 1-hidroxibenzol → 1-acetilamino -7-hidroxinafta- lina	negro
25.	308 "	ácido 6-nitro-1- amino-2-hidroxi- naftalin-4-sulfó nico → 2-hidro- xinaftalina	negro
30.	309 ácido 4-nitro-2-amino- 1-hidroxibenzol-6-sul- fónico → ácido 1-amino -8-hidroxinaftalin-4,6 -disulfónico	ácido 4-nitro-2- amino-1-hidroxi- naftalin-6-sulfó nico → 2-hidro- xinaftalina	negro



344891

9 SEP 1951

Ejem- plo No.	complejo 1:1 de cromo	colorante exen to de metal	matiz sobre algodón
5.	310 ácido 4-cloro-2-amino-1-hidroxibenzol-6-sulfónico → ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico	4-nitro-2-amino-1-hidroxibenzol → 2-hidroxinaftalina	negro azu lado
	311 "	"	negro azu lado
10.	312 "	4-nitro-2-amino-1-hidroxibenzol → ácido 2-hidroxinaftalin-6-sulfónico	negro azu lado
	313 "	4-cloro-2-amino-1-hidroxibenzol → 2-hidroxinaftalina	azul mari no
15.	314 "	4-nitro-2-amino-1-hidroxibenzol → ácido 1-acetilamino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico	azul
20.	315 "	4-nitro-2-amino-1-hidroxibenzol → ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-2,4-disulfónico	azul mari no
25.	316 "	ácido 6-nitro-1-amino-2-hidroxinaftalin-4-sulfónico → 2-hidroxinaftalina	negro azu lado
30.	317 "	ácido 2-aminobenzol-1-carboxílico → ácido 5-sulfónico → 1-fenil-3-metil-5-pirazolona	verde gri sáceo

344891

9 SEP. 1951

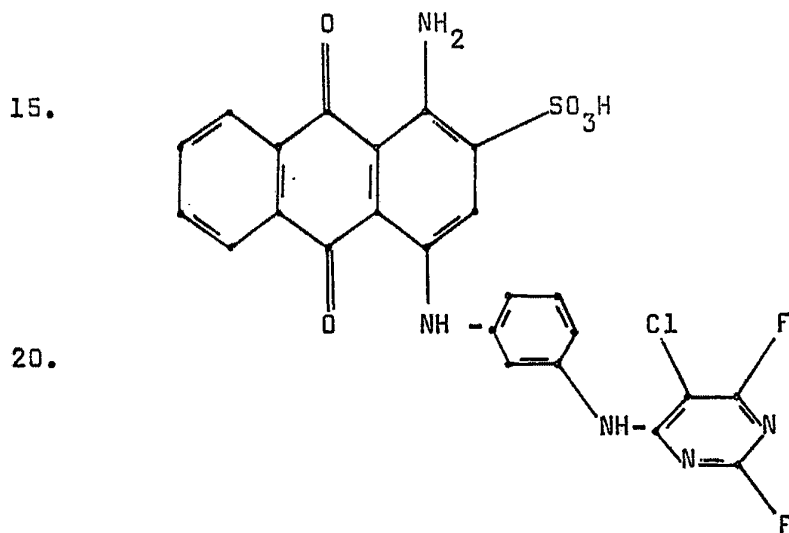


Ejem- plo No.	complejo 1:1 de cromo	colorante exen to de metal	matiz sobre algodón
5.	318 ácido 4-nitro-2-amino-1-hidroxibenzol-6-sulfónico → ácido 1-amino-8-hidroxinaftalín-3,6-disulfónico	ácido 6-nitro-1-amino-2-hidroxi-naftalín-4-sulfónico → 2-hidroxinaftalina	negro
10.	319 ácido 4-cloro-2-amino-1-hidroxibenzol-6-sulfónico → ácido 1-amino-8-hidroxinaftalín-3,6-disulfónico	4-cloro-2-amino-1-hidroxibenzol → 1-(4'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona	violeta
10.	320 ácido 4-metil-2-amino-1-hidroxibenzol-6-sulfónico → ácido 1-amino-8-hidroxinaftalín-3,6-disulfónico	4-cloro-2-amino-1-hidroxibenzol → ácido 2-hidroxinaftalín-6-sulfónico	azul tirante al rojo
15.	321 ácido 4-nitro-2-amino-1-hidroxibenzol-6-sulfónico → ácido 1-amino-8-hidroxinaftalín-3,6-disulfónico	5-nitro-2-amino-1-hidroxibenzol → ácido 2-hidroxinaftalín-6-sulfónico	negro
20.	322 "	4-nitro-2-amino-1-hidroxibenzol → ácido 2-hidroxinaftalín-6-sulfónico	negro
20.	323 "	4-nitro-2-amino-1-hidroxibenzol → ácido 1-hidroxinaftalín-5-sulfónico	negro
25.	324 "	6-nitro-2-amino-1-hidroxibenzol → ácido 1-hidroxinaftalín-5-sulfónico	negro
30.	<u>EJEMPLO 325</u> 8,2 partes de ácido 1-amino-4- / 3'-amino-anil		

344891



lino-7-antraquinon-2-sulfónico se disuelven en una mezcla de 160 partes de agua y 80 partes de dioxano bajo adición de 1,05 partes de carbonato de sodio. A 0°C se agregan gota a gota 3,8 partes de 2,4,6-trifluor-5-cloro-pirimidina y por adición de una solución de sosa 2-normal se mantiene un valor pH de 6-6,5. Una vez terminada la acilación, se precipita el colorante a 20°C con 25 partes de sal común y se recoge por succión el producto cristalino, se lo lava con una solución al 2% de sal común y se lo seca en el vacío a 30°C. El colorante tinte lana en matices azules muy resistentes a la mojadura



25.

EJEMPLO 326

8,3 partes de ácido 1-amino-4-(4'-aminociclohexilamino)-7-antraquinon-2-sulfónico se disuelven en 160 partes de agua y 80 partes de dioxan bajo adición de 1,3- partes de lejía sódica al 45 % y a 0°C se agregan gota a gota 3,8 partes de 2,4,6-trifluor-5-cloro

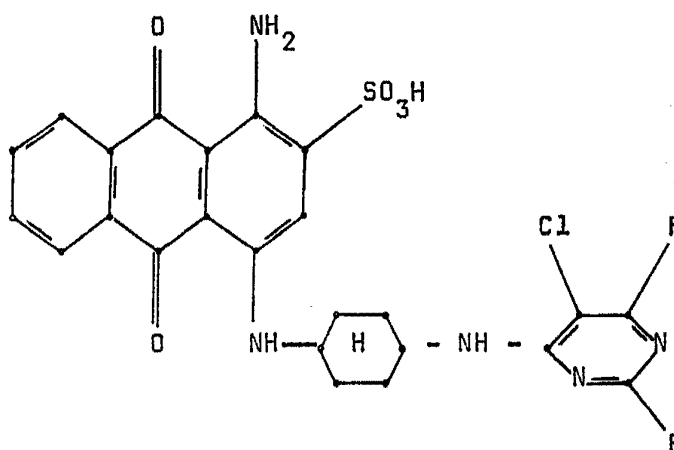
30.



344891

ro-pirimidina. Por adición de una solución de sosa 2-normal se mantiene un valor pH de 9-10. Una vez terminada la acilación, se ajusta el valor pH a 4,5 mediante la adición de ácido clorhídrico. Se recoge por succión el producto cristalino y se lo lava con una solución al 2 % de sal común hasta que esta solución salga en condición incolora. El colorante obtenido es secado en el vacío a 30-40°C; el mismo tiñe lana en matices claros azules resistentes al lavado.

10.



15.

20.

EJEMPLO 327

15,9 partes de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalín-3,6-disulfónico se disuelven en 150 partes de agua y se acilan a 20 C y a un pH de 5,5-6 con 10,2 partes de dicloro-difluorpirimidina. Se neutraliza el ácido fluorhídrico liberado con lejía sódica 2-normal. Para la copulación se diluye la preparación con 450 partes de agua, se agregan 10 partes de sosa y a 0°C se hace entrar una suspensión que contiene 9,9 partes de ácido 2-aminobenzolsulfónico. Se mantiene el valor pH a 7-8.

30.

