



Case 1-2522

349012

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

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

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a nuevos colorantes azopirimidinicos acuosolubles, procedimiento para su preparación, a su utilización para teñir o estampar material orgánico, en especial para teñir o estampar fibras textiles conteniendo poliamida y, como producto industrial, el material orgánico teñido o estampado con estos colorantes.

5.

Se ha hallado que se obtienen colorantes azopirimidinicos acuosolubles, técnicamente valiosos, al copular compuestos diazoicos o bien tetraazoicos de monoaminas o bien diaminas aromáticas con un equivalente de un compuesto 2,4,6-triamino-pirimidinico

10.



- eventualmente substituido, copulable en posición 5 o bien dos equivalentes iguales o diferentes de tales compuestos 2,4,6-triaminopirimidínicos o un equivalente de uno de tales compuestos triamino-pirimidínicos y un equivalente de otro componente de copulación cualquiera y, cuando los componentes de copulación muestran grupos amino diazocables, los colorantes aminoazopirimidínicos obtenidos se diazoan eventualmente a continuación y se copulan de nuevo con un componente de copulación cualquiera, para lo cual los componentes se eligen, de forma que el colorante final muestra por lo menos un grupo acuosoluble, formador de sal, que disocia ácido en agua y por lo menos tres anillos no condensados entre sí.

15. Como grupos acuosolubles, formadores de sal, que disocian ácido en agua pueden entrar en consideración en especial los grupos de ácido sulfónico, pero además asimismo los grupos de ácido carboxílico, grupos de amida de ácido sulfónico acilados, como los grupos alquildisulfimidico o arildisulfimidico o bien alquilcarbonilsulfimidico o arilcarbonilsulfimidico, así como los grupos de sulfato, sulfina, fosfina o de ácido fosfónico no solo los componentes diazoicos sino también los de copulación pueden contener estos grupos acuosolubles.

25. La solidez a la humedad respecto a las tinciones producidas con tales colorantes y en parte asimismo las



propiedades de solidez a la luz requieren reivindicaciones ajustadas de forma que los colorantes azopirimidínicos acuosolubles según la invención muestran por lo menos tres anillos no condensados entre sí de los cuales por lo menos dos tienen carácter aromático y el tercero puede asimismo ser en parte insaturado o alicíclico. Por ello puede tratarse no solo de carbociclo sino también de heterociclo.

Los compuestos diazoicos apropiados para el procedimiento según la invención pueden derivarse de monocaminas aromáticas diazocables cualesquiera de la serie carbocíclica como también de la heterocíclica. Compuestos diazoicos carbocíclicos pueden pertenecer por ejemplo a las series benecénica, naftalínica o antracénica. Junto a los grupos diazoicos pueden estar presentes grupos que disocian ácido en agua y eventualmente otros substituyentes usuales en colorantes azoicos, por ejemplo halógenos, como fluor, cloro o bromo; grupos tiano o nitro; grupos de hidrocarburo, en especial grupos alquílicos inferiores; grupos alquílicos substituidos, por ejemplo grupos perfluoralquílicos, como el grupo trifluormetilico, además grupos hidroxialquílicos, alcoxialquílicos, aciloxialquílicos, carboxialquílicos, carbalcoxialquílicos, cianocalquílicos; grupos de éteres, de preferencia grupos alcoxi y ariloxi inferiores, grupos de tioéteros, como grupos alquiltio y feniltio inferiores; grupos acílicos, como grupos alcanilo, arilo, alcoxicar-



- bonílicos, ariloxicarbonílicos, alquilsulfonílicos o arilsulfonílicos inferiores; grupos ariloxisulfonílicos, como grupos feniloxisulfonílicos, alquifeniloxisulfonílicos halogenofenil-oxo-sulfonílicos; grupos amino eventualmente substituidos mediante grupos alifáticos, aralifáticos, carbocíclicos o heterocíclicos; grupos acilamino, en especial grupos alcancoilamino y alcancoilamino inferiores, como grupos acetilamino, cloroacetilamino, bromopropionilamino, acroilamino, cloroacroilamino, bromoacroilamino o dibromoacroilamino; grupos aroilamino, como grupos benzoilamino, grupos alcoxicarbonilamino, grupos alquilsulfonilamino, arilsulfonilamino, grupos N-carbacil-N-alquilamino, grupos carbacilamino metílicos, como grupos cloroacetilamino metílicos o cloroacroilamino metílicos, grupos de amida de ácido carboxílico y de amida de ácido sulfónico mono o disubstituidas eventualmente en el nitrógeno, en especial grupos de amida de ácido N-alquilo inferior-sulfónico o de ácido N,N-dialquilo inferior-sulfónico, así como grupos arilazo. Además los grupos arilazo ocupan de preferencia la posición para al grupo diazoico que se encuentra en un anillo bencénico. Uno de tales anillos bencénicos substituidos puede formar el componente de un sistema de anillo condensado, por ejemplo de un anillo naftalínico o de benzotriazol. En los substituyentes arriba relacionados pueden estar substituidos en igual
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.



