



Case 1-2614

346.886

C E R T I F I C A D O
D E
A D I C I O N

por "MEJORAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE PRINCIPAL Nº 329.758
POR PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES AZOI-
COS DISPERSABLES, DIFICILMENTE SOLUBLES EN AGUA", a favor
de la firma suiza J.R. GEIGY, S.G., residente en BASILEA
(Suiza)

= . =
MEMORIA DESCRIPTIVA

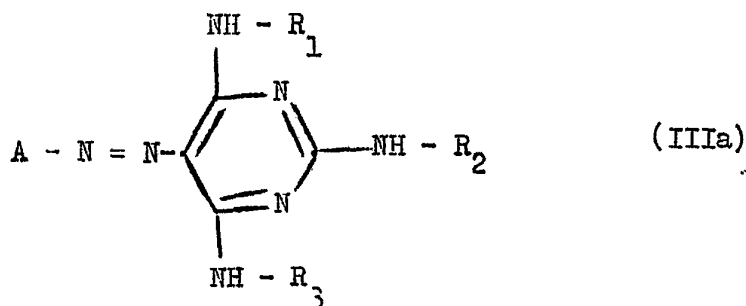
La presente invención se refiere a nuevos coloran-
tes azoicos difícilmente solubles en agua, utilizables co-
mo colorantes de dispersión, procedimiento para su prepa-
ración, procedimiento para teñir material fibroso orgánico
5. hidrófobo, en especial de fibras textiles de ésteres linea-
les de alto peso molecular de ácidos policarboxílicos
aromáticos con alcoholes polivalentes o de ésteres de celu-
losa y, como producto industrial, el material fibroso teñido
con los nuevos colorantes.

10.

En la patente principal española núm. 329.758 se



describen colorantes azoicos dificilmente solubles disper-
sables en agua de la fórmula IIIa



en la que

A significa el radical de un homociclo o heterociclo aromático, que puede contener substituyentes no ionógenos inclusive el grupo fenilazo, y de R_1 , R_2 y R_3 , una R significa un radical fenílico insubstituido o substituido no ionógeno y las otras R significan, cada una, hidrógeno o un grupo alquílico, cicloalquílico o fenalquílico insubstituido o substituido no ionógeno,

los cuales están exentos de grupos ionógenos formadores de sal en agua.

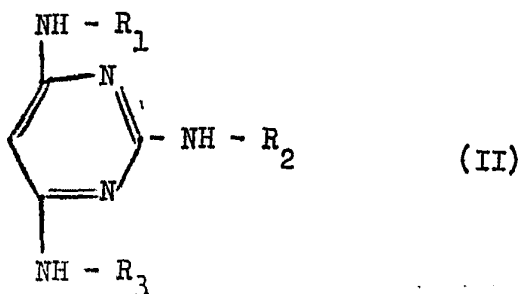
Además en la adaptación del objeto de la invención se ha hallado ahora, que se obtiene colorantes azopirimidínicos característicos por propiedades especialmente ventajosas, por ejemplo buena solidez a la sublimación, inten-



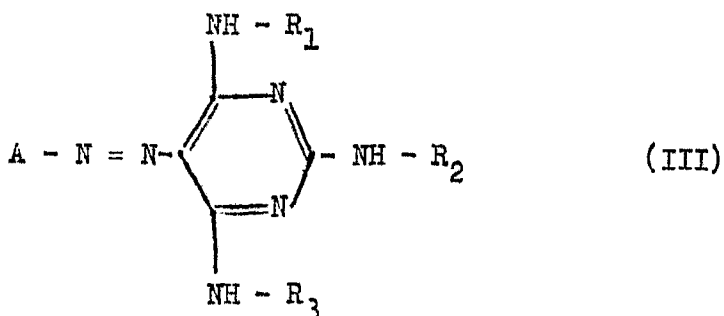
sidad de color y pureza de las tinciones de poliéster producidas con ellos, y buen poder de síntesis, cuando se copula el compuesto diazónico de una amina de la fórmula I



5. con un componente de copulación de la fórmula II



10. para formar un colorante azoico de la fórmula III



15. Además los materiales de partida se eligen, de forma que el colorante azoico obtenido está exento de gru-



por ionógenos formadores de sal en agua es decir que ni muestra grupos que disocian ácido en agua, como por ejemplo grupos de ácido sulfónico, de ácido carboxílico o de ácido fosfórico, ni grupos ónicos, como por ejemplo grupos amónicos o sulfónicos.

En las fórmulas I, II y III significan:

- A un radical arílico carbocíclico o heterocíclico, eventualmente substituido, que también puede contener grupos arilazo, y
10. de R_1 , R_2 y R_3 , una R un radical fenílico eventualmente substituido, otra R un radical de la fórmula -alk-O-Z, en la que -alk- significa un radical alquilénico eventualmente substituido y Z significa hidrógeno, un radical acílico o un radical de hidrocarburo eventualmente substituido, y la
15. tercera R hidrógeno o un radical alquílico, cicloalquílico o fenalquílico eventualmente substituido.

- Quando A significa un radical arílico carbocíclico, éste es un radical mono o polinuclear, condensado o no
20. condensado, en especial un radical fenílico o naftílico in-substituido o no ionógeno substituido. De preferencia A significa un radical fenílico no ionógeno substituido con substituyentes que atraen electrones, como substituyentes no ionógenos que atraen electrones pueden entrar en consi-



- deración; halógenos, como flúor, cloro o bromo; los grupos ciano, tiociano, nitro, trifluorometilo; además grupos acíclicos, y principalmente grupos carbacíclicos, como grupos alcancilo o alquenoilo inferiores, además los grupos aroilo, como el grupo benzoilo, o grupos organosulfonílicos, como grupos alquilsulfonílicos o arilsulfonílicos inferiores, además grupos de ésteres arílicos de ácido sulfónico, como los grupos de éster fenílico, alquilsulfonílico o halogenofenílico de ácido sulfónico; grupos de éster de ácido carboxílico, por ejemplo el grupo carbofenoxi, pero en especial grupos carbalcoxi, como los grupos carbometoxi, carboetoxi, carboisopropoxi o carbobutoxi; los grupos de amida de ácido sulfónico o de amida de ácido carboxílico; grupos carbamoilo o sulfamoilo N-monosustituídos o N,N-disustituídos con un grupo fenílico y/o con sustituyentes alquílicos inferiores, hidroxialquílicos inferiores, aciloxialquílicos, en especial alcanciloxialquílicos inferiores, alcoxialquílicos inferiores, cianocalquílicos inferiores o con sustituyentes cicloalquílicos o fenalquílicos.
5. Todos estos grupos pueden estar sustituidos ulteriormente en forma asimismo no ionógena. Sin embargo el radical A puede contener junto a sustituyentes ventajosos, atractores de electrones, asimismo todavía sustituyentes no ionógenos cesores de electrones, por ejemplo grupos hidrocarburos alifáticos inferiores, eventualmente no ionógenos, por ejemplo hidroxí sustituidos, grupos alcoxi in-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.



- feriores eventualmente no ionógenos substituidos, como grupos metoxi, etoxi o etoxicarbonilmetoxi, grupos ariloxi eventualmente no ionógenos substituidos, como el grupo fenoxi y los grupos fenoxialquil substituidos o halógenos substituidos, o grupos acilamino, en especial grupos carbacilamino, por ejemplo grupos alcanoilamino inferiores, como el grupo acetilamino, grupos arooilamino, como el grupo benzoilamino, o también grupos alquilsulfonilamino inferiores, como el grupo metilsulfonilamino, o grupos arilsulfonilamino, como el grupo fenilsulfonilamino.
- 5.
- 10.

- Si A significa un radical naftílico, puede tratarse no solo de un radical 1-naftílico o 2-naftílico insubstituido sino también no ionógeno substituido. Como substituyentes pueden entrar aquí en consideración, sobre todo grupos alquílicos y alcoxi inferiores, halógenos, como cloro o bromo, grupos de amida de ácido sulfónico eventualmente N-substituidos, grupos de éster alquílico o de éster arílico inferiores de ácido sulfónico, grupos alquilsulfonílicos o arilsulfonílicos inferiores.
- 15.

- Si A contiene un grupo arilazo, los grupos azoicos ocupan en un homociclo aromático de preferencia la posición para. El grupo arilazo está de preferencia insubstituido; sin embargo también puede estar substituido el anillo mediante halógeno, como flúor, cloro, bromo o mediante grupos alquílicos inferiores, alcoxi inferiores o el grupo
- 20.
- 25.



nitro. Si A es, por ejemplo, un radical fenilazofenílico, el radical fenílico puede también contener todavía otros substituyentes, por ejemplo grupos alquílicos o alcoxi inferiores, halógenos, como flúor, cloro o bromo, o grupos acilamino, como alcanoilamino inferiores.

- 5.
- Si A significa un radical arílico heterocíclico, se trata sobre todo de radicales de 5 ó 6 miembros, en especial heterociclos conteniendo N, que pertenecen a la serie pirazol, tiazol, oxidiazol, tiodiazol, triazol o piridina. También pueden entrar en consideración radicales heterocíclicos condensados polinucleares, que muestran de preferencia un anillo bencénico anillado, como por ejemplo los anillos de benzotiazol, indazol o quinolina eventualmente no ionógeno substituidos. Estos radicales arílicos heterocíclicos mono o polinucleares pueden mostrar asimismo substituyentes no ionógenos usuales en colorantes azoicos del tipo arriba enumerado, en especial halógenos, pseudohalógenos, como grupos ciano o tiociano, grupos nitro, alquílicos inferiores, alcoxi inferiores, fenílicos, grupos alquilsulfonílicos inferiores y grupos de amida de ácido sulfónico eventualmente substituidos mediante grupos alquílicos o dialquílicos.
- 10.
- 15.
- 20.

Colorantes azoicos ventajosos de acuerdo con la invención son los productos de copulación de la fórmula III, que se preparan bajo utilización de compuestos diazó-

25.



nicos de aminas de la fórmula I, en la que A significa

- 1) un radical fenílico que muestra en posición orto y/o para al grupo azoico por lo menos un substituyente no ionógeno, atractor de electrones, en especial un grupo nitro,
5. el cual está substituido eventualmente mediante otro substituyente no ionógeno, de preferencia atractor de electrones, como por ejemplo, cloro o bromo, o
- 2) un radical de benzotiazolo-(2) eventualmente no ionógeno, substituido especialmente mediante halógenos,
10. como cloro o bromo, grupos ciano, tiociano, grupos alquílicos inferiores, alcoxi inferiores o alquilsulfónicos inferiores.

Para la obtención de las propiedades de solidez a la sublimación deseadas y simultáneamente lograr un poder de síntesis e igualación sobresaliente, en los colorantes azopirimidílicos según la invención, una R debe representar un radical fenílico eventualmente no ionógeno substituido y otra R el grupo -alk-O-2.

15.

Como substituyentes no ionógenos del radical fenílico pueden entrar en consideración por ejemplo los substituyentes enumerados al principio para el substituyente A, de ellos en especial los grupos alquílicos inferiores o alcoxi inferiores.

20.



El grupo alquilénico -alk- puede ser rectilíneo o ramificado; en el primer caso se trata de preferencia del grupo 1,2-etilénico o 1,3-propilénico, en el último caso del grupo 1,2-propilénico o 1,2-butilénico. Tales radicales bivalentes pueden estar substituidos por ejemplo, mediante grupos fenílicos, hidroxí o alcoxi inferiores, como el grupo metoxi o etoxi.