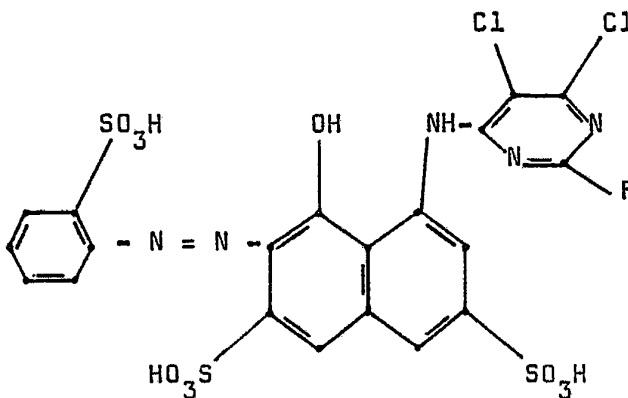
344891 9 SEP



Una vez terminada la reacción, se ajusta el pH a 6, se precipita el producto de reacción con 100 partes de sal común, se lo recoge por succión y se lo lava con una solución al 20 % de sal común. Se obtiene el colorante

5. rojo

10.



15.

que tiñe algodón en baño largo a 20-40°C en matices rojos resistentes a la mojadura.

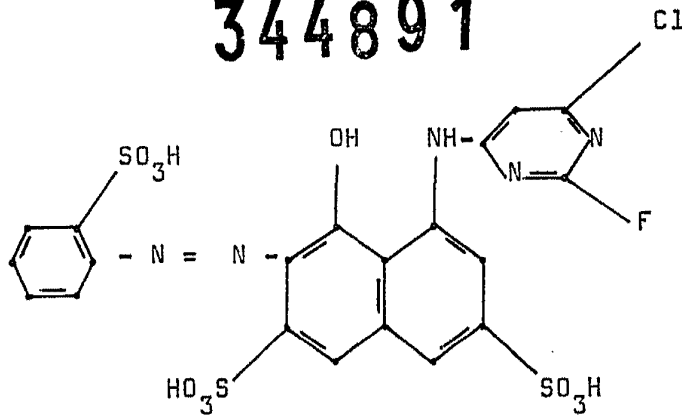
EJEMPLO 328

15,9 partes de ácido 1-amino-8-hidroxinafta  
20. lin-3,6-disulfónico se disuelven en 150 partes de agua y se acilan a 20 - 25°C con 8,3 partes de 2,4-difluor-6-cloro-pirimidina. Se neutraliza el ácido fluorhídrico liberado con lejía sódica. El modo operativo ulterior procede como en el Ejemplo 327. Se obtiene el colorante rojo  
25.



344891

5.



10.

que tinte algodón a aproximadamente 30 - 50°C.

EJEMPLO 329

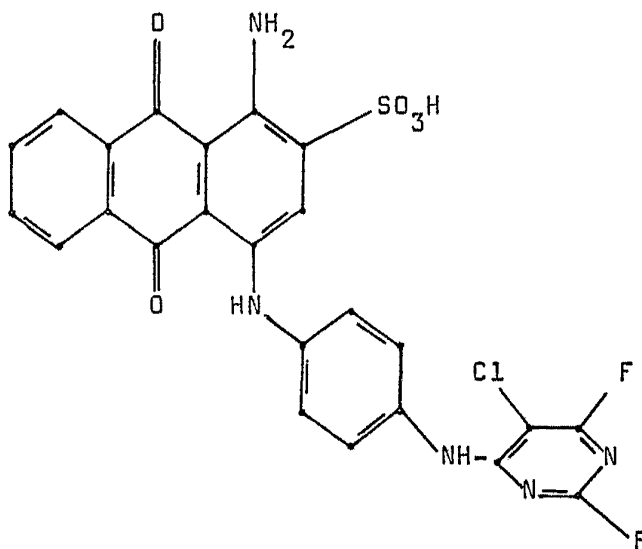
15.

8,2 partes de ácido 1-amino-4-(p-amino-anilino)-antraquinon-2-sulfónico en una mezcla de 160 partes de agua y 80 partes de dioxano y se hace reaccionar la solución con 3,8 partes de trifluor-cloropirimidina a 0°C y a un pH de 6-7. Se mantiene el valor pH constante con lejía sódica 2-normal. Una vez terminada la reacción, se recoge el colorante por succión a 20°C y se lo lava con una solución al 2 % de sal común. Se

20.

lo seca a 60°C. El colorante

25.



30.

344891



tíñe algodón en matices azules tirantes al verde de buena resistencia a la mojadura.

EJEMPLO 330

- 7,6 partes de ácido 2-oxinaftalin-6,8-disulfónico se disuelven en 100 partes de agua bajo adición de sosa. Subsiguientemente se agrega una suspensión de la sal de diazonio del ácido 1-amino-3-(2',6'-difluor-5'-cloro-pirimidinil-4')-aminobenzol-4-sulfónico (preparado a partir de 4,7 partes de ácido 1,3-diaminobenzol-4-sulfónico, en forma correspondiente al Ejemplo 30) a 0°C y se mantiene constante el valor pH de 8. Después del ajuste a la condición ácida, se precipita con 20 partes de NaCl, se recoge por succión el producto de reacción cristalino y se lo lava con una solución al 20 % de Na Cl. Se seca el colorante a 60°C. El mismo tinte lana en matices claros anaranjado de buena resistencia al batanado y a la cocción.

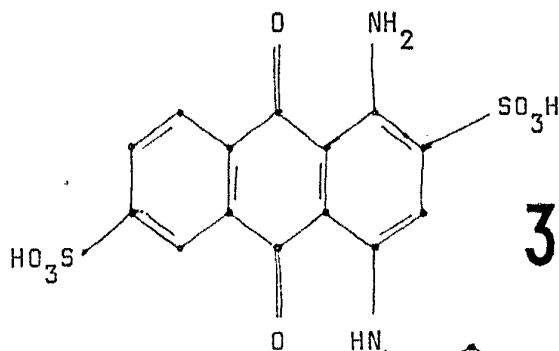
EJEMPLO 331

- 9,5 partes de ácido 1-amino-4-(p-amino-fenilamino)-antraquinon-2,6,2'-trisulfónico se disuelven en 95 partes de agua y a 20-25°C se agregan 5,0 partes de 2,4,6-trifluor-5-cloro-pirimidina. Se mantiene el valor pH entre 6 y 7. Una vez terminada la reacción, se recoge por succión el producto de reacción precipitado

9 SEP. 1967

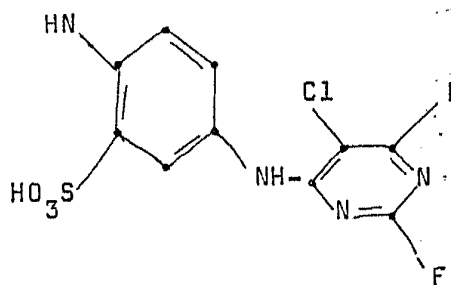


5.



344891

10.



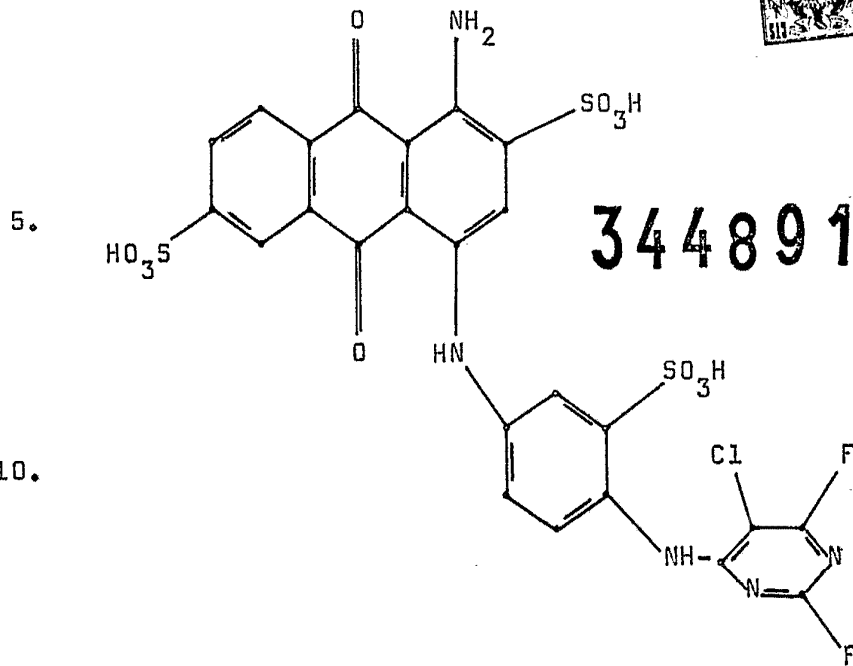
15.

y se lo lava con una solución al 5 % de sal común. Se seca el colorante en el vacío a 60°C.