forma en todo caso los anillos aromáticos existentes.

5. Como componentes diazoicos heterocíclicos pueden entrar en consideración las aminas primarias diazoables, sobre todo heterociclos de caracter aromático, en especial conteniendo nitrógeno, de 5 ó 6 miembros, que corresponden por ejemplo a la serie del pirrol, pirazol, tiazol, oxidiazol, tiodiazol, triazol, tetrazol o piridina. También se puede utilizar aminas de heterociclos condensados polinucleares, que muestran de preferencia un anillo bencénico
10. anillado, como por ejemplo los anillos de benzotiazol, benzotriazol, indol, indazol o quinolina eventualmente substituidos. Estos componentes diazoicos heterocíclicos mono o polinucleares pueden mostrar en especial substituyentes usuales en colorantes azoicos del tipo arriba enumerado, en especial halógenos, pseudohalógenos, como grupos
15. ciano o tiociano, grupos nitro, alquílicos inferiores, alcoxi inferiores, alquilsulfonílicos inferiores y grupos de amida de ácido sulfónico eventualmente substituidos
20. mediante grupos alquílicos o dialquílicos inferiores, así como también grupos arilazo.

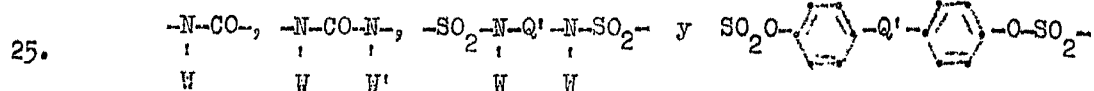
25. Como compuestos tetraazoicos se utiliza diaminas aromáticas, por ejemplo fonilnodiaminas tetraazoadas, diamino-difenilos o derivados de diamino-difenilos, cuyos núcleos bencénicos pueden contener substituyentes de los



antes citados. En los derivados diamino-difenílicos, los núcleos bencénicos están enlazados sobre un miembro del puente bivalente. Miembros de puente pueden ser átomos bivalentes, como oxígeno o azufre, o grupos bivalentes.

5. Como grupos bivalentes se citan por ejemplo los grupos imino no sustituidos o sustituidos, los radicales de hidrocarburo bivalentes, por ejemplo radicales alquilénicos inferiores de cadena rectilínea o ramificada, como el grupo metilénico, 1,2-etilénico o 2,2-propilénico, los grupos 1,1-ciclohexilénicos o radicales alquilénicos inferiores, como el grupo vinilénico, además radicales acílicos, que pueden derivarse de un ácido bivalente inorgánico u orgánico. Se trata en especial de los radicales $-CO-$, $-SO-$, $-SO_2-$ de ácidos inorgánicos y por ejemplo los radicales de ácidos dicarboxílicos alifáticos, saturados o no saturados, como del ácido oxálico, el ácido fumárico, del ácido succínico, o los radicales de ácidos dicarboxílicos cíclicos, por ejemplo aromáticos, como del ácido teroftálico o del ácido isoftálico o del ácido naftalin-2,6-dicarboxílico.
- 10.
- 15.
- 20.

Como otros grupos puente bivalente se citan, por ejemplo, $-N=N-$, $-SO_2O-$, $SO_2-\underset{\substack{| \\ W}}{N}-$, $-SO_2-\underset{\substack{| \\ W}}{N}-SO_2-$, $SO_2-\underset{\substack{| \\ W}}{N}-CO-$,





en donde

W y W', significan, cada una, hidrógeno o un radical alquílico inferior y

5. Q' significa un grupo alquilénico con de preferencia de 1 a 4 átomos de carbono, como el grupo etilénico o propilénico, o un grupo cicloalquilénico, como el grupo ciclohexilénico o un grupo arilénico, como un grupo fenilénico.