Como radicales acílicos Z representa en especial un grupo alcancóilo inferior, insubstituido o no ionógeno substituido, cuya unidad alcancóilo muestra con ventaja de 2 a 4 átomos de carbóno. El grupo alcancóilo puede contener como substituyentes no ionógenos, por ejemplo halógenos, como cloro o bromo, o grupos alcoxi inferiores, como el grupo metoxi o etoxi. Además el radical acílico Z puede representar un radical aroilo, como el radical benzoilo, o un radical alcoxi carbonílico, como el radical metoxicarbonílico o etoxicarbonílico, un radical fenoxicarbonílico, o un radical arilsulfonílico, como el radical fenilsulfonílico o p-metilfenil-sulfonílico. En la significación de un radical acílico, Z significa de preferencia el radical acetílico.

Como radical hidrocarburo, Z significa por ejemplo un radical alquílico rectilíneo o ramificado con de preferencia de 1 a 4 átomos de carbóno, un radical cicloalquílico, como el radical ciclohexílico o metil-ciclohexílico, un



radical aralquílico, en especial un radical fenalquílico, como el radical bencílico, o un radical arílico carbocíclico, como el radical fenílico. Si estos radicales hidrocarburo están substituidos, pueden entrar en considera-

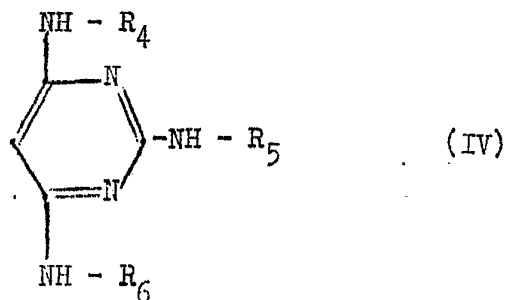
5. ción como substituyentes, por ejemplo halógenos, como fluor, cloro o bromo, grupos ciano, grupos hidroxílicos o grupos alcoxi inferiores o grupos fenoxi. Sin embargo Z representa de preferencia hidrógeno.

10. Si de R_1 , R_2 y R_3 , una significa un radical alquílico, éste puede mostrar hasta 12 átomos de carbono y en la cadena directa de preferencia de 1 a 5 átomos de carbono y ser normal o ramificada. Si este radical alquílico está substituido, pueden entrar en consideración como substituyentes, por ejemplo el grupo hidroxílico, grupos alcoxi, como grupos alcoxi, hidroalcoxi, alcoxialcoxi o alcoxialcoxialcoxi insubstituidos o grupos alcoxicarbonílicos, en los cuales la unidad alcoxi muestra de preferencia de 1 a 4 átomos de carbono, además grupos ciclohexiloxi o fenoxi, grupos aciloxi, en especial grupos alcanoiloxi inferiores, como el grupo acetiloxi o propioniloxi, grupos fenílicos, ciano o halógenos, como fluor, cloro o bromo. Como grupos cicloalquílicos o fenalquílicos que encarnan R_1 , R_2 ó R_3 pueden entrar en consideración por ejemplo el grupo ciclohexílico o sus homólogos alquilsustituidos inferiores, como el grupo metilciclohexílico o bien el grupo bencílico,
- 15.
- 20.
- 25.



cuyo núcleo bencénico puede contener los sustituyentes no ionógenos citados al principio para A, en especial halógenos o grupos alquílicos o alcoxi inferiores.

5. Colorantes de azopirimidina especialmente valiosos, que se distinguen entre otros por su poder de síntesis sobresalientemente bueno sobre fibras de tereftalato de poliglicol así como por estabilidad extraordinaria en baño de teñido hirviente y además son muy sólidos a la luz y a la sublimación, se derivan de componentes de copulación de la fórmula IV
- 10.



- en la que
15. de R_4 , R_5 y R_6 , una R significa un radical fenílico insustituído o sustituido mediante grupos alquílicos o alcoxi inferiores, otra R significa un radical de la fórmula $-alk-O-Z$, en la que $-alk-$ y Z tienen la significación arriba
20. indicada y la tercera R significa un radical alquílico inferior eventualmente sustituido mediante grupos aciloxi, en especial grupos



alcaniloxi inferiores o grupos alcoxi.

- Los compuestos 2,4,6-triamino-pirimidínicos utilizables según la invención como componentes de copulación de la fórmula general II se preparan mediante reacción en
5. forma de fase de los tres átomos de cloro de la 2,4,6-tricloro-pirimidina con amoniaco o con aminas alifáticas, cicloalifáticas, aralifáticas o carbociclicoaromáticas primarias según la definición. Con ventaja se utiliza en la primera fase un poco de aminas aptas para reacción en la
10. segunda y tercera fases, en cualquier sucesión, amoniaco y/o aminas fuertemente básicas, de fácil reacción. Los productos resultantes de la primera fase representan en general, mezclas de isómeros de 2-amino-4,6-dicloro-pirimidinas y 4-amino-2,6-dicloro-pirimidinas, que en caso deseado se separan mediante recristalización o mediante absor-
15. ción cromatográfica, por ejemplo en óxido de aluminio. Sin embargo se utiliza de preferencia la mezcla de isómeros ya que estas mezclas dan colorantes azopirimidílicos según la invención, que se caracterizan por muy buen poder de
20. síntesis.

- La reacción en forma de fases se realiza por ejemplo, en solución o dispersión acuoso orgánica u orgánica acuosa, eventualmente en presencia de agentes ligadores de ácido, como por ejemplo, carbonatos alcalinos y alcalinotérreos u óxidos alcalinos y alcalinotérreos o bases de
25. nitrógeno terciarias. Como disolventes orgánicos son apro-



- piados, por ejemplo, los alcoholes, como metanol o etanol, el éter monometílico o el éter monoetílico de etilenglicol, pero de preferencia las cetonas alifáticas, como acetona, metil-etilcetona o metilisobutilcetona, los éteres cíclicos, por ejemplo dioxano o tetrahydrofurano, los hidrocarburos aromáticos eventualmente halogenados o nitrados, como tolueno, xilenos, clorobenceno o bien nitrobenzeno.
- 5.

- En la reacción del primer átomo de cloro de la 2,4,6-tricloro-pirimidina se trabaja a temperaturas inferiores, convenientemente de 20 a 60°C, en la reacción del segundo átomo de cloro a temperaturas medias, de preferencia de 70 a 100°C, y en la reacción de tercer átomo de cloro a temperaturas elevadas, de preferencia entre 100 y 180°C, eventualmente en un recipiente reaccional cerrado.
- 10.
- 15.

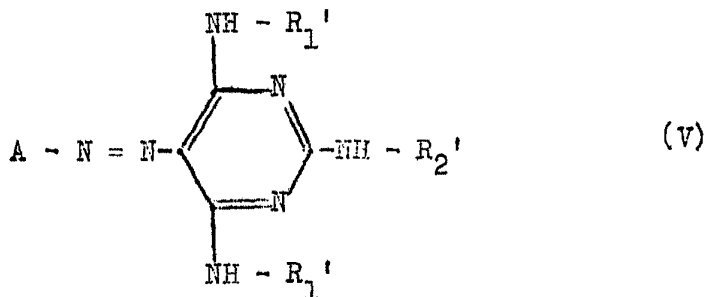
- En los componentes de copulación de pirimidina utilizables según la invención, de la fórmula II, si R_1 , R_2 y R_3 , una R significa un radical de la fórmula $-alk-OH$ y otra R significa un radical alquílico, que muestra como grupos no ionógenos eventualmente uno o varios grupos hidroxílicos, éstos pueden acilarse interiormente. Como agentes de acilación pueden aquí entrar en consideración los anhídridos de ácidos carboxílicos inferiores, como anhídrido acético o anhídrido de ácido propiónico, los cloruros y bromuros acílicos de las series alifática y
- 20.
- 25.



aromática, por ejemplo cloruro o yoduro acetílico, propionílico o bien benzoílico, cloruro de ácido bencensulfónico o de ácido p-toluensulfónico, además ésteres de ácido clorofórmico o de ácido bromofórmico, en especial éster metílico o etílico de ácido clorofórmico o de ácido bromofórmico.

10. La copulación del compuesto diazoico de una amina de la fórmula I con el componente de copulación de la fórmula II se efectúa según métodos usuales, de preferencia en medio desde ácido mineral hasta débilmente ácido acuoso, en especial en un valor de pH de 4-4,5. Convenientemente se neutraliza paulatinamente el ácido en copulación ácida mineral, por ejemplo con sales alcalinas de ácidos grasos inferiores. En algunos casos se ha mostrado como muy ventajosa en especial la copulación de una mezcla de componentes de copulación pirimidínicos isómeros utilizables según la invención con un compuesto diazónico apropiado.

20. Una variante del procedimiento según la invención, para la preparación de colorantes azoicos difícilmente solubles en agua, de la fórmula III, en la que por lo menos una R de R_1 , R_2 y R_3 significa un radical alquílico sustituido mediante grupos aciloxi, consiste en que un compuesto de la fórmula V



en la que

10. una R' de R₁' , R₂' y R₃' , significa un radical fenílico eventualmente substituido, otra R' significa un radical de la fórmula -alk-OH y la otra R' significa lo mismo que la segunda R' , un grupo alquílico insubstituido, un grupo alquílico substituido diferente de éste y un grupo cicloalquílico o fenalquílico eventualmente substituido y A y -alk- tienen la significación arriba citada,
- 15.

se hace reaccionar con un agente de acilación, por lo cual las materias de partida se eligen, de forma que el colorante final no muestre grupos ionógenos formadores de sal en agua.

20. Los compuestos azoicos de la fórmula V se obtienen por ejemplo mediante copulación del compuesto diazónico de una amina de la fórmula I con el componente de copulación pirimidínico correspondiente, con lo cual se realiza la copulación como se refiere precedentemente.



Como agente de acilación para la acilación de los compuestos azoicos utilizables según la invención, de la fórmula V son apropiados, por ejemplo los citados precedentemente.

5. La acilación se efectúa convenientemente a temperatura elevada en un disolvente orgánico apropiado, como en ácido acético glacial, clorobenceno o dioxano, eventualmente en presencia de un agente ligador de ácido, como acetato sódico, óxido magnésico o piridina.
10. Los colorantes según la invención son llevados mediante molido con dispersantes tensioactivos en una forma finamente dividida. Dispersantes apropiados son por ejemplo los aniónicos, como sales alcalinas de sulfonatos alquilarílicos superiores secundarios, sales alcalinas de los productos de condensación del formaldehído con ácidos naftalinsulfónicos, sulfonatos lignínicos o no ionógenos, como éter poliglicólico de alcohol graso.
- 15.

- En estas preparaciones, los nuevos colorantes de la fórmula III son sobre todo apropiados para teñir material fibroso orgánico, hidrófobo en dispersión acuosa, en especial para teñir fibras textiles de ésteres minerales de alto peso molecular de ácidos policarboxílicos aromáticos con alcoholes polifuncionales, por ejemplo de tarftalato
- 20.



- de poliglicol, isoftalatos de poliglicol o tereftalatos de policiclohexandiol, o de ésteres de celulosa, por ejemplo de fibras de 2 1/2-acetato de celulosa y de triacetato de celulosa. Dan sobre estas fibras tinciones de color intenso teñidas de amarillo verdoso, amarillo, anaranjado, rojo escarlata, rojo hasta burdeos, que tienen solidez característica al lavado, al bataneado, al sublimado, a la luz, al roce, al sudor, a los disolventes, al reteñido, al decatizado, al gaseado y a los gases de escape.
- 5.
10. Los colorantes según la invención pueden sin embargo utilizarse asimismo para teñir fibras de poliamidas sintéticas, como nylon, así como para teñir poliolefinas, en especial fibras de polipropileno.
15. La tinción preferente de fibras de tereftalato de poliglicol con dispersiones acuosas de los colorantes según la invención se efectúa de preferencia a temperaturas por encima de 100° C bajo presión. Sin embargo la tinción también puede realizarse en el punto de ebullición del baño de color en presencia de hinchantes, llamados "carriern", como por ejemplo fenolatos fenílicos de metal alcalino, compuestos de policlorobenceno o agentes auxiliares similares, o según el procedimiento de fular con tratamiento posterior subsiguiente en caliente, por ejemplo termofijación de 180 a 220° C.
- 20.