EJEMPLO 332

20.

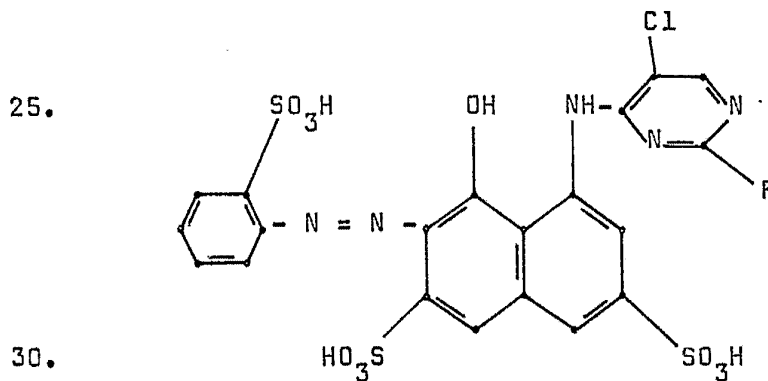
57 partes de ácido 1-amino-4-(p-amino-fenil-amino)-antraquinon-2,6,3'-trisulfónico se disuelven en 600 partes de agua y se mezclan con 18 partes de trifluorcloropirimidina. Con lejía sódica se mantiene un valor pH de 6-7. La elaboración procede como en el Ejemplo 331. Se obtiene un colorante verde



15.

EJEMPLO 333

15,9 partes de ácido 1-amino-8-hidroxinafta-  
lin-3,6-disulfónico se disuelven en 150 partes de agua  
y se mezclan a un valor pH de 6-7 con 10 partes de 2,  
4-difluor-5-cloro-pirimidina-. Se neutraliza el ácido  
20. fluorhídrico liberado con lejía sódica 2-normal. La co-  
pulación y elaboración proceden como en el Ejemplo 327.  
Se obtiene el colorante





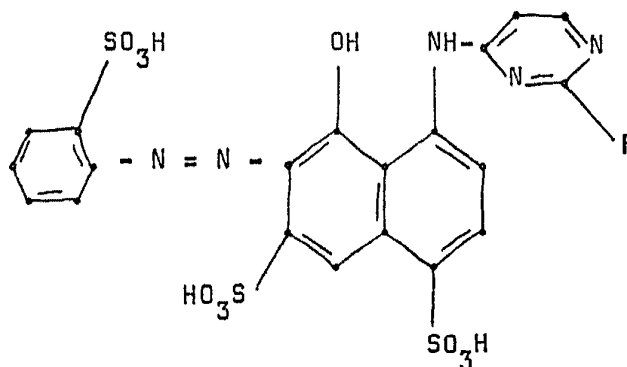
# 344891

que tiñe algodón a 60°C en el medio alcalino en matices rojos tirantea al azul resistentes a la mojadura.

### EJEMPLO 334

15,9 partes de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalín-4,6-disulfónico se disuelven en 150 partes de agua y se acilan a un pH de 6-7 con 6 partes de difluorpirimidina. La copulación y elaboración proceden como en el Ejemplo 327. Se obtiene el colorante

10.



15.

que dá sobre algodón estampados rojos de buena resistencia a la mojadura.

20.

### EJEMPLO 335

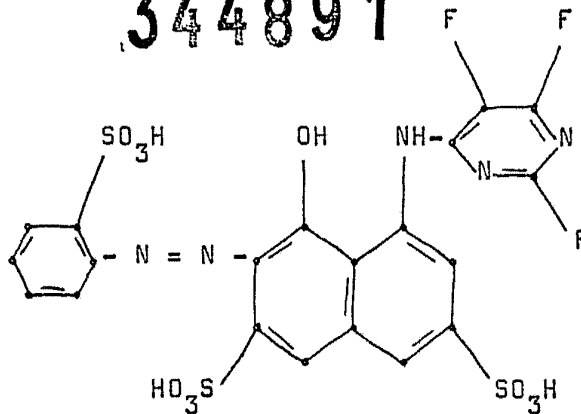
15,9 partes de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalín-3,6-disulfónico se disuelven en 150 partes de agua y se hacen reaccionar con 9 partes de tetrafluorpirimidina a un valor pH de 5,5-6. La copulación y la elaboración ulterior proceden en forma correspondiente al Ejemplo 327. Se obtiene el colorante

25.

9 SEP 1951

344891

5.  
5.



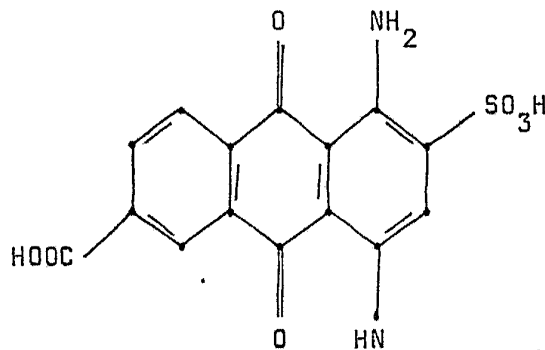
10.

que tiñe algodón en baño largo en matices rojos resistentes.

EJEMPLO 336

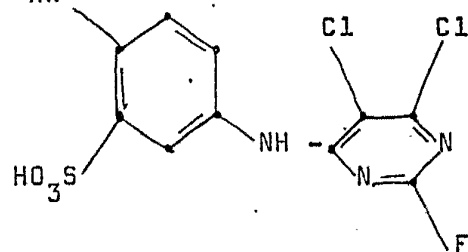
15. 12,2 partes de ácido 1-amino-4-(p-amino-fenil amino)-antraquinona-2,2'-disulfón-6-carboxílico son disueltas en 360 partes de agua y aciladas a un pH de 6 con 3,7 partes de difluor-dicloro-pirimidina. El colorante formado

20.



25.

30.



344891



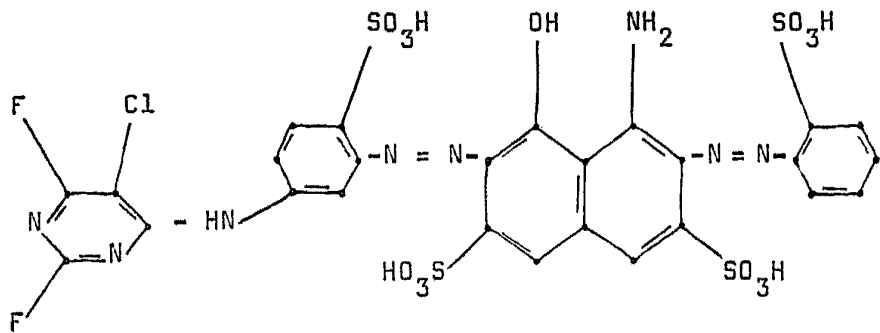
es precipitado con 10 g de sal común, recogido por succión y lavado con una solución al 10 % de sal común. El mismo tinte lana de azul tirante al verde con muy buena resistencia al batanado y a la cocción.

5.

EJEMPLO 337

A una solución de 15,1 partes de un producto ácido de copulación del ácido 1-amino-8-hidroxinaftalín-3,6-disulfónico con el ácido o-sulfanílico diazotado, en 150 partes de agua, se agrega a un pH de 8 y a una temperatura de 0-5°C una suspensión de la sal de diazonio del ácido 1-amino-3-(2',6'-difluor-5'-cloropirimidinil-4')-aminobenzosulfónico (preparado de 5,7 partes de ácido 1,3-diaminobenzol-4-sulfónico en forma correspondiente al Ejemplo 30). Durante la copulación se mantiene un valor pH de 8 y, una vez terminada la reacción, se ajusta el pH a 6. El colorante

20.



25.

es precipitado con 100 partes de sal común, recogido por succión y secado en el vacío a 60°C. Sobre algodón por teñidura en baño largo se obtiene un matiz negro.

EJEMPLO 338

30.