10. Son en especial fácilmente accesibles y por ello compuestos tetraazoicos ventajosos, junto a las para-fenilendiaminas y meta-fenilendiaminas y los compuestos 4,4-diaminodifenílicos, los derivados di-aminodifenílicos con

15.
$$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ | \\ -\text{O}-, -\text{S}-, -\text{CH}_2-, -\text{C}-, -\text{CH}_2\text{CH}_2-, -\text{CH}=\text{CH}-, -\text{NH}-, -\text{CO}-, -\text{SO}_2-, \\ | \\ \text{CH}_3 \end{array}$$

$$-\text{SO}_2-\text{NH}-\text{SO}_2-, -\text{SO}_2\text{NH}-, -\text{NH}-\text{CO}- \text{ o } -\text{NH}-\text{CO}-\text{NH}-,$$

- como miembros de puente. Como tales diaminas se citan por ejemplo: meta-fenilendiamino y para-fenilendiamina, benzidina, tolidinas, dianisidina, 4,4'-diaminoestilbeno, 3,3'-diamino-benzofenona, 4,4'-diaminodifenilsulfona, 3,3'-diaminodifenilsulfona, 2,2'-diaminodifenilsulfona, sulfuro 4,4'-diaminodifenílico, sulfuro 2,2'-diaminodifenílico, disulfimida 4,4'-diaminodibencónica, 4,4'-diaminodifenilmetano,
- 25.



- 4,4'-diaminodifeniletano, 2,2-bis-(4'-aminofenil)-propano, 4,4'-diaminodifeniléter, 4,4'-diaminodifenilamina, 4,4'-diaminodifenilurea, sulfimida 3,3'-diaminodibencénica, 1-amino-4-(4'-amino-benzoilamino)-benceno, así como sus productos de substitución, como por ejemplo ácido 1,4-diaminobencen-3-sulfónico, ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico, 1,4-diamino-3-nitrobencono, ácido 4,4'-diamino-difenil-3-sulfónico, ácido 4,4'-diamino-difenil-2,2'-disulfónico, ácido 4,4'-diamino-3,3'-dimetoxi-difenil-2,2'-disulfónico, 3,3'-diamino-4,4'-diclorobenzofenona, ácido 4,4'-diaminodifenilamin-2-sulfónico, ácido 4,4'-diaminoestilben-2,2'-disulfónico, ácido 4,4'-diamino-dibencil-2,2'-disulfónico, sulfuro 2,2'-diamino-4,4'-dicloro-difenílico, 2,2'-diamino-4,4'-dicloro-difenilsulfona, 4,4'-diamino-3,3'-dicloro-difenilo, 4,4'-diamino-3,3'-diclorodifenilmetano, ácido 1-amino-4-(4'-aminobenzoil-amino)-bencen-3-sulfónico, ácido 4,3'-diamino-difenilurea-3-sulfónico, además el 2,2-bis-(4'-(2''-aminofenil-sulfoniloxi)-fenil)-propano.

20. Los compuestos 2,4,6-triaminopirimidínicos que pueden entrar en consideración como componentes de copulación pueden mostrar en cada átomo de nitrógeno de la amina, uno o dos substituyentes; éstos pueden constar de radicales de hidrocarburo eventualmente substituidos ulteriormente o radicales heterocíclicos. Dos substituyentes fijados en
25. igual nitrógeno pueden estar enlazados asimismo en forma



de anillo, eventualmente bajo inclusión de otros heteroátomos, como oxígeno o nitrógeno.

5. Como radicales de hidrocarburo pueden entrar en consideración por consiguiente, por ejemplo, grupos alquílicos rectilíneos o ramificados con hasta 8 átomos de carbono, de preferencia de 1 a 5, grupos cicloalquílicos, como el grupo ciclohexílico, grupos aralquílicos, en especial grupos fenalquílicos, como el grupo bencílico, y grupos arílicos homocíclicos, como los grupos fenílico, difenílico, fenalquilfenílico o naftílico. Si los radicales de hidrocarburo alifáticos y cicloalifáticos están substituidos, pueden entrar en consideración como substituyentes, por ejemplo, los grupos hidroxilo, ciano o de ácido sulfónico, grupos alcoxi inferiores de preferencia con 1 a 4
10. átomos de carbono o halógenos, como cloro o bromo.
- 15.