Las fibras de 2 1/2-acetato de celulosa se tiñen de preferencia a temperaturas de 80-85° C, mientras que las fibras de triacetato de celulosa, así como el material fibroso de poliamida sintética y poliolefinas se tiñen con ventaja en el punto de ebullición del baño de color. Al teñir los dos últimos tipos de fibras citados no es necesaria la utilización de transmisores de color. Los colorantes azoicos según la invención pueden utilizarse asimismo para teñir los materiales citados según los métodos usuales.

Además los colorantes según la invención reservan muy bien las fibras vegetales y animales, en especial algodones o bien lanas. Es especialmente notable el hecho de que los colorantes de la fórmula III al teñir tejidos de poliéster densos o hilos de poliéster fuertemente torcidos en forma de bobinas cruzadas o de peinados de poliéster no se propende a la formación de separaciones y se dan tinciones homogéneas.

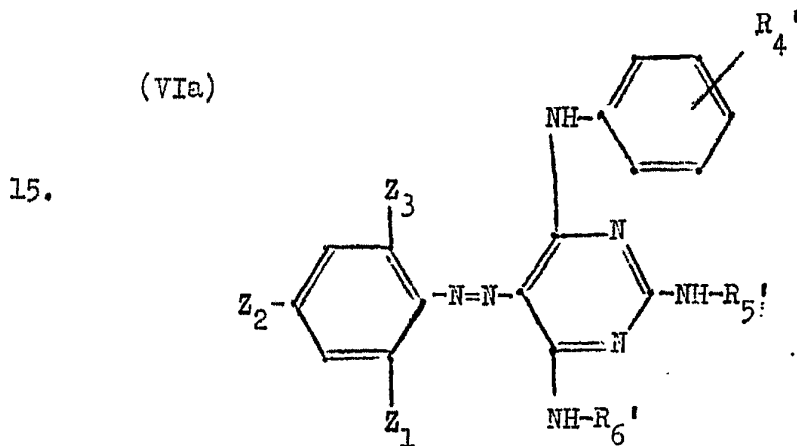
Los colorantes según la invención, en especial como mezclas de isómeros, se distinguen de los colorantes previamente conocidos de constitución similar por su poder de extracción y de síntesis sobre fibras de tereftalato de poliglicol. Además con los colorantes de la fórmula III se obtienen tinciones en la mayoría de casos esen-

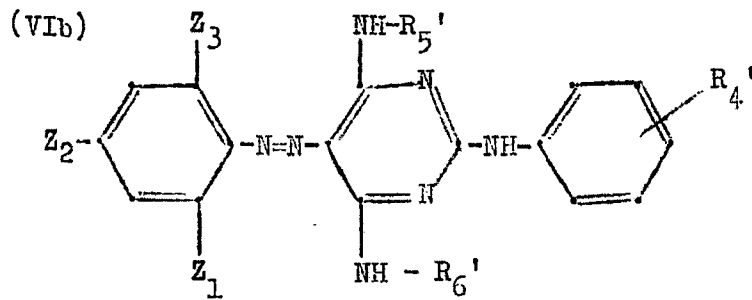


cialmente más sólidas a la luz y al sublimado.

Los colorantes según la invención son asimismo apropiados para teñir acetatos de celulosa, tereftalatos de poliglicol y poliamidas en masa. Gracias a su buena solubilidad en disolventes orgánicos, como en acetona ó cloroformo también pueden utilizarse en lacas y colores para estampar.

Colorantes especialmente valiosos preparables según la invención, que se caracterizan no solo por una solidez muy buena a la sublimación, una solidez a la luz característica sino también por un poder muy bueno de extracción, síntesis e igualación, se derivan de mezclas de isómeros de las fórmulas VIa y VIb,





5. en las que

una Z de Z_1 , Z_2 y Z_3 significa el grupo nitro, la segunda Z significa hidrógeno, el grupo nitro, ciano, metilsulfonílico o etilsulfonílico, cloro o bromo, y la tercera Z significa hidrógeno, cloro o bromo,

10.

R_4' significa hidrógeno, el grupo metílico o metoxi, y

una R' de R_5' y R_6' significa un grupo alquílico inferior substituido por un grupo hidroxílico, un grupo alcoxi inferior o un grupo alcaniloxi inferior y la otra R' significa un grupo alquílico inferior substituido eventualmente por un grupo alcaniloxi inferior o alcoxi inferior.

15.

Los ejemplos siguientes ilustran la invención.

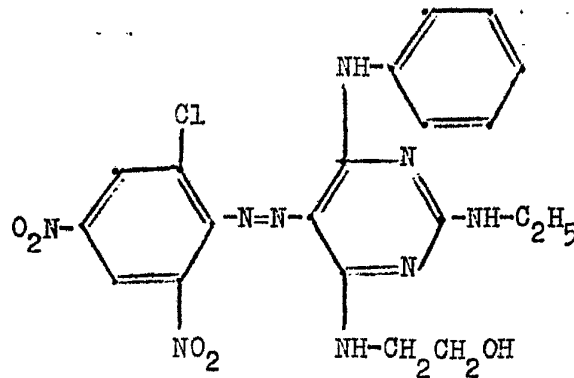
20. En ellos las temperaturas se indican en grados Celsius. "Tereftalato de poliglicol" significa los productos conocidos bajo las marcas TERYLEN, VYCRON, DACRON y TREVIRA.



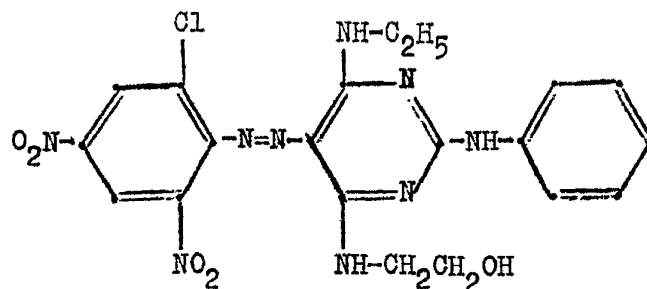
EJEMPLO 1

21,8 gramos de 1-amino-2,4-dinitro-6-clorobenceno se disuelven en 200 g de ácido sulfónico concentrado y se diazoa a 20 - 30° con una dosis de ácido nitrosilsulfúrico que corresponde a 6,9 g de nitrito sódico. La solución de sal diazoica así obtenida se adiciona a gotas de 0 a 5° en una solución de una mezcla, que consta de 23 g de 2-etilamino-4-fenilamino-6-beta-hidroxietilamino-pirimidina y 4,3 g de 2-fenilamino-4-etilamino-6-beta-hidroxietilamino-pirimidina en 400 gramos de ácido acético glacial al 80% y 300 gramos de agua. Tras finalizar la operación se separa por filtración el precipitado formado teñido de rojo oscuro, cuya composición corresponde a las fórmulas

15.



20.





se lava con agua y se seca como es usual. 10 gramos de la mezcla de colorante así obtenida se llevan a una forma finamente dispersable mediante molido con 20 gramos de sulfato de lignina.

5. Con esta mezcla de colorante se puede teñir fibras de tereftalato de poliglicol, eventualmente en presencia de un hinchante, como triclorobenceno, en tonos de color rojo puros. Las tinciones obtenidas son de muy buena solidez al lavado, al roce, a la luz y al sublimado.

10. La mezcla utilizada en este Ejemplo como componente de copulación, consta de 2-etilamino-4-fenilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina y 2-fenilamino-4-etilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina, se obtiene por ejemplo mediante reacción de 2,4,6-tricloropirimidina con un equivalente de anilina a 40 - 50°, condensación de la mezcla con ello resultante de 4-anilino-2,6-dicloro-pirimidina y 2-anilino-4,6-dicloro-pirimidina con etilamina en exceso a 80-90° para formar una mezcla, que consta de 2-etilamino-4-fenilamino-6-cloro-pirimidina y 2-fenilamino-4-etilamino-6-cloro-pirimidina, y reacción de esta mezcla con beta-hidroxi-etilamina en exceso a una temperatura de 140-150°.

15. Se obtienen colorantes con propiedades similares, cuando se reúnen las dosis equivalentes de cada uno de los componentes diazoicos indicados en la columna 2 de la siguiente Tabla I con cada una de las mezclas de componentes

- 20.

- 25.



de copulación relacionadas en la columna 3.

T A B L A I

Ejem- plo n ^o	Componente diazóico	Componente de copulación	Tono de color sobre fibras de tereftalato de poliglicol
2	1-amino-2-ciano-4-nitro-benceno	<p>22 gramos de 2-metilamino-4-(4'-metil-fenilamino)-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina</p> <p>5,3 gramos de 2-(4'-metil-fenilamino)-4-metilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina</p>	escarlata
3	1-amino-4-nitroben- ceno	<p>19 gramos de 2-metilamino-4-(2'-metoxi-fenilamino)-6-beta-hidroxi-etilamino-</p> <p>9,9 gramos de 2-(2'-metoxi-fenilamino)-4-metilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina</p>	escarlata
4	2-amino-6-metoxi- benzotiazol	<p>21,4 gramos de 2-etilamino-4-(2'-metoxi-5'-metilfenilamino)-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina</p> <p>10,3 gramos de 2-(2'-metoxi-5'-metilfenilamino)-4-etilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina</p>	rojo

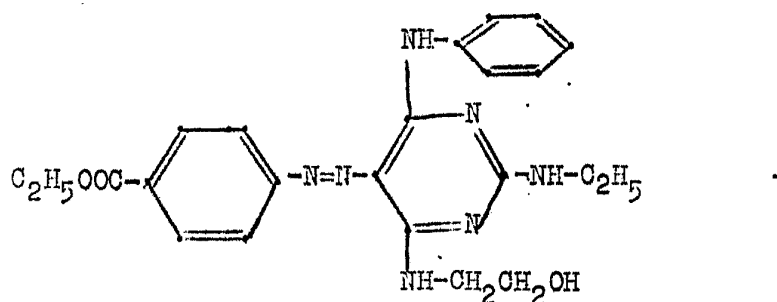


Ejem- plo n°	Componente diazóico	Componente de copulación	Tono de color sobre fibras de tereftalato de poliglicol
5	4-amino-azobenceno	10,3 gramos de 2-(2'-metoxi-5'-metilfenilamino)-4-etilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina	rojo
6	1-amino-2,4-dinitro-6-clorobenceno	22 gramos de 2-metilamino-4-fenilamino-6-beta-hidroxi-propilamino-pirimidina 5,3 gramos de 2-fenilamino-4-metilamino-6-beta-hidroxi-propilamino-pirimidina	id
7	id	23 gramos de 2-isopropilamino-4-fenilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina 5,7 gramos de 2-fenilamino-4-isopropilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina	id
8	id	25,4 gramos de 2-gamma-metoxipropilamino-4-fenilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina 6,3 gramos de 2-fenilamino-4-gamma-metoxipropilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina	id

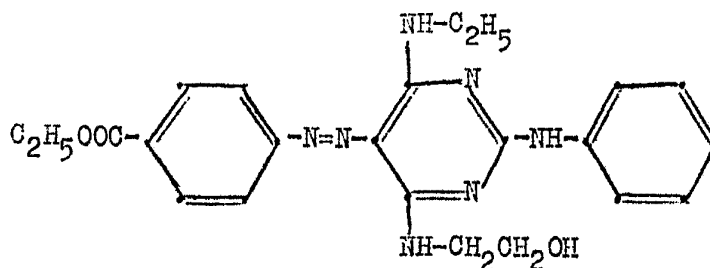


EJEMPLO 9

- Una suspensión fina de 16,5 gramos de éster etílico del ácido 1-amino-bencen-4-carboxílico en 400 gramos de agua, 30 gramos de ácido clorhídrico al 36% y 5 gramos de éter cetilpoliglicólico se diazoan a 0-5° en forma usual mediante adición de 6,9 gramos de nitrito sódico. La solución de sal diazoica obtenida se clarifica y se adiciona a gotas de 5 a 10° en una solución de una mezcla de 21,8 gramos de 2-etilamino-4-fenilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina y 5,5 gramos de 2-fenilamino-4-etilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina en 800 gramos de ácido acético al 40%. A continuación se eleva el valor de pH de la mezcla mediante adición de acetato sódico de 4 a 4,5. Tras finalizar la copulación se separa mediante filtración el precipitado teñido de amarillo separado, cuya composición corresponde a las fórmulas
- 5.
- 10.
- 15.