10 partes de ácido 1-amino-4-(3'-/2'',6''-di-

344891



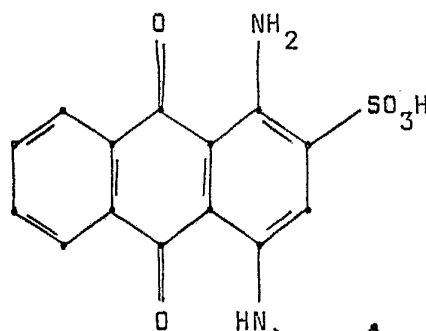
SEP. 1967

fluor-5"-cloro-pirimidinil-amino-7-anilino)-antraquinon-2-sulfónico son introducidas en 70 partes de ácido sulfúrico al 13 % a una temperatura a 0°C. Hacia el final de la reacción se aumenta la temperatura hasta 20°C y,

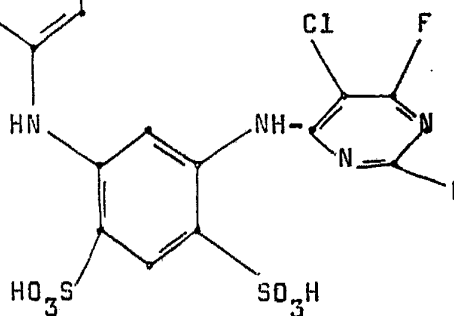
5. después de la sulfonación completa, se introduce la mezcla de reacción en una mezcla de 220 partes de agua helada y de 30 partes de cloruro de potasio. El producto muy bien cristalizado es recogido por succión y lavado con una solución saturada de cloruro de potasio

10. hasta la condición neutra. El colorante de la probable fórmula

15.



20.



tiñe algodón y lana en matices azules tirantes al rojo

25. de buena resistencia a la mojadura.

EJEMPLO 339

10 partes de ácido 1-amino-4-(3'-[2",6"-difluor-5"-cloro-pirimidinil-7-anilino)-antraquinon-2,6-disulfónico son disueltas a 0°C en 65 partes de ácido

30. sulfúrico al 13 % y, una vez terminada la sulfonación,

344891



1967

5. la solución es introducida en una mezcla de 220 partes de hielo y de 30 partes de cloruro de potasio. Se recoge por succión el colorante precipitado, se lo lava con una solución saturada de cloruro de potasio y se lo seca en el vacío a 60°C. Sobre algodón se obtienen estampados azules de buena resistencia a la mojadura.

EJEMPLO 340

10. 79,7 partes de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalín-3,6-disulfónico son disueltas en 500 partes de agua y a la solución se agrega una suspensión de la sal diazónica del ácido 1-amino-3-(2',6'-difluor-5'-cloro-pirimidinil-4')-amino-benzol-6-sulfónico (preparado según el Ejemplo 30 a partir de 47 partes del ácido 1,3-diaminobenzolsulfónico). Con una solución de acetato de sodio se ajusta un valor pH de 4,5 y, una vez terminada la copulación, se recoge por succión el producto de reacción cristalino y se lo lava con una solución al 10 % de cloruro de sodio. Se seca el colorante en el vacío a 60°C.

20.

EJEMPLO 341

25. 36,6 partes del colorante monoazónico del Ejemplo 340 se disuelven en 460 partes de agua y 6,7 partes de sosa y, bajo mantenimiento de un pH de 8-8,5, se agrega la solución de diazonio de 4,7 partes de anilina a una temperatura de 0-5°C. Se agita todavía durante aproximadamente 3 horas, se ajusta con ácido clorhídrico un pH de 5,5, se recoge por succión el colorante formado y se lo lava con una solución al 5 % de la solución de sal común. El colorante

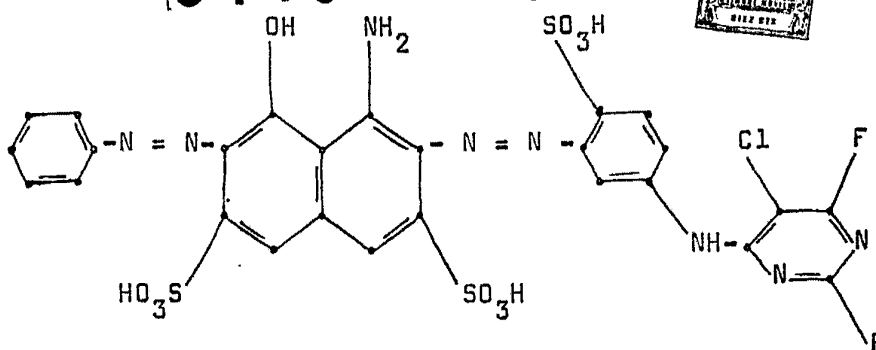
30.

344891

9 SEP. 1967



5.



10. es secado en el vacío a 60°C y da en una teñidura al 8-10 % un matiz negro sobre algodón y lana sintética.

Si en este ejemplo, en lugar de anilina, se emplean los componentes diazóticos indicados en la siguiente tabla, en cantidad equivalente, se obtienen también colorantes valiosos:

15. Ejem- plo No.	componente diazótico	matiz
342	ácido 2-amino-benzol-1-sulfónico	negro
343	ácido 2-amino-5-cloro-benzol-1-sulfónico	negro
344	ácido 2-amino-5-metil-benzol-1-sulfónico	negro
20. 345	ácido 2-amino-5-nitro-benzol-1-sulfónico	negro
346	ácido 2-amino-naftalin-1-sulfónico	negro
347	ácido dehidro-p-toluidindisulfónico	negro
348	ácido 2-amino-naftalin-1,5-disulfónico	negro

25.

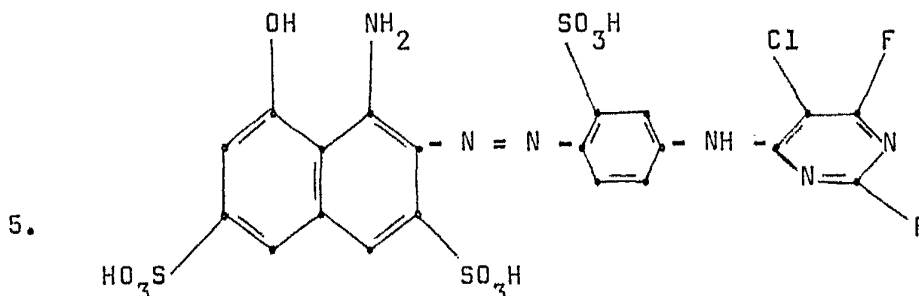
EJEMPLO 349

En forma análoga al Ejemplo 340, a partir del ácido 1,4-diamino-benzol-2-sulfónico se obtiene el colorante de la siguiente fórmula

30.



344891



10. Si éste se somete a la copulación con los siguientes componentes diazónicos, se obtienen también colorantes negros:

Ejem- plo No.	componente diazónico	matiz
350	ácido 2-amino-benzol-1-sulfónico	negro
15. 351	ácido 2-amino-5-nitro-benzol-1-sulfónico	negro
352	ácido 2-amino-5-metil-benzol-1-sulfónico	negro
353	ácido 2-amino-naftalin-1,6-disulfónico	negro
354	ácido 2-amino-naftalin-1,7-disulfónico	negro
355	p-toluidina	negro

20. EJEMPLO 356

9,4 partes de ácido p-fenilendiamino-2-sulfónico son disueltas en 95 partes de agua a un valor pH de 7 y aciladas a 0-5°C con 9,3 partes de 5-cloro-2,4,6-trifluor-pirimidina bajo mantenimiento del valor pH por adición de gota a gota de lejía sódica 2-normal.

25. Se diluye con 70 partes de agua, se agregan 3,5 partes de nitrito de sodio y se hace entrar la mezcla bajo buena agitación a 0-5°C en una mezcla de 150 partes de agua y 13 partes de ácido clorhídrico concentrado.

30. Al cabo de una hora se destruye el nitrito en exceso con

344891



ácido amidosulfónico y se introduce la suspensión de la sal de diazonio a 0-5°C en una solución de 15,9 partes de ácido 1-amino-8-oxinaftalin-2,4-disulfónico en 100 partes de una solución al 8 % de sosa. Se mantiene el valor pH a 8 hasta terminarse la copulación, entonces se ajusta con ácido clorhídrico a un pH de 5,5 y se precipita el colorantes con sal. Se recoge el producto por succión, se lo lava con una solución de sal común y se lo seca en el vacío a 60°C. Sobre algodón y lana se obtienen teñiduras violetas de buena resistencia a la mojadura.