- Si los anillos aromáticos de los substituyentes de nitrógeno están substituidos ulteriormente, contienen los substituyentes antes enumerados, usuales en colorantes azoicos, por ejemplo, halógenos, como flúor, cloro o bromo, o grupos nitro, grupos alquílicos inferiores, grupos alcoxi, fenoxi inferiores, grupos alquilsulfonílicos inferiores, fenilsulfonílicos inferiores, grupos alcancoilamino inferiores o grupos de amida de ácido sulfónico N-monosubstituida o N,N-disubstituida eventualmente mediante grupos alquílicos, hidroxialquílicos o alcoxialquílicos, así como grupos
- 20.
- 25.



de ácido sulfónico.

5. Como radicales heterocíclicos del nitrógeno de la amina son por ejemplo de comprender aquellos que se derivan de anillos condensados y/o substituidos eventualmente, que muestran de preferencia nitrógeno terciario, de cinco o seis miembros, en especial heterociclos conteniendo aromatos, como piridina, benzotriazol o quinolina.

10. Si los dos substituyentes fijos en igual nitrógeno de la amina están enlazados en forma de anillo, forman, por ejemplo, el anillo de aziridina, pirrolidina, piperidina o morfolina. De los compuestos 2,4,6-triamino-pirimidínicos utilizables según la invención, se usan de preferencia aquellos, en los cuales los nitrógenos de la amina del núcleo pirimidínico se encuentran no substituidos o en especial monosubstituidos.

15. En los colorantes azopirimidínicos preparables según la invención se encuentran los grupos de ácido sulfónico de preferencia en substituyentes de los componentes pirimidínicos. Se obtiene colorantes monoazoicopirimidínicos o bien disazoicopirimidínicos valiosos especialmente que se caracterizan entre otros por su accesibilidad y actividad muy elevada a las fibras de poliamida, así como por buena estabilidad en baño de color hirviente, mediante copulación del compuesto diazoico de una arilamina carbocíclica o hete-

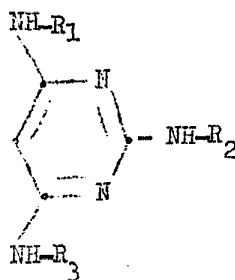


rocíclica que muestra eventualmente un grupo arilazo, con aquellos compuestos 2,4,6-triaminopirimidínicos eventualmente substituidos ulteriormente, copulables en posición 5, que muestran por lo menos un substituyente de arilamina.

5.

Según ello se derivan productos de copulación ventajosos de compuestos 2,4,6-triaminopirimidínico de la fórmula I,

10.



(I)

15.

en la que

de R_1 , R_2 y R_3 , una R significa un radical fenílico o naftílico eventualmente substituido y las otras R significan, cada una, hidrógeno o un grupo alquílico, cicloalquílico, fenalquílico, fenílico o naftílico no substituido o substituido.

20.

25.

Si los N-substituyentes en la fórmula I significan un radical fenílico o naftílico substituido, éste puede mostrar como substituyentes ventajosos, halógenos, como fluor o cloro, grupos de ácido sulfónico, grupos alquílicos o alcoxi inferiores. Cuando R_1 , R_2 o R_3 significan un radi-



5. cal alquílico, éste muestra de preferencia de 1 a 4 átomos de carbono. Si este radical alquílico está substituido, pueden entrar en consideración como substituyentes en especial grupos hidroxílicos, grupos alcoxi inferiores como el grupo metoxi, etoxi o butoxi, o halógenos como cloro o bromo. Como grupos cicloalquílicos y fenalquílicos, R_1 , R_2 ó R_3 representan de preferencia el grupo ciclohexílico, metilciclohexílico o bien el grupo bencílico.

10. En caso de que el compuesto tetraazoico utilizado según la invención se origine a partir de un compuesto diamino-difenílico, cuyos núcleos bencénicos están enlazados directamente o sobre un miembro de puente, este compuesto se copula de preferencia con dos equivalentes de los mismos compuestos 2,4,6-triaminopirimidínicos eventualmente substituidos, copulables en posición 5, en donde los componentes de copulación contienen de preferencia por lo menos un radical sulfocarílico como substituyentes N. Para este objeto son en especial apropiadas las aminopirimidinas de la fórmula I, en la que de R_1 , R_2 y R_3 , una significa un radical sulfonílico y las otras R significan, cada una, hidrógeno o radicales alquílicos idénticos.