20.





- se lava con agua abundante y se seca en vacío a 60-70°. Tras el molido con la sal sódica de un producto de condensación del ácido naftalin-2-sulfónico con formaldehído, el colorante así obtenido tiñe en dispersión acuosa fibras de tereftalato de poliglicol, eventualmente en presencia de un hinchanto, como o-fenilfenol, bajo agotamiento amplio del baño de color, en tonos de color amarillo puros. Las tinciones son de muy buena solidez al lavado, al roce, a la luz y al sublimado. También los tejidos fuertemente batanados y los hilos fuertemente torcidos se tiñen bien y homogéneamente.
- 5.
- 10.

- Se obtienen colorantes con propiedades similares, cuando se reúnen las dosis equivalentes de cada uno de los componentes dicíclicos indicados en la columna 2 de la siguiente tabla II con la mezcla de los componentes de copulación utilizada en el ejemplo anterior.
- 15.



T A B L A II

Ejem- plo n ^o	Componente diazotico	Componente de copulación	Tono de color sobre fibras de tereftalato de poliglicol
10	1-amino-2,4-diclorobenceno	23 gramos de 2-etilamino-4- fenilamino-6- beta-hidroxi- etilamino-piri- midina 4,3 gramos de 2- fenilamino-4- etilamino-6-be- ta-hidroxi-etila- mino-pirimidina	amarillo
11	1-amino-4-nitrobenceno	id.	anaranjado rojizo
12	1-amino-2-nitro-4-metil- benceno	id.	anaranjado
13	1-amino-2-nitro-4-metoxi- benceno	id.	escarlata
14	1-amino-2-nitro-4-cloro- benceno	id.	anaranjado rojizo
15	1-amino-2-nitro-4-metilsul- fonil-benceno	id.	escarlata
16	1-amino-2-cloro-4-nitro- benceno	id.	id
17	1-amino-2-metoxi-4-nitro- benceno	id.	rojo



Ejemplo nº	Componente diazoico	Componente de copulación	Tono de color sobre fibras de tereftalato de poliglicol
18	1-amino-2,6-dicloro-4-nitro-benceno	23 gramos de 2-etilamino-4-fenilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina 4,3 gramos de 2-fenilamino-4-etilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina	escarlata
19	1-amino-2,5-dicloro-4-nitrobenceno	id	pardo amarillo
20	1-amino-2-bromo-4-nitro-benceno	id	escarlata
21	1-amino-2-ciano-4-nitrobenceno	id	escarlata
22	1-amino-4-metilsulfonilbenceno	id	amarillo
23	N-fenilamida del ácido 1-aminobencen-4-sulfónico	id	id
24	dimetilamida del ácido 1-aminobencen-4-sulfónico	id	id
25	propilamida del ácido 1-aminobencen-4-carboxílico	id	id
26	1-amino-4-acetilbenceno	id	amarillo rojizo



Ejemplo n	Componente diazoico	Componente de copulacion	Tono de color sobre fibras de tereftalato de poliglicol
27	2-amino-6-metoxi-benzotiazol	23 gramos de 2-etilamino-4-fenilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina 4,3 gramos de 2-fenilamino-4-etilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina	escarlata
28	2-amino-6-ciano-benzotiazol	id	id
29	2-amino-6-tiociano-benzotiazol	id	id.
30	2-amino-6-metilsulfonil-benzotiazol	id.	id.
31	4-amino-2-metil-quinolina	id.	id.
32	6-amino-indazol	id.	amarillo
33	3-amino-indazol	id.	id.

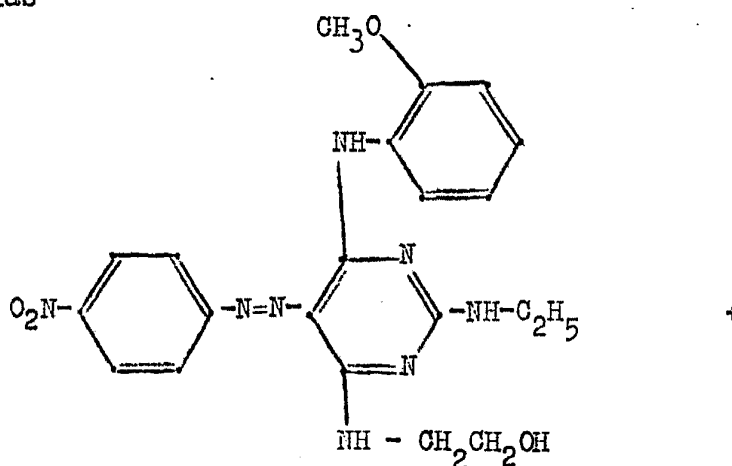


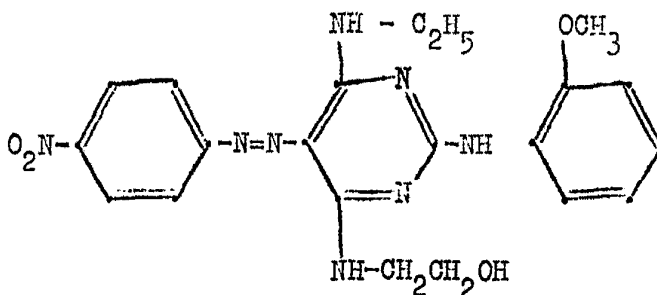
EJEMPLO 34

13,8 gramos de 1-amino-4-nitro-benceno se suspenden en 400 gramos de agua y 30 gramos de ácido clorhídrico al 36% bajo adición de 5 gramos de éter cetilpoliglicólico y luego como es usual se diazoa a 0 - 5° mediante adición de 6,9 gramos de nitrito sódico en 50 gramos de agua.

La solución de sal diazónica obtenida se clarifica y se adiciona a gotas a 5-10° en una solución de 24,2 gramos de 2-etilamino-4-(2'-metoxifenilamino)-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina y 6,1 gramos de 2-(2'-metoxifenilamino)-4-etilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina en 500 gramos de ácido acético al 80% y 300 gramos de agua. A continuación se detiene la mezcla de copulación formada mediante adición de acetato sódico. Tras finalizar la copulación se separa mediante filtración el precipitado teñido de rojo escarlata originado, cuya composición corresponde a las fórmulas

20.





5. se lava con agua y luego se seca como es usual, 10 gramos de la mezcla de colorante así obtenida se disponen en forma finamente dispersable mediante molido con 30 gramos de un sulfonato de lignina. Con esta mezcla de colorante se pueden teñir fibras de tereftalato de poliglicol, eventualmente en presencia de un hinchanté, como triclorobenceno, en tonos de color rojo escarlata puros. Las tinciones son de muy buena solidez al roce, a la luz y al sublimado.
- 10.

- La mezcla utilizada en este ejemplo como componente de copulación, de 2-etilamino-4-(2'-metoxifenilamino)-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina y 2-(2'-metoxifenilamino)-4-etilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina se obtiene por ejemplo mediante reacción de 2,4,6-tricloropirimidina con un equivalente de 1-amino-2-metoxi-benceno a 40-50°, condensación de la mezcla con ello resultante de 4-(2'-metoxifenilamino)-2,6-dicloro-pirimidina y 2-(2'-metoxifenilamino)-4,6-dicloro-pirimidina con etilamina en exceso a 80-90° para formar una mezcla de 2-etilamino-4-(2'-metoxifenilamino)-6-cloro-pirimidina y reacción de esta mezcla con beta-hidroxi-etilamina en exceso a una temperatura de 140-150°.
- 15.
- 20.



Se obtienen colorantes con propiedades similarmente buenas, cuando se reúne la dosis equivalente de cada uno de los componentes diazoicos relacionados en la columna 2 de la siguiente Tabla III con uno de los componentes de copulación o bien mezcla de los componentes de copulación indicados en la columna 3.

T A B L A III

Ejem- plo n ^o	Componente diazoico	Componente de copulación	Tono de color sobre fibras de tereftalato de poliglicol
35	1-amino-2-clorobenceno	19,5 gramos de 2-amino-4-fenilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina 4,9 gramos de 2-fenilamino-4-amino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina	amarillo
36	1-amino-4-nitrobenceno	id	anaranjado
37	éster metílico del ácido 1-aminobencen-4-carboxílico	27,5 gramos de 2-propilamino-4-(4"-hidroxifenilamino)-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina 7,1 gramos de 2-(4'-hidroxifenilamino)-4-propilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina	amarillo rojizo



Ejemplo n ^o	Componente diazoico	Componente de copulación	Tono de color sobre fibras de tereftalato de poliglicol
38	éster metílico del ácido 1-aminobenzen-4-carboxílico	<p>25,0 gramos de 2-butilamino-4-(4'-clorofenilamino)-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina</p> <p>8,4 gramos de 2-(4'-clorofenilamino)-4-butilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina</p>	amarillo
39	1-amino-2-ciano-4-nitrobenzeno	<p>26,0 gramos de 2-ciclohexilamino-4-fenilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina</p> <p>6,7 gramos de 2-fenilamino-4-ciclohexilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina</p>	escarlata
40	1-amino-4-nitrobenzeno	<p>26,8 gramos de 2-bencilamino-4-fenilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina</p> <p>5,7 gramos de 2-fenilamino-4-bencilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina</p>	amarillo rojizo
41	id	<p>22,5 gramos de 2-etilamino-4-(2'-metilfenilamino)-6-beta-hidroxi-propilamino-pirimidina</p> <p>7,5 gramos de 2-(2'-metilfenilamino)-4-etilamino-6-beta-hidroxi-propilamino-pirimidina</p>	id