Si en este ejemplo, como componentes de copulación, se emplean los compuestos indicados en la siguiente tabla, se obtienen también valiosos colorantes reactivos:

Ejem- plo No.	componente de copulación	matiz
357	ácido 2-metilamino-8-oxinaftalin-6-sulfónico	rojo tirante al azul
358	ácido 2-oxinaftalin-6,8-disulfónico	anaranjado
359	ácido 1-acetilamino-8-hidroxinaftalin-4,6-disulfónico	rojo

EJEMPLO 360

15,9 partes de ácido 1-amino-8-oxinaftalin-4,6-disulfónico son disueltas en 100 partes de agua y aciladas a 0°C con 9,3 partes de trifluorcloropirimidina. Se mantiene un valor pH de 6,5-7. Se efectúa la copulación con una solución de anilina diazotada a 0°C y

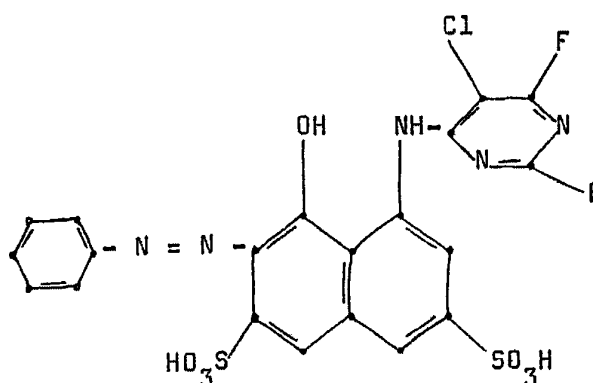


344891 9 SEP. 1967

a un valor pH de 7-8. Una vez terminada la reacción se ajusta a un valor pH de 6, se recoge por succión el producto de reacción y se lo lava con una solución al 5 % de sal común. El colorante

5.

10.



15.

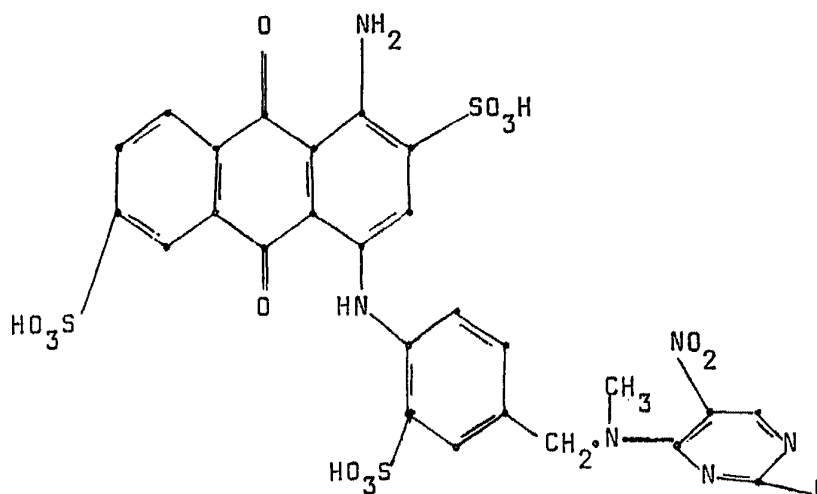
es secado en el vacío a 60°C y tiñe algodón en matices rojos resistentes a la mojadura.

EJEMPLO 361

20.

6 partes de ácido 1-amino-4-(4'-N-metil-aminometil-anilino)-antraquinon-2,6,2'-trisulfónico son disueltas en 160 partes de agua y aciladas a 0-5°C con 2 partes de 5-nitro-2,4-difluor-pirimidina. Con lejía sódica se mantiene un valor pH de 6,5-7. Una vez termina la reacción, se precipita el colorante con sal común, se lo recoge por succión y se lo seca en el vacío. El colorante

25.





# 344891

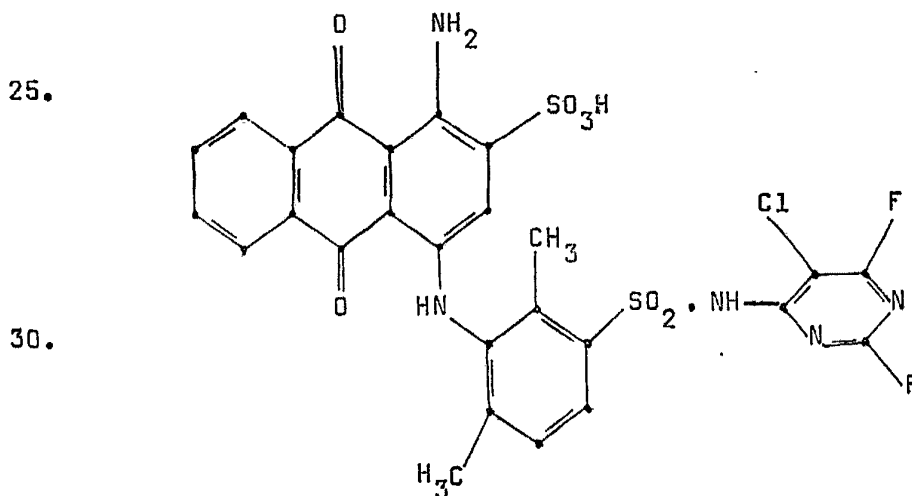
dá sobre lana matices azules.

### EJEMPLO 362

12,3 partes del colorante, preparado por co-  
 pulación del ácido 1-(5'-cloro-2',6'-difluorpirimidinil-  
 5. -amino)-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico con anilina  
 diazotada, son disueltas en 160 partes de ácido sulfú-  
 rico al 10 % a una temperatura de 0°C y, una vez termi-  
 nada la sulfonación, son agregadas a una mezcla de 500  
 partes de hielo y 120 partes de sal común; el producto  
 10. de reacción es recogido por succión y lavado con una  
 solución de sal común y secado en el vacío. El coloran-  
 te obtenido tiñe algodón en matices rojos resistentes.

### EJEMPLO 363

10 partes de ácido 1-amino-4-(2',6'-dimetil-  
 15. -anilino-3'-sulfonamido)-antraquinon-2-sulfónico son  
 disueltas en 150 partes de agua y ajustadas a un valor  
 pH de 12. Se acila con 3,7 partes de trifluorcloropiri-  
 midina y, una vez terminada la reacción, se ajusta a un  
 valor pH de 5; se precipita el colorante formado con 25  
 20. partes de cloruro de potasio, se lo recoge por succión  
 y se lo lava con una solución helada al 15 % de cloru-  
 ro de potasio. El colorante



344891

9 SEP. 1967

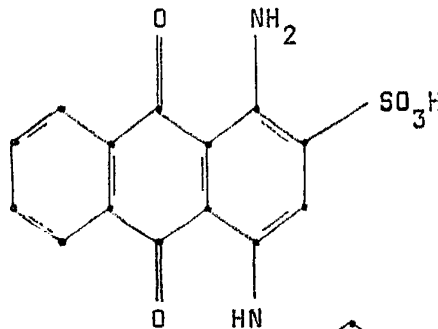


es secado en el vacío a 60°C y tiñe lana en matices claros azules.

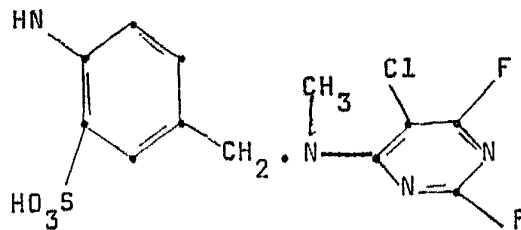
EJEMPLO 364

26 partes del ácido 1-amino-4-(4'-N-metil-aminometil-anilino)-antraquinon-2,2'-disulfónico son disueltas en 560 partes de agua y aciladas a 0-5°C con 10,2 partes de difluordicloro pirimidina. Con lejía sódica 2-normal se mantiene un valor pH de 6-6,5. Luego, por adición de 10 partes de ácido clorhídrico, se ajusta a un valor pH de 1,5, se recoge entonces por succión el colorante formado y se lo lava con una solución al 5% de sal común. El colorante secado en el vacío a 60°C de la fórmula

15.



20.



25.

tiñe algodón en matices claros azules resistentes.