Ejem- plo nº	Componente diazotico	Componente de copulación	Tono de color sobre fibras de tereftalato de poliglicol
42	1-amino-4-nitroben- ceno	22,3 gramos de 2- etilamino-4-feni- lamino-6-delta-hi- droxibutilamino-pi- rimidina 7,8 gramos de 2-fe- nilamino-4-etilami- no-6-delta-hidroxi- butilamino-pirimidi- na	amarillo rojizo
43	1-amino-2-cloro-4- nitrobenceno	24,4 gramos de 2-eti- lamino-4-fenilamino- 6-beta-hidroxi-gamma- metoxi-propilamino- pirimidina 6,2 gramos de 2-fe- nilamino-4-etilami- no-6-beta-hidroxi- gamma-metoxi-propi- lamino-pirimidina	escarlata
44	amida metilica del ácido 1-aminoben- cen-4-carboxílico	28,0 gramos de 2-eti- lamino-4-fenilamino- 6-beta-hidroxi-beta- feniletilamino-piri- midina 6,8 gramos de 2-feni- lamino-4-etilamino- 6-beta-hidroxi-beta- feniletilamino-piri- midina	amarillo
45	1-amino-2,4-dini- tro-6-bromobenceno	2-etilamino-4-fenila- mino-6-beta-hidroxi- etilamino-pirimidina	rojo



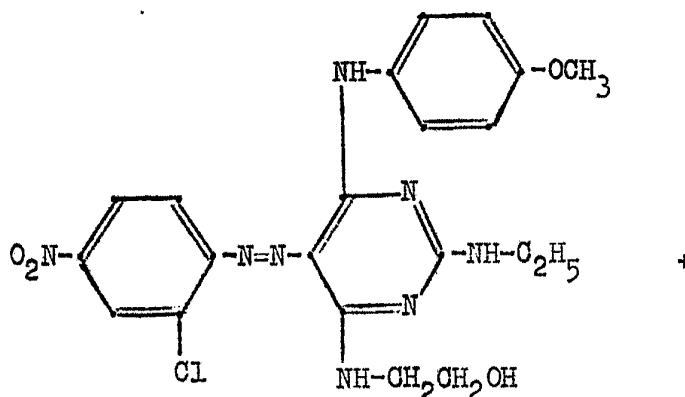
Ejem- plo n ^o	Componente diazóico	Componente de copulación	Tono de color sobre fibras de tereftalato de poliglicol
46	1-amino-2,4-dinitro- -6-bromobenceno	2-beta-hidroxietila- mino-4-fenilamino-6- etilamino-pirimidina 24,5 gramos de 2-be- ta-cloroetilamino-4- fenilamino-6-beta- hidroxietilamino-pi- rimidina	rojo
47	1-amino-2-nitro-4- metilbenceno	6,2 gramos de 2-feni- lamino-4-beta-cloro- etilamino-6-beta-hi- droxietilamino-pirimi- dina	anaranjado
47a	1-amino-2,4-dinitro- 6-cloro-benceno	4-etilamino-2-fenil- amino-6-(beta-hidro- xi-etil-amino)-piri- midina	rojo
47b	fenilamida del áci- do-1-amino-bencen- -carboxílico	4,6-bis-(gamma-meto- xi-propilamino)-2- fenil-amino-pirimi- dina	amarillo rojizo

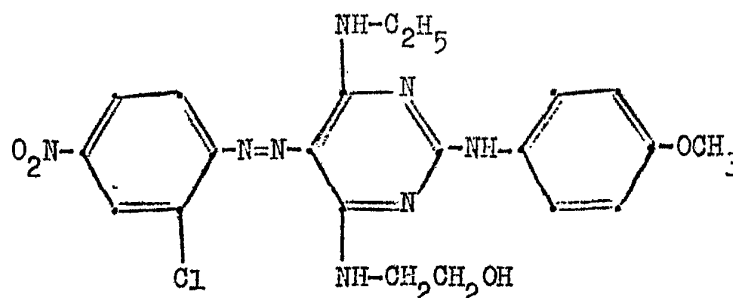


EJEMPLO 48

- Una suspensión fina de 17,3 gramos de 1-amino-2-cloro-4-nitrobenzoceno en 300 gramos de agua, 30 gramos de ácido clorhídrico al 36% y 5 gramos de éter cetilpoliglicólico se diazoa de 0 a 5º mediante adición a gotas de una solución de 6,9 gramos de nitrito sódico en 50 gramos de agua. La solución de sal diazoica clara obtenida se puede adicionar a gotas de 0 a 10º a una solución de una mezcla de 24,2 gramos de 2-etilamino-4-(4'-metoxifenilamino)-6-(beta-hidroxi-etilamino)-pirimidina y 6,1 gramos de 2-(4'-metoxifenilamino)-2-etilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina en 500 gramos de ácido acético al 80% y 300 gramos de agua. A continuación, la mezcla de copulación formada se neutraliza mediante adición de acetato sódico. Tras finalizar la copulación se separa mediante filtración el precipitado originado teñido de rojo oscuro, cuya composición corresponde a las fórmulas
- 5.
- 10.
- 15.

20.





5. se lava con agua abundante y se seca bajo presión reducida a 70-80°. 10 gramos de la mezcla de colorante así obtenida se lleva a forma finamente dispersable mediante molido con 20 gramos de un sulfonato de lignina. Con esta mezcla de colorante se puede teñir fibras de tereftalato de poliglicol, eventualmente en presencia de un hinchante, como o-fenilfenol, en tonos de color rojo puros. Las tinciones son de muy buena solidez al lavado, al roce, al sudor y al sublimado.

15. La mezcla utilizada de este Ejemplo como componente de copulación, de 2-etilamino-4-(4'-metoxifenilamino)-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina y 2-(4'-metoxifenilamino)-4-etilamino-6-(beta-hidroxi-etilamino)-pirimidina se obtiene por ejemplo mediante reacción de 2,4,6-tricloro-pirimidina con un equivalente de 1-amino-4-metoxibenceno a 40-50°, condensación de la mezcla con ello resultante de 4-(4'-metoxi-fenilamino)-2,6-dicloro-pirimidina y 2-(4'-metoxifenilamino)-4,6-dicloro-pirimidina con etilamina en exceso a 80-90° para formar una mezcla de 2-etilamino-4-(4'-metoxifenilamino)-6-cloro-pirimidina y 4-eti-



lamino-2-(4'-metoxifenilamino)-6-cloropirimidina y reacción de esta mezcla con beta-hidroxi-etilamina en exceso a una temperatura de 140-150°.

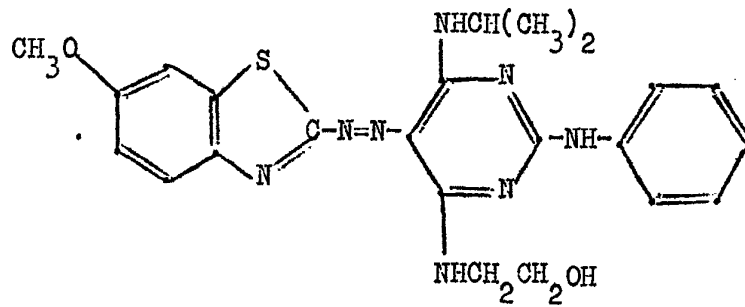
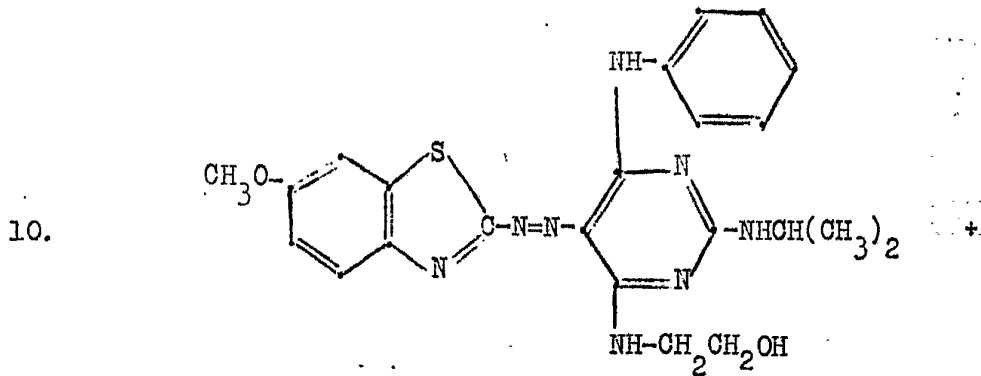
- Si se substituye en el Ejemplo anterior la mezcla
5. utilizada como componente de copulación de 2-etilamino-4-(4'-metoxifenilamino)-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina y 2-(4'-metoxifenilamino)-4-etilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina mediante la misma dosis de una mezcla de
10. 2-beta-hidroxi-etilamino-4-(4'-metoxifenilamino)-6-etilamino-pirimidina y 2-(4'-metoxifenilamino)-4-beta-hidroxi-etilamino-6-etilamino-pirimidina, se obtiene una mezcla de colorante, que sobre fibras de poliéster da tinciones rojas puras con propiedades igualmente buenas.

EJEMPLO 49

15. 13 gramos de 2-amino-6-metoxi-benzotiazol se diazoan en 100 gramos de ácido sulfúrico concentrado durante 3 horas a -5° con ácido nitrosilsulfúrico, que corresponde a 6,9 gramos de nitrito sódico. La solución de sal diazoica así obtenida se puede adicionar a gotas a 0-5°
20. a una solución de 23 gramos de 2-isopropilamino-4-fenilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina y 5,7 gramos de 2-fenilamino-4-isopropilamino-6-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina en 400 gramos de ácido acético al 80% y 250 gramos de agua.



Tras finalizar la copulación se trata la mezcla reaccional obtenida con 500 gramos de agua. El precipitado de colorante rojo escarlata que se segrega, se separa luego por filtración, se lava con agua y a continuación se seca como es usual. 10 gramos de la mezcla de colorante así obtenida, cuya composición corresponde a las fórmulas



15. se lleva a una forma finamente dispersable mediante molido con 20 gramos de sulfonato de lignina. Con esta mezcla de colorante se pueden teñir fibras de tereftalato de poligli-



col, eventualmente en presencia de un hinchante, como triclorobenceno, en tonos de color rojo escarlata puros. Las tinciones son de muy buena solidez al lavado, al sudor, al decatado, a la luz y al sublimado.

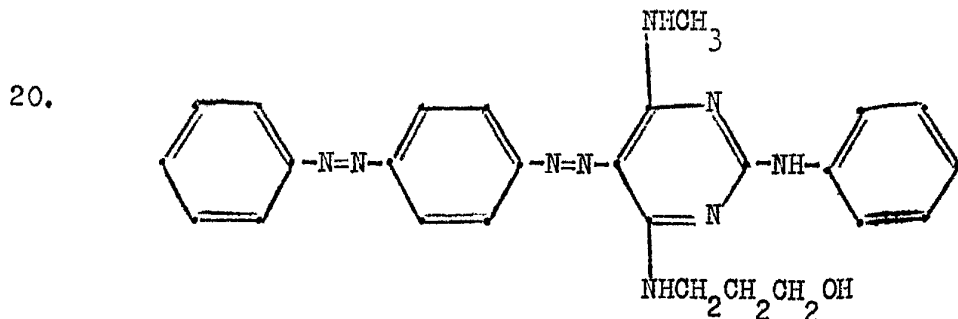
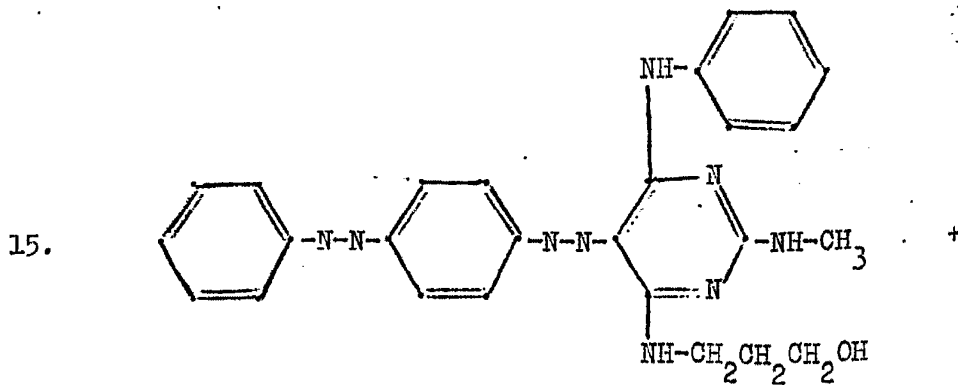
5. La mezcla utilizada en este ejemplo como componente de copulación, de 2-isopropilamino-4-fenilamino-6-beta-hidroxietilamino-pirimidina y 2-fenilamino-4-isopropilamino-6-beta-hidroxietilamino-pirimidina se obtiene por ejemplo mediante reacción de 2,4,6-tricloro-pirimidina con un equivalente de anilina, condensación de la mezcla con ellos resultante de 4-fenilamino-2,6-dicloro-pirimidina y 2-fenilamino-4,6-dicloro-pirimidina con isopropilamina en exceso a 80-90° para formar una mezcla de 2-isopropilamino-4-fenilamino-6-cloro-pirimidina y 2-fenilamino-4-isopropilamino-6-cloro-pirimidina y reacción de esta mezcla con beta-hidroxietilamina en exceso a una temperatura de 140-160°.
- 10.
- 15.