EJEMPLO 365

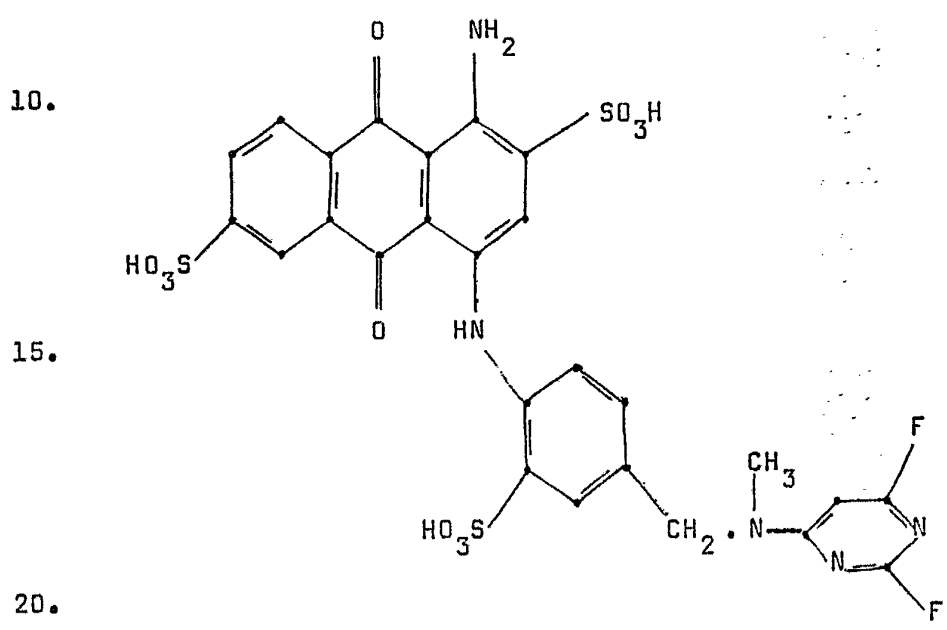
13,3 partes del ácido 1-amino-4-(4'-N-metil-aminometil-anilino)-antraquinon-2,6,2'-trisulfónico son

30.



344891

5. disueltas en 360 partes de agua y acilados a 20-25°C con 6 partes de 2,4,6-trifluor-pirimidina. Se mantiene el valor pH a 6-7 mediante adición de lejía sódica 2-normal. Una vez terminada la reacción, rápidamente se precipita con 65 partes de sal común y, aislado el precipitado, se lo seca en el vacío a 60°C. El colorante obtenido



dá sobre lana una teñidura de azul tirante al verde.

En forma análoga pueden obtenerse colorantes valiosos a partir de los siguientes componentes:

25.	Ejem- plo No.	colorante	componente reactivo	matiz
30.	366	ácido 1-amino-4-(4'-me tilaminometil-anilino) -antraquinon-2,6,2'- trisulfónico	2,4-difluor-6-clo ro-pirimidina	azul ti- rante al verde

344897

19 SEP 1968



Ejem- plo No.	colorante	componente reactivo	matiz
5.	367 ácido 1-amino-4-(4'- <u>me</u> tilaminometil-anilino)- -antraquinon-2,7,2'- trisulfónico	2,4-difluor-5- <u>cl</u> ro-pirimidina	azul
	368 ácido 1-amino-4-(4'- <u>ami</u> no-anilino)-antraquinon, 2,7-disulfónico	2,4-difluor-6- <u>di</u> fluor-metil-5- <u>cl</u> ro-pirimidina	verde azulado
10.	369 ácido 1-amino-4-(4''- <u>N</u> - metilaminometil-anili- no)-antraquinon-2,6,2'- trisulfónico	2,4-difluor-6- <u>tri</u> fluormetil-5- <u>cl</u> ro-pirimidina	azul

EJEMPLO 370

15. A una solución de 15,6 partes de ácido 1-ami-  
no-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico en 100 partes de  
una solución al 3 % de sosa, a 0-5°C se agrega una sus-  
pensión de la sal de diazonio del ácido 1-amino-5-(2',  
6'-difluor-5'-cloro-pirimidinilamino-4'-)-benzol-2-sul-  
fónico (preparado de 18,8 partes de ácido 1,5-diamino-  
-benzol-2-sulfónico de acuerdo con el Ejemplo 30) y por  
20. adición de acetato de sodio se mantiene un valor pH de  
4-4,5. Una vez terminada la copulación, se agregan 5,7  
partes de una solución de sosa y a un pH de 7,5-8 se  
agita todavía durante 3 horas. El colorante formado es  
precipitado con 100 partes de sal común, es recogido  
25. por succión y lavado con una solución al 15 % de sal co-  
mún. Se lo seca en el vacío a 60°C. El colorante obte-  
nico dá sobre algodón una teñidura negra de muy buena  
resistencia a la mojadura.

30. Se obtienen colorantes similares, si en este  
ejemplo se aplican los siguientes componentes diazói-



344891

cos:

- 371 ácido 1-amino-4-(2',6'-difluor-5'-cloro-pirimidinilamino-4')-benzol-2-sulfónico
- 372 ácido 1-amino-3'-(2'-fluor-5',6'-dicloro-pirimidinilamino-4')-benzol-5-sulfónico
- 5. 373 ácido 1-metil-2-(2',6'-difluor-pirimidinilamino-4')-4-amino-benzol-5-sulfónico
- 374 ácido 1-amino-4-(2'-fluor-5'-cloro-pirimidinilamino-4')-benzol-2-sulfónico

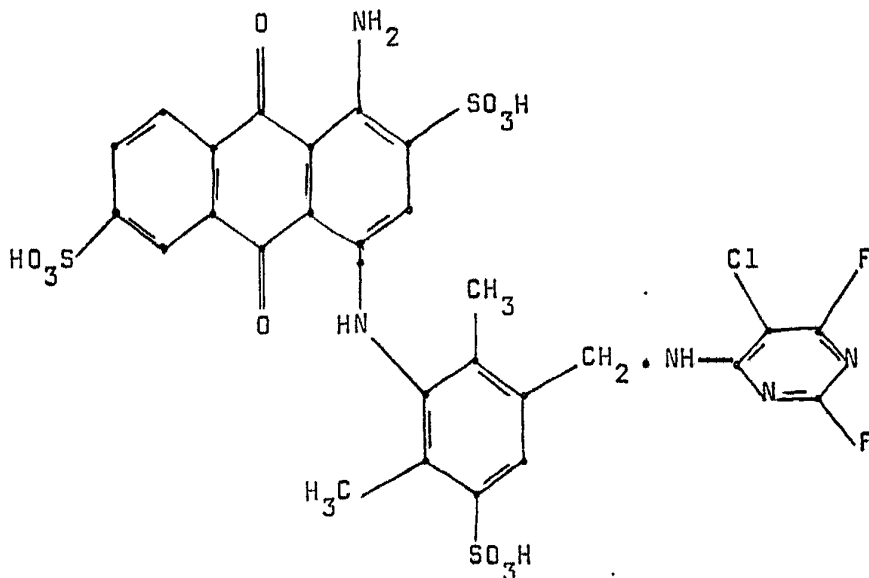
EJEMPLO 375

- 10. 6,1 partes del ácido 1-amino-4-(3'-aminometil-2',6'-dimetil-anilino)-antraquinon-2,6,5'-trisulfónico son disueltas en 65 partes de agua y aciladas a un valor pH de 6 con 2 partes de cloro trifluorpirimidina, ajustándose el valor pH con lejía sódica 2-normal.
- 15. El colorante formado es precipitado con 10 partes de cloruro de potasio, aislado y lavado con una solución al 20 % de cloruro de potasio, Se lo seca en el vacío a 60°C. El colorante

20.

25.

30.