EJEMPLO 50

20. Una suspensión fina de 19,7 gramos de 4-amino-azobenceno en 500 gramos de agua, 75 gramos de ácido clorhídrico al 36% y 5 gramos de éter oleilpoliglicólico se diazoan en forma usual a 15-20° mediante adición de 6,9 gramos de nitrito sódico. La solución diazoica originada



- se adiciona a gotas a 10-15^o a una solución de una mezcla de 21,8 gramos de 2-metilamino-4-fenilamino-6-gamma-hidroxi-propilamino-pirimidina y 5,5 gramos de 2-fenilamino-4-metilamino-6-gamma-hidroxi-propilamino-pirimidina en 500 gramos de ácido acético al 80^o y 400 gramos de agua. A continuación el valor del pH de la mezcla reaccional obtenida se eleva a 4-4,5 mediante adición de acetato sódico. Tras finalizar la copulación se separa por filtración el precipitado de colorante formado teñido de rojo, cuya composición corresponde a las fórmulas
- 5.
- 10.



se lava con agua y se seca como es usual. 5 gramos de la



mezcla de colorante obtenido de esta forma se lleva a una forma finamente dispersable mediante molido con 12 gramos de la sal sódica de un producto de condensación del ácido naftalin-2-sulfónico con formaldehído. Con esta mezcla de colorante se obtiene mediante tinción en dispersión acuosa, eventualmente en presencia de un hinchante, como o-fenilfenol, fibras de tereftalato de poliglicol teñidas en tonos de color rojo escarlata puros. Las tinciones son de muy buena solidez al lavado, al roce y al sudor.

10. La mezcla utilizada en este ejemplo como componente de copulación de 2-metilamino-4-fenilamino-6-gamma-hidroxi-propilamino-pirimidina y 2-fenilamino-4-metilamino-6-gamma-hidroxi-propilamino-pirimidina se obtiene por ejemplo mediante reacción de una mezcla de 4-fenilamino-2,6-dicloro-pirimidina y 2-fenilamino-4,6-dicloro-pirimidina con me-
15. tilamina en exceso a 80-90° y condensación de la mezcla con ello resultante de 2-metilamino-4-fenilamino-6-cloro-piri-
midina y 2-fenilamino-4-metilamino-6-cloro-pirimidina con gamma-hidroxi-propilamina en exceso a una temperatura de
20. 140-160°.

- Si se substituye en el ejemplo anterior la mezcla utilizada como componente de copulación de 2-metilamino-4-fenilamino-6-gamma-hidroxi-propilamino-pirimidina y 2-fenilamino-4-metilamino-6-gamma-hidroxi-propilamino-pirimidina
25. por la misma dosis de una mezcla de 2-beta-hidroxi-propilamino-4-fenilamino-6-metilamino-pirimidina y 2-fenilamino-4-

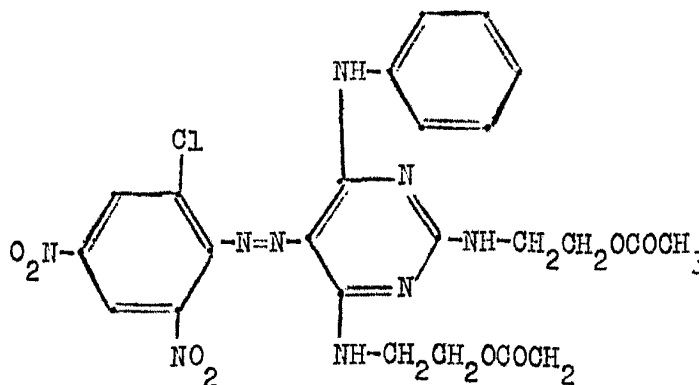


beta-hidroxipropilamino-6-metilamino-pirimidina, se obtiene una mezcla de colorante, que da sobre fibras de tereftalato de poliglicol, tinciones rojo escarlata puras con propiedades igualmente buenas.

5. EJEMPLO 51.

21,8 gramos de 1-amino-2,4-dinitro-6-clorobenceno se disuelven en 200 gramos de ácido sulfúrico concentrado y se diazoa a 20-30° como es usual con ácido nitrosilsulfúrico. La solución de sal diazoica se puede adicionar a gotas a 0-5° a una solución de 37,3 gramos de 4-fenilamino-2,6-bis-beta-acetoxi-etilamino-pirimidina en 400 gramos de ácido acético al 80%, 250 gramos de agua y 200 gramos de alcohol metílico. Tras finalizar la copulación se filtra el precipitado teñido de rojo oscuro, que se segrega, cuya composición corresponde a la fórmula

15.



se lava con agua y luego se seca como es usual. 10 gramos del colorante así obtenido se llevan a una forma finamente dispersable mediante molido con 20 gramos de sulfato de



lignina.

5. Con esta preparación de colorante se puede teñir fibras de tereftalato de poliglicol, eventualmente en presencia de un hinchante, como o-fenil-fenol, en tonos de color rojo puros. Las tinciones obtenidas son de muy buena solidez al lavado, al roce, a la luz y al sublimado.

10. La 4-fenilamino-2,6-bis-beta-acetoxi-etilamino-pirimidina utilizada en este ejemplo como componente de copulación se obtiene por ejemplo mediante reacción de 4-fenilamino-2,6-dicloro-pirimidina con etanolamina en exceso a una temperatura de 130-170° y a continuación acetilación de la 4-fenilamino-2,6-bis-beta-hidroxi-etilamino-pirimidina resultante con anhídrido acético, de preferencia en solución clorobencénica, a una temperatura de 75-90°.

15. Se obtienen colorantes con propiedades similares, cuando se reúne la dosis equivalente de cada uno de los componentes diazoicos indicados en la columna 2 de la siguiente Tabla IV, con uno o bien una mezcla de cada uno de los componentes de copulación relacionados en la columna

20. 3.



T A B L A IV

Ejem plo nº	Componente diazóico	Componente de copulacion	Tono de color sobre fibras de tereftalato de poliglicol
52	1-amino-4-nitrobenceno	2-amino-4-(2'-metilfenilamino)-6-(beta-propoxi-etilamino)-pirimidina	naranja amarillento
53	1-amino-2-ciano-4-nitrobenceno	2-etilamino-4-fenilamino-6-(gamma-acetoxipropilamino)-pirimidina	escarlata
54	1-amino-2-cloro-4-nitrobenceno	2-metilamino-4-(4'-metoxifenilamino)-6-(beta-acetoxipropilamino)-pirimidina	id.
55	1-amino-2-nitrobenceno	2-metilamino-4-fenilamino-6-(beta-butoxi-etilamino)-pirimidina	naranja amarillento
56	1-amino-4-metilsulfonil-benceno	2-(beta-acetoxietilamino)-4-fenilamino-6-(beta-hidroxietilamino)-pirimidina	amarillo
57	1-amino-2,4-dinitrobenceno	32 gramos de 4-fenilamino-2,6-(bis-beta-acetoxietilamino)-pirimidina 5,3 gramos de 2-fenilamino-4,6-(bis-beta-acetoxietilamino)-pirimidina	rojo



Ejemplo n°	Componente diazoico	Componente de copulación	Tono de color sobre fibras de tereftalato de poliglicol
58	1-amino-2,4-dinitro-6-clorobenceno	32 gramos de 4-fenilamino-2,6-(bis-beta-acetoxi-etilamino)-pirimidina 5,3 gramos de 2-fenilamino-4,6-(bis-beta-acetoxietilamino)-pirimidina	rojo
59	1-amino-2,4-dinitro-6-bromobenceno	id	id
60	2-amino-6-metoxi-benzotiazol	id	escarlata

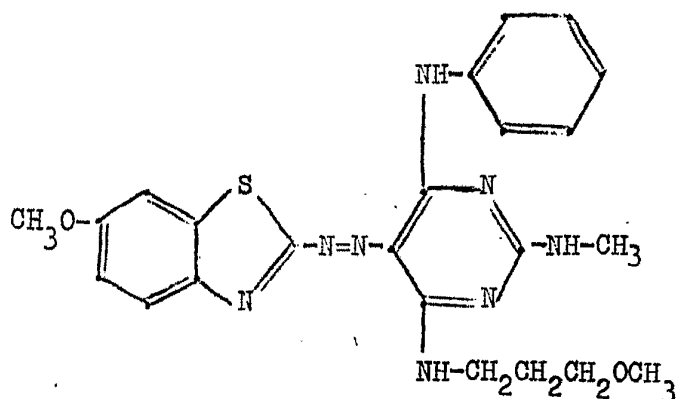
EJEMPLO 61

18 gramos de 2-amino-6-metoxi-benzotiazol se diazoan en 100 gramos de ácido sulfúrico concentrado durante 3 horas a -5° con ácido nitrosilsulfúrico, que corresponde a 6,9 gramos de nitrito sódico. La solución de sal diazoica así obtenida se puede adicionar a gotas a 0-5° a una solución de una mezcla, que consta de 24,4 gramos de 2-metilamino-4-fenilamino-6-gamma-metoxi-propilaminopirimidina y 4,3 gramos de 2-fenilamino-4-metilamino-6-

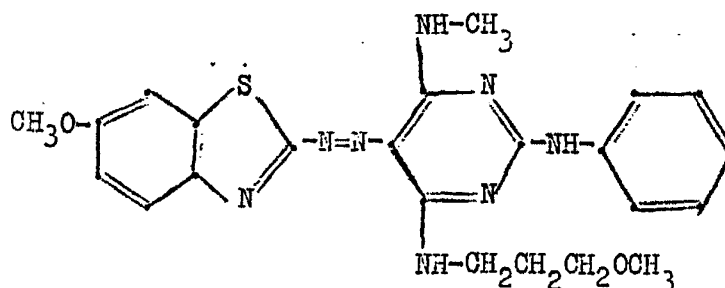


gamma-metoxi-propilamino-pirimidina, en 500 gramos de ácido sulfúrico al 80% y 300 gramos de agua. Tras finalizar la copulación se filtra el precipitado teñido de rojo, que se segrega, cuya composición corresponde a las fórmulas

5.



10.



se lava con agua y luego se seca como es usual. 10 gramos de la mezcla de colorante así obtenida se muelen finamente con 25 gramos de la sal sódica de un producto de condensación del ácido naftalin-2-sulfónico con formaldehído. Con esta preparación se puede teñir fibras de tereftalato de poliglicol, eventualmente en presencia de un hinchante, co-



mo triclorobenceno, bajo amplio agotamiento del baño de color en tonos de color rojo escarlata puros. Las tinciones son de muy buena solidez al roce, a la luz y al sublimado. La mezcla utilizada en este ejemplo como componente de co-

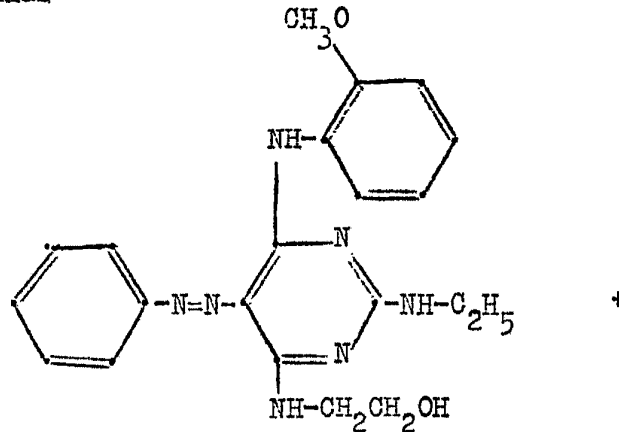
5. pulación, que consta de 2-metilamino-4-fenilamino-6-gamma-metoxi-propilamino-pirimidina y 2-fenilamino-4-metilamino-6-gamma-metoxi-propilamino-pirimidina se obtiene por ejemplo mediante reacción de una mezcla de 4-fenilamino-2,6-dicloropirimidina y 2-fenilamino-4,6-dicloro-pirimidina con
10. metilamina en exceso a 80-90° para formar una mezcla de 2-metilamino-4-fenilamino-6-cloro-pirimidina y 2-fenilamino-4-metilamino-6-cloro-pirimidina y reacción de esta mezcla con gamma-metoxipropilamina en exceso a una temperatura de 140-150°.
15. Se obtienen colorantes con propiedades igualmente buenas, cuando se reúnen las dosis equivalentes de cada uno de los componentes diazoicos relacionados en la columna 2 de la siguiente Tabla V con uno o bien una mezcla de los componentes de copulación indicados en la columna 3.



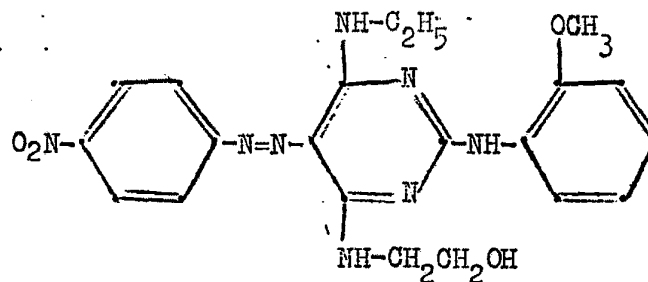
EJEMPLO 67

45,2 gramos de la mezcla de colorante preparada según el Ejemplo 34, cuya composición corresponde a las fórmulas

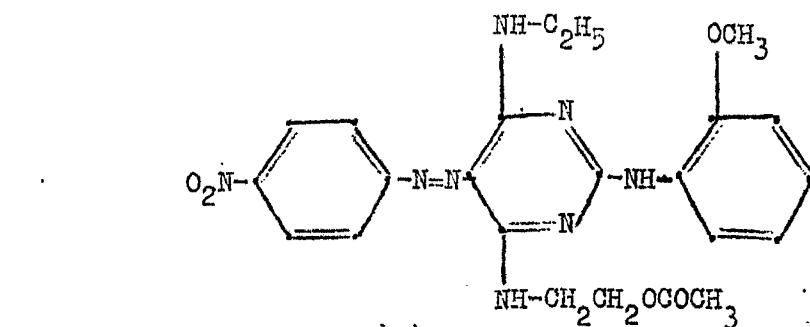
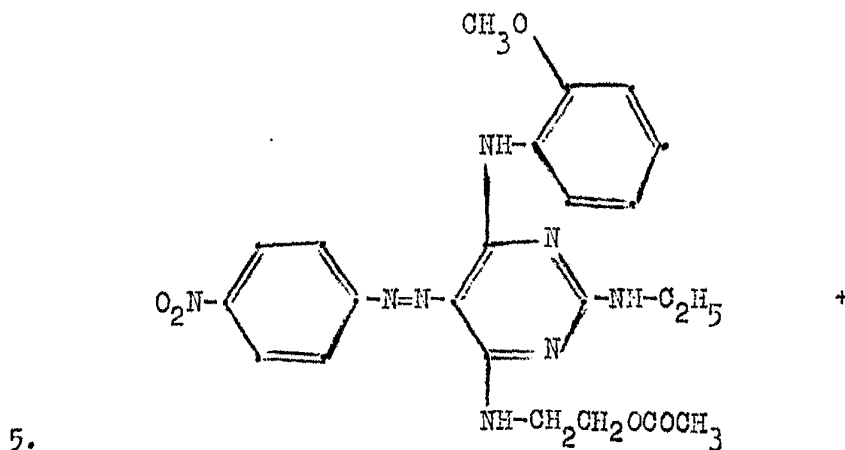
5.



10.



15. se suspende en 250 gramos de ácido acético glacial. La suspensión fina se trata a continuación con 20 gramos de anhídrido acético y luego se calienta durante 2 horas a 70-85°. Para la eliminación del anhídrido acético en exceso se adiciona solamente 40 gramos de alcohol metílico y la
20. mezcla reaccional se mantiene durante otras 2 horas a 50-60°. A continuación la mezcla de colorante acetilado, cuya composición corresponde a las fórmulas

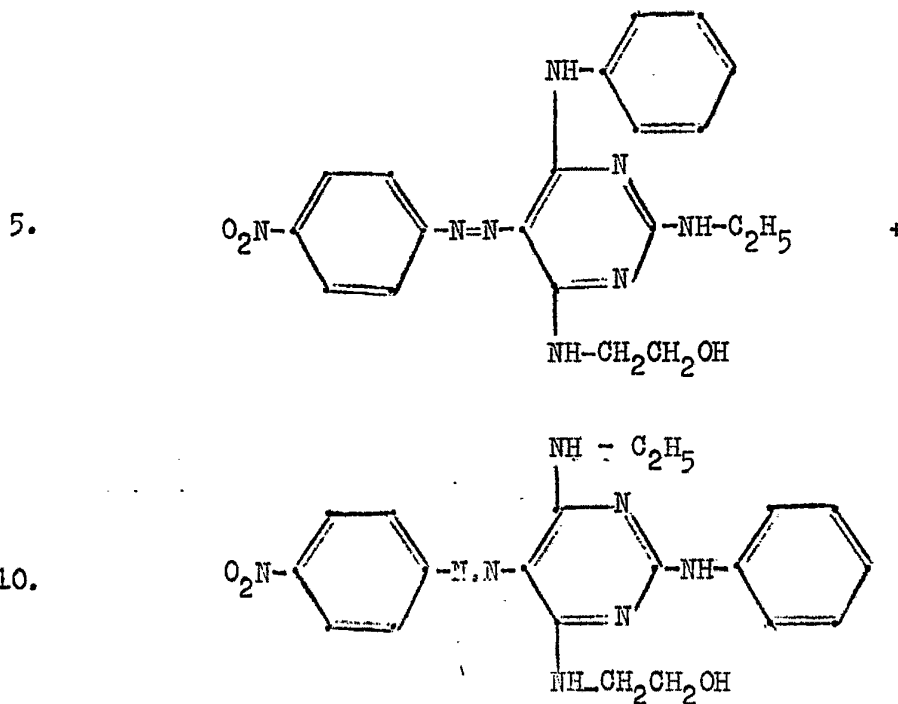


- 15.
- precipita totalmente mediante adición de 250 gramos de agua, se filtra, se lava con agua y se seca como es usual a 60-70° bajo presión reducida. 10 gramos de la mezcla de colorante así obtenida se lleva a una forma finamente dispersable mediante molido con 20 gramos de sulfonato de lignina. Con esta preparación se puede teñir fibras de tereftalato de poliglicol, eventualmente en presencia de un hinchante, como o-fenilfenol, en tonos de color rojo escarlata puros. Las tinciones obtenidas son de muy buena solidez al lavado, al roce, a la luz y al sublimado.



EJEMPLO 68

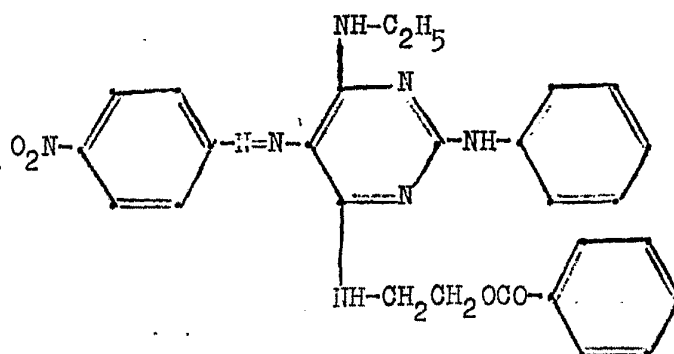
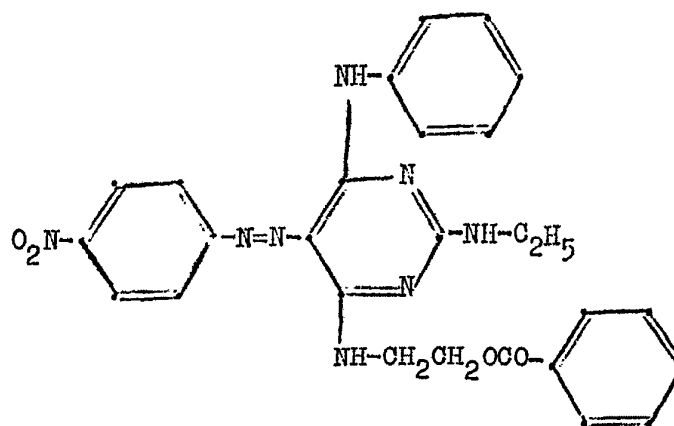
42,3 gramos de la mezcla de colorante preparada según el Ejemplo 11, cuya composición corresponde a las fórmulas



- se suspenden en 400 gramos de dioxano. La suspensión fina se trata con 10 gramos de óxido magnésico y 13 gramos de cloruro de benzoilo y luego se calienta durante 8 horas
15. a 90-95°. A continuación la solución de colorante caliente se clarifica, el dioxano se distribuye con vapor de agua y luego se decanta el agua que queda tras el enfriado. El colorante benzoílico se fija luego con 2.500 gramos de alcohol metílico caliente, tras lo cual precipita en forma
20. cristalina durante el enfriado, la mezcla de colorante cuya composición corresponde a las fórmulas



5.



10. El precipitado de colorante se filtra luego y se seca como es usual. 10 gramos de la mezcla de colorante así obtenida se llevan a una forma finamente dispersable mediante molido con 20 gramos de sulfonato de lignina.

15. Con esta preparación se puede teñir fibras de tereftalato de poliglicol, eventualmente en presencia de un hinchantante, como o-fenilfenol, en tonos de color anaranjado puros. Las tinciones obtenidas son de muy buena solidez al roce, a la luz y al sublimado.

20. Se obtienen colorantes con propiedades igualmente buenas, cuando en el Ejemplo anterior se utiliza en lugar de 13 gramos de cloruro de benzoilo, la dosis equivalente



de éster metílico del ácido clorofórmico, de cloruro de ácido bencensulfónico o de cloruro de ácido p-toluensulfónico.