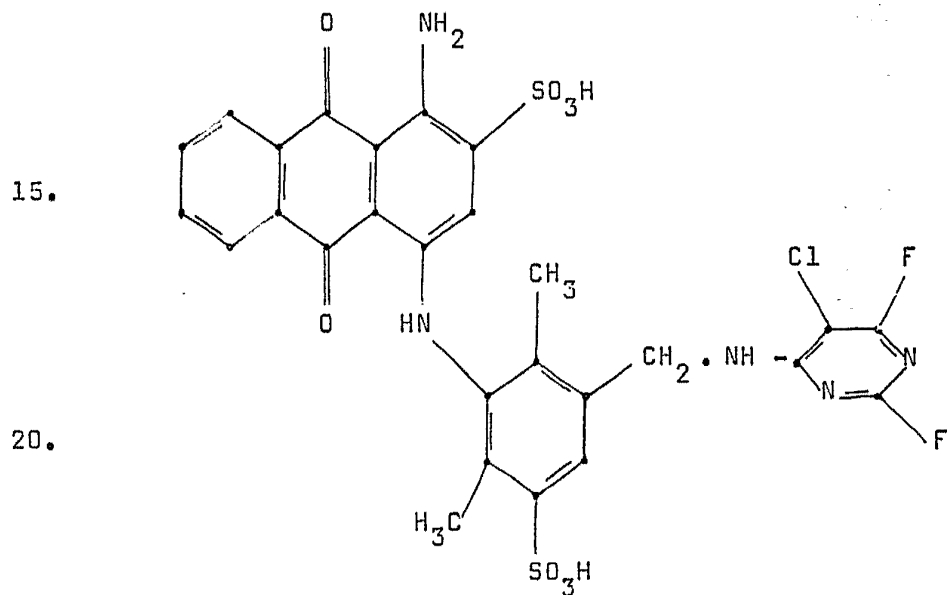
344891



tiñe lana en matices claros azules de buena resistencia al batanado y al sudor.

EJEMPLO 376

5. 10,6 partes del ácido 1-amino-4-(3'-amino-  
metil-2',6'-dimetil-anilino)-antraquinon-2,5'-disulfónico se disuelven en 110 partes de agua. Se acila con  
4,4 partes de trifluorcloropirimidina a 20-25°C y a un  
valor pH de 6-6,5, que se mantiene constante con lejía  
sódica 2-normal. Una vez terminada la reacción, el colorante formado  
10. lorante formado



25. es precipitado con 20 partes de sal común, recogido por succión y lavado con una solución al 10 % de sal común. El colorante secado en el vacío a 60°C, dá sobre algodón o lana teñiduras claras de azul tirante al rojo resistentes a la mojadura.

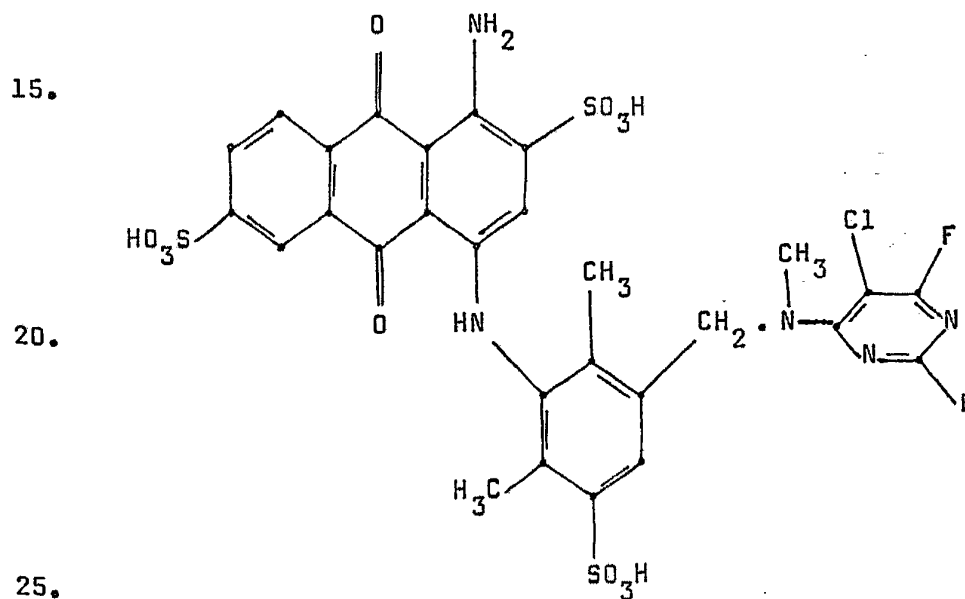
30.

344891



EJEMPLO 377

7,8 partes del ácido 1-amino-4-(3'-N-metil-aminometil-2',6'-dimetil-anilino)-antraquinon-2,6,5'-trisulfónico en 85 partes de agua son aciladas a 20-25° con 2,3 partes de 2,4,6-trifluor-5-cloro-pirimidina. Durante la reacción, con una solución de sosa 2-normal, se mantiene constante un valor pH de 6-6,5. Antes de la adición rápida de 20 partes de sal común, con 1 parte de ácido clorhídrico concentrado se ajusta un valor pH de 3,5. Se lava el colorante precipitado y aislado con una solución concentrada de sal común. El colorante obtenido



tife lana y algodón en matices claros azules resistentes a la mojadura.

EJEMPLO 378

30. 7,6 partes del ácido 1-amino-4-(3'-N-metil-

344891



19 SEP. 1961

- aminometil-2',6'-dimetil-anilino)-antraquinon-2,6-disulfónico son disueltas en 250 partes de agua y aciladas con 3,1 partes de trifluorcloropirimidina bajo las siguientes condiciones: pH = 6-6,5, temperatura: 20-25°C.
5. Se mantiene el pH constante por adición de lejía sódica 2-normal. Una vez terminada la reacción, se precipita el colorante formado con 10 partes de sal común, y, una vez aislado, se lo lava con una solución al 2 % de sal común.
10. En forma análoga a los modos operativos descritos en los Ejemplos 375 a 378, con la aplicación de los componentes indicados en la siguiente tabla, se obtienen también colorantes valiosos que tiñen algodón y lana en matices claros azules tirantes al rojo hasta al verde:

	<u>colorante</u>	<u>componente reactivo</u>
	379 ácido 1-amino-4-(3'-N-metilaminometil-2',6'-dimetil-anilino)-antraquinon-2,7-disulfónico	2,4-difluor-5,6-dicloro-pirimidina
20.	380 ácido 1-amino-4-(4'-N-metilaminometil-2',6'-dimetil-anilino)-antraquinon-2,6,5'-trisulfónico	2,4,6-trifluor-pirimidina
	381 ácido 1-amino-4-(4'-N-metilaminometil-2',6'-dimetil-anilino)-antraquinon-2,6,4'-trisulfónico	"
25.	382 ácido 1-amino-4-(3'-N-metilaminometil-2',6'-dimetil-anilino)-antraquinon-2,6,4'-trisulfónico	2,4-difluor-5,6-dicloro-pirimidina
30.	383 ácido 1-amino-4-(3'-aminometil-4'-metil-anilino)-antraquinon-2,6,6'-trisulfónico	2,4,6-trifluor-5-difluormetil-pirimidina

344891

195



	<u>Colorante</u>	<u>componente reactivo</u>
	384 ácido 1-amino-4-(3'-aminome til-4'-metil-anilino)-antra quinon-2,6'-disulfónico	2,4,6-trifluor-5-di fluormetil-pirimidi na
5.	385 ácido 1-amino-4-(3'-aminome til-4'-metil-anilino)-antra quinon-2,7,6'-trisulfónico	2,4-difluor-5-tri- fluormetil-pirimidi na
	385 ácido 1-amino-4-(3'-aminome til-4'-metil-anilino)-antra quinon-2,7,6'-trisulfónico	2,4-difluor-5-tri- fluormetil-pirimidi na
10.	386 ácido 1-amino-4-(3'-metilami no-4'-metoxi-anilino)-antraqui non-2,7,6'-trisulfónico	2,4-difluor-5-carbon amido-pirimidina
	387 ácido 1-amino-4-(4'-amino- anilino)-antraquinon-2,3',6 -trisulfónico	2,4-difluor-5-cloro- 6-fenil-pirimidina
15.	388 ácido 1-amino-4-(3'-amino- anilino)-antraquinon-2,6-di- sulfónico	2,4-difluor-5-ciano- pirimidina
	389 ácido 1-amino-4-(4'-amino- anilino)-antraquinon-2,6-di sulfónico	pirimidina de éster 2,4-difluor-5-carbon- etílico
20.	390 ácido 1-amino-4-(4'-amino- anilino)-antraquinon-2,7-di sulfónico	2,4-difluor-5-metil- sulfonil-pirimidina
	391 ácido 1-amino-4-(3'-amino- anilino)-antraquinon-2,7-di sulfónico	2,4,6-trifluor-5-bro mo-pirimidina
25.	392 ácido 1-amino-4-(2',4',6-tri metil-3'-amino-anilino)-antra quinon-2,5'-disulfónico	2,4,6-trifluor-5-clo ro-pirimidina

NOTA

Descrita suficientemente la naturaleza del  
invento así como la manera de realizarlo en la prácti-  
ca, debe hacerse constar que las disposiciones anterior  
mente indicadas son susceptibles de modificaciones de

30.



344891

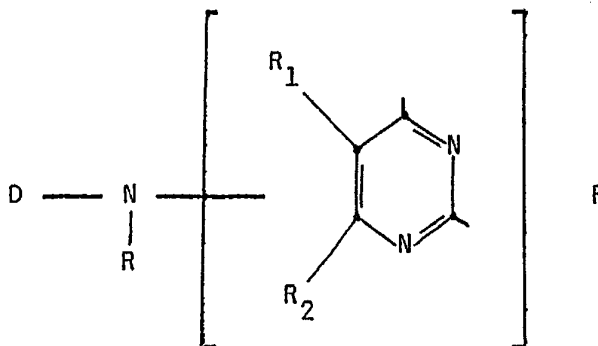
E9 SEP. 1967

detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en alemania con fechas y números siguientes: 10 de Septiembre de 1966, nº ..

5. F 50.181 IVc/22a y 25 de Marzo de 1967, nº F 51.942 IVc/22a, 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 PREPARACION DE COLORANTES REACTIVOS"; caracterizándose por lo siguiente:

1ª.- Procedimiento para la preparación de colorantes reactivos, de fórmula general

15.



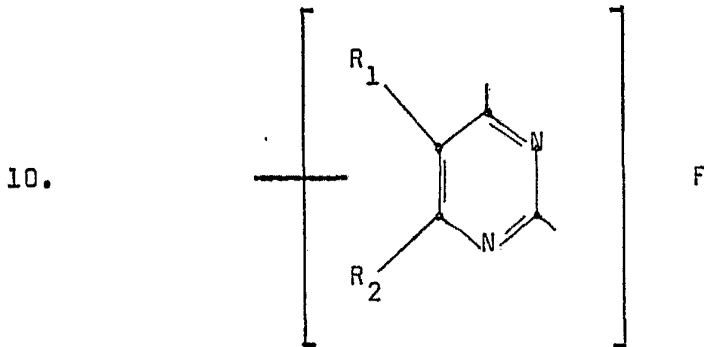
20.

- en la que D representa el resto de un colorante orgánico, preferentemente con uno o varios grupos de ácido sulfónico, R hidrógeno o un grupo alquilo de bajo peso molecular, R<sub>1</sub> hidrógeno o un sustituyente, R<sub>2</sub> hidrógeno, halógeno, restos alquilo, alquenoilo, aralquilo y arilo eventualmente substituídos, grupos de ésteres de ácido carboxílico, un grupo de amida de ácido carboxílico, grupos alquilsulfónicos y arilsulfónicos y F un
- 25.
- 30.



344891

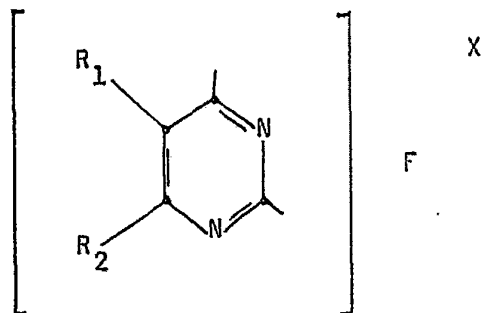
substituyente de fluor, caracterizado porque en colorantes o productos previos de colorantes, se introduce por vía de un grupo amino -N(R)- ligado, en que R tiene el significado de arriba, por lo menos un anillo de pirimidina de fórmula general,



15. en la que R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> y F tienen los significados arriba indicados.

2a.- Procedimiento según la reivindicación 1a, caracterizado porque como colorantes o productos previos de colorantes se emplean aquellos que contienen grupos amino o amido, preferiblemente grupos de ácidos sulfónicos y/o grupos de ácidos carboxílicos y que en el nitrógeno de la amina, respectivamente de la amida llevan un átomo de hidrógeno capaz de reaccionar, los cuales se hacen reaccionar con compuestos de fórmula general

25.

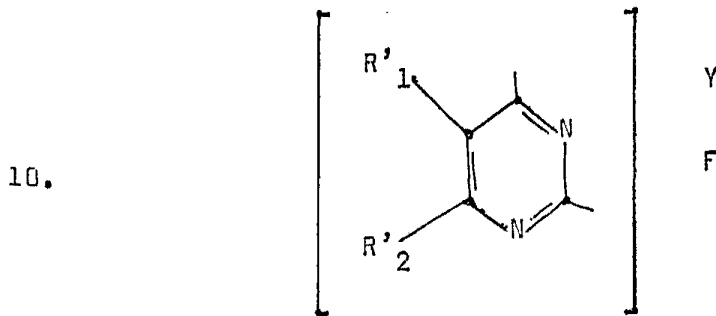




344891 189 SEP 1901

en la que  $R_1$ ,  $R_2$  y F tiene los significados arriba indicados y X un resto aniónicamente disodable.

5. 3a.- Procedimiento según la reivindicación 2a, caracterizado porque la condensación se realiza con un componente reactivo de fórmula general



15. en la que  $R'_1$  y  $R'_2$  independientemente uno de otro significan hidrógeno o restos de halógenos e Y representa un resto aniónicamente dissociable, particularmente un substituyente de fluor, bajo disociación del resto aniónico Y.

20. 4a.- Procedimiento según la reivindicación 2a, caracterizado porque, como componentes reactivos, se aplica un compuesto elegido del grupo consistente en 2,4-difluorpirimidina, 2,4-difluor-6-metilpirimidina, 2,6-difluor-4-metil-5-cloropirimidina, 2,4,6-trifluorpirimidina, 2,4-difluorpirimidina-5-etilsulfona, 2,6-difluor-4-cloropirimidina, 2,4,5,6-tetrafluorpirimidina, 2,4,6-trifluor-5-cloropirimidina, 2,6-difluor-4-metil-5-bromopirimidina, 2,4-difluor-5,6-dicloro y dibromopirimidina, 2,6-difluor-5-bromopirimidina, 2,6-difluor-4-bromopirimidina, 2,4,6-trifluor-5-bromopirimidina, 2,4,6-trifluor-5-clorometilpirimidina, 2,4,6-tri
- 25.
- 30.



344891

- fluor-5-nitropirimidina, 2,4,6-trifluor-5-cianpirimidina, ésteres metílico y etílico de ácido 2,4,6-trifluorpirimidina-5-carboxílico, amidas de ácido 2,4,6-trifluorpirimidina-5-carboxílico, 2,6-difluor-5-metil-4-cloropirimidina, 2,6-difluor-5-cloropirimidina, 2,4,6-trifluor-5-metilpirimidina, 2,4,5-trifluor-6-metilpirimidina, 2,4-difluor-5-nitro-6-cloropirimidina, 2,4-difluor-5-cianpirimidina, 2,4-difluor-5-metilpirimidina, 6-trifluormetil-5-cloro-2,4-difluorpirimidina, 6-fenil-2,4-difluorpirimidina, 6-trifluormetil-2,4-difluorpirimidina, 5-trifluormetil-2,4,6-trifluorpirimidina, 5-trifluormetil-2,4-difluorpirimidina, 2,4-difluor-5-nitropirimidina, 2,4-difluor-5-trifluormetil-pirimidina, 2,4-difluor-5-metilsulfonil-pirimidina, 2,4-difluor-5-fenilpirimidina, 2,4-difluor-5-carbonamido-pirimidina, 2,4-difluor-5-carbometoxi-pirimidina, 2,4-difluor-6-trifluormetil-pirimidina, 2,4-difluor-5-bromo-6-trifluormetil-pirimidina, 2,4-difluor-6-carbonamido-pirimidina, 2,4-difluor-6-carbometoxi-pirimidina, 2,4-difluor-6-fenilpirimidina, 2,4-difluor-6-ciano-pirimidina, 2,4,6-trifluor-5-metilsulfonil-pirimidina, 2,4-difluor-5-cloro-6-carbometoxi-pirimidina y 2,4-difluor-5-sulfonamido-pirimidina.

5a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1a y 2a, caracterizado porque, después de la condensación, los colorantes resultantes se someten a reacciones de transformación, particularmente reacciones de acilación y/o sulfonación.

6a.- Procedimiento para la preparación de colorantes reactivos; tal y como queda sustancialmente



344891

descrito en la Presente Memoria.

Esta Memoria consta de 131 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

9 SEP. 1967

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

J. GOMEZ ACEBO Y MODEY  
p. p. Fernando F. Hernández Ruiz