EJEMPLO 69

5. Tejido de tereftalato de poliglicol (como "Dacron" [®]) de la firma E.J. Du Pont de Nemours, Wilmington, Delaware, USA) se impregna en un fular a 40° con un baño de la composición siguiente:
- 20 partes en peso del colorante obtenido según el Ejemplo 34, finamente disperso en
10. 7,5 partes en peso de alginato sódico
- 20 partes en peso de trietanolamina
- 20 partes en peso de éter poliglicólico de octilfenol y
- 900 partes en peso de agua.
15. El tejido exprimido de un contenido de baño de impregnación de cerca del 100% se seca a 100° y a continuación se fija durante 30 segundos a una temperatura de 210°. El género teñido se enjuaga con agua, se saponifica y seca. Se obtiene bajo estas condiciones una tinción rojo escarlata,
20. sólida al lavado, al roce, a la luz y al sublimado.
- Los colorantes descritos en los otros Ejemplos dan según este procedimiento tinciones de igual calidad.

EJEMPLO 70

25. En un aparato de teñido a presión se suspende finamente 2 gramos del colorante obtenido según el Ejemplo 58



en 2000 gramos de agua, que contienen 4 gramos de éter oleil poliglicólico. El valor de pH del baño de color se regula con ácido clorhídrico a 5-5,5.

5. Se introduce luego a 50° 100 gramos de tejido de tereftalato de poliglicol, el baño se calienta en el término de 30 minutos a 140° y se tinte durante 50 minutos a esta temperatura. La tinción se enjuaga a continuación con agua, se saponifica y se seca. Se obtiene bajo mantenimiento de estas condiciones una tinción rojo pura, sólida al lavado, al sudor, a la luz y al sublimado.
- 10.

Los colorantes descrito en los otros Ejemplos dan según este procedimiento, tinciones de igual calidad.

EJEMPLO 71

15. 2 gramos del colorante obtenido según el Ejemplo 1 se dispersan en 4000 gramos de agua. A esta dispersión se adiciona como hinchante, 12 gramos de o-fenil-fenolato sódico, así como 12 gramos de fosfato diamónico y se tinte 100 gramos de hilos de tereftalato de poliglicol durante 1 1/2 hora a 75-98°. La tinción se enjuaga y se trata posteriormente con lejía de sosa diluida y un dispersante.
- 20.

Así se obtiene una tinción rojo pura, sólida al lavado, a la luz y al sublimado.

25. Si en el Ejemplo anterior se substituye los 100 gramos de hilos de tereftalado de poliglicol por 100 gramos de tejido de triacetato de celulosa, y se tinte bajo las condiciones indicadas y a continuación se enjuaga con agua, se obtiene una tinción roja de muy buena solidez al lavado y al sublimado.



N O T A

Descrito el objeto del presenta invento, se declaran nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones, con prioridad de las solicitudes de patentes suizas núms. 16101/66 y 16152/66 del 8 de Noviembre de 1966 y 6345/67 del 2 de Mayo de 1967, existiendo en ellas

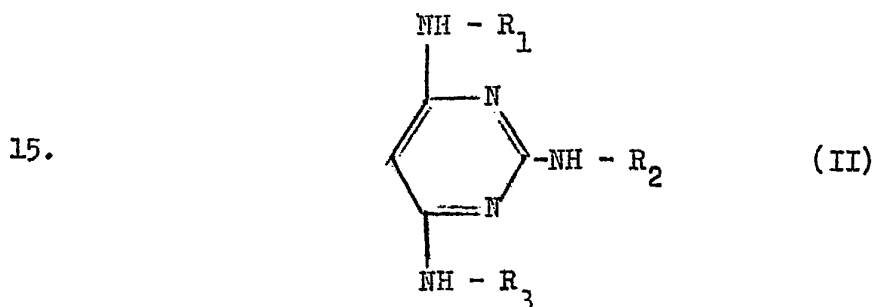
5. unidad de invención.

1. Mejoras en el objeto de la patente principal nº 329.758 por "Procedimiento para la preparación de colorantes azoicos dispersables, difícilmente solubles en agua" caracterizadas porque el compuesto diazoico de una amina de

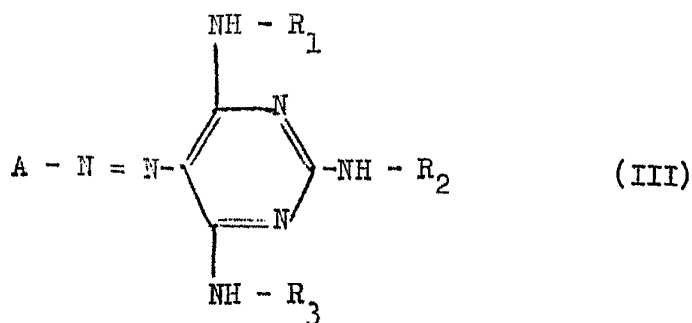
10. la fórmula I



se copula con un componente de copulación de la fórmula II



para formar un colorante azoico de la fórmula III



cuyas fórmulas

5. A significa un radical arílico, carboxílico o heterocíclico eventualmente sustituido, que puede contener asimismo grupos arilazo, y de R_1 , R_2 y R_3 una R significa un radical fenílico eventualmente sustituido, otra R, significa un radical de la fórmula $-\text{alk}-\text{O}-\text{Z}$, en la que $-\text{alk}-$ significa un radical alquilénico eventualmente sustituido y Z significa hidrógeno, un radical acílico o un radical hidrocarburo eventualmente sustituido, y la tercera R significa hidrógeno o un radical alquílico, cicloalquílico o fenalquílico eventualmente sustituido,
- 10.
- 15.
20. en donde los componentes se eligen de forma que el colorante azoico no muestra grupos hidrógenos que forman sal en agua.

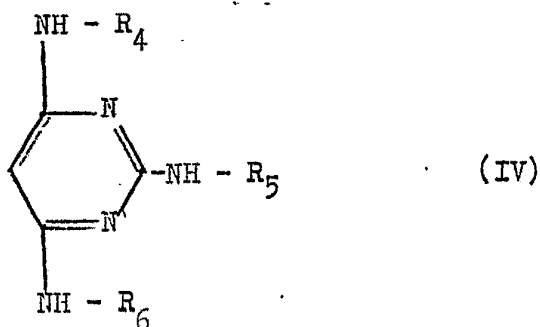
2. Mejoras, según la reivindicación 1, caracterizadas por la utilización del compuesto de una amina de la



fórmula I, en la que A significa un radical fenílico que muestra por lo menos un sustituyente no ionógeno, que atrae electrones en posición orto y/o para al grupo amino.

3. Mejoras, según la reivindicación 1, caracterizadas por la utilización del compuesto diazoico de una amina de la fórmula I, en la que A significa un radical benzotiazolilo-(2) eventualmente no ionógeno sustituido.

4. Mejoras, según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizadas por la utilización de un componente de copulación de la fórmula IV



15. en la que

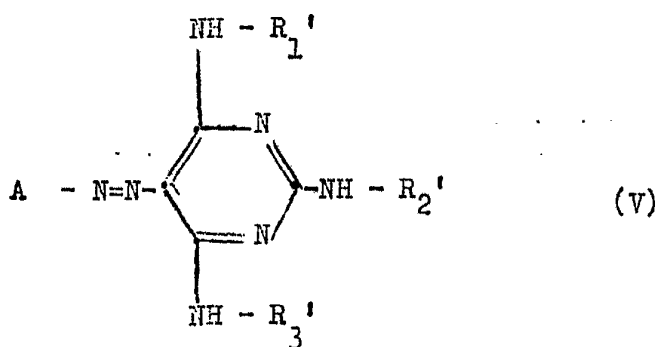
de R_4 , R_5 y R_6 , una R significa un radical fenílico, eventualmente sustituido por grupos alquílicos o alcoxi inferiores, otra R significa un radical de la fórmula -alk-O-Z , en el que para -alk- y Z vale lo indicado en la reivindicación 1, y la tercera R significa un radical alquíli-



co inferior, eventualmente sustituido por grupos aciloxi o alcoxi.

5. Mejoras según la reivindicación 1, para la preparación de colorantes azoicos difícilmente solubles en agua, de la fórmula III, en la que de R_1 , R_2 y R_3 , por lo menos una R significa un radical alquílico sustituido por grupos aciloxi, que en una variante de realización se caracterizan porque un compuesto de la fórmula V

10.



en la que

15.

de R_1' , R_2' y R_3' , una R' significa un radical fenílico eventualmente sustituido, otra R' significa un radical de la fórmula $-alk-OH$, y la tercera R' significa lo mismo que la segunda R' un radical alquílico insustituido, un radical al-



quílico sustituido diferente o un grupo éicloal-
quílico o fenalquílico eventualmente sustitui-
do, y

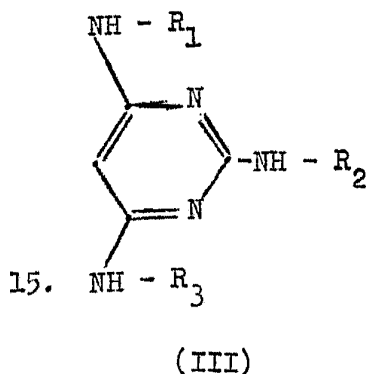
A y -alk -tiene la significación indicada en la reivindica-
ción 1,

5.

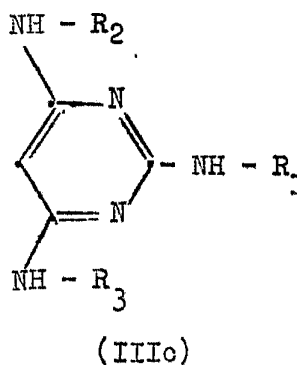
se hace reaccionar con un agente de acilación, en donde
las materias de partida se eligen de forma que el colo-
rante final no muestra grupos ionógenos formadores de sal
en agua.

10.

6. Mejoras según las reivindicaciones 1 a 4, carac-
terizadas por la utilización de un componente de copula-
ción de compuestos isómeros de las fórmulas IIIb y IIIc,



y



en las que

R₁ significa un radical fenílico eventualmente sus-
tituido,

R₂ significa hidrógeno o un radical alquílico, ci-
cloalquílico o fenilalquílico eventualmente sus-

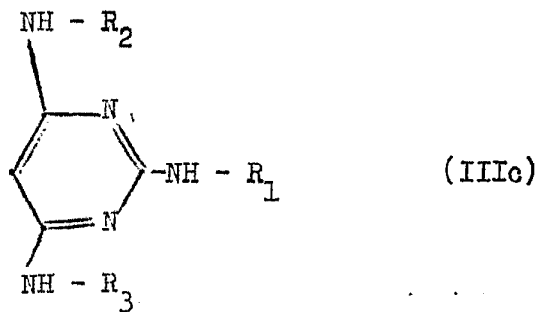
20.



tituido y

R_3 significa un radical alquílico sustituido mediante un grupo hidroxílico o mediante un grupo alcoxi inferior.

5. 7. Mejoras según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizadas por la utilización de un componente de copulación de la fórmula IIIc



10.

en la que

R_1 , R_2 y R_3 tienen la significación indicada en la reivindicación 7.

15. 8. Mejoras en el objeto de la patente principal nº 329.758, por "Procedimiento para la preparación de colorantes azoicos dispersables, difícilmente solubles en agua"

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 61 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 7 Noviembre 1967

p.a.

JAIMÉ ISEN
Firmado: JOSÉ RODRIGUEZ