15.

20.

25. En lugar de 2 equivalentes de aminopirimidinas iguales se puede hacer reaccionar el compuesto tetraazoico asimismo en cualquier sucesión apropiada por una parte con 1 equivalente de un compuesto 2,4,6-triamino-pirimidínico



eventualmente substituido, y por otra parte con un equivalente de otro compuesto 2,4,6-triamino-pirimidinico o con un equivalente de otro componente de copulacion cualquiera. Componentes de copulacion apropiados en el ultimo caso son:

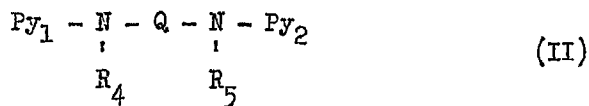
5. les, naftoles, 5-pirazolonas, 2,4-dioxiquinolinas, 3,5-dioxopirazolidinas, acidos barbituricos, dianilidas de acido malonico, amidas de acido acilacotico o bien aminonaftalinas y 5-aminopirazoles que copulan en posicion vecina al grupo hidroxilico o bien a un grupo amino, y que pueden contener:

10. los substituyentes arriba relacionados, usuales en colorantes azoicos, en especial grupos de acido sulfonico.

Asimismo otras formas de realizacion del procedimiento de preparacion general arriba transcrito se muestran a menudo como valiosas. Asi se puede copular por ejemplo dos equivalentes iguales o diferentes entre si de compuestos diazoicos de arilaminas carbociclicas o heterociclicas con un componente de copulacion que muestra dos agrupaciones 2,4,6-triamino-pirimidinicas eventualmente substituidas, copulables en posicion 5. Para esta forma de realizacion

15. segun la invencion los componentes de copulacion apropiados corresponden por ejemplo a los compuestos de la formula II,

20.



25.



= 14 =

En esta fórmula

5. Py_1 y Py_2 significan radicales iguales o diferentes entre sí de compuestos pirimidínicos copulables en posición 5, que están enlazados en posición 2 ó 4 con $-N-$ o bien $-N-$

$$\begin{array}{ccc} & | & | \\ & R_4 & R_5 \end{array}$$

10. y que contienen en los átomos de carbono de anillo usuales grupos amino primarios, secundarios o terciarios,

R_4 y R_5 significan, cada una, hidrógeno o radicales alquílicos inferiores y

15. Q significa un miembro de puente conteniendo carbono, bivalente, en especial un radical de hidrocarburo alifático que está interrumpido o bien substituido eventualmente mediante heteroátomos, en especial oxígeno, azufre o nitrógeno de amina, o un radical hidrocarburo

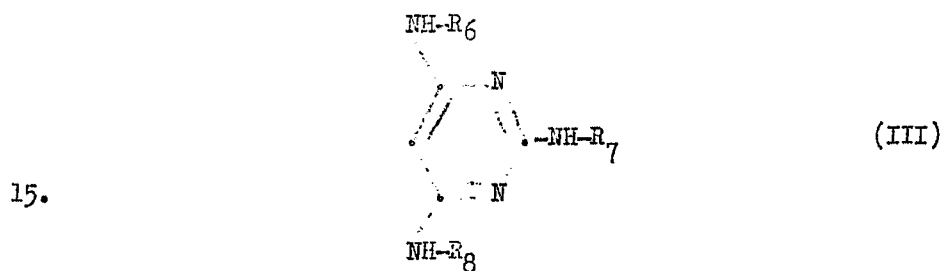
20. aromático, que puede contener substituyentes usuales, precedentemente citados, en colorantes azoicos.

25. Otra forma de realización del procedimiento según la invención consiste en que el compuesto diazoico de una arilamina carbocíclica o heterocíclica se copula con un com-



5. puesto 2,4,6-triamino-pirimidínico copulable en posición 5, que muestra un grupo aminoarílico diazocable en un nitrógeno de amina, el compuesto aminoazoico obtenido se diazoa nuevamente y se purifica con un componente de copulación que copula en posición orto a un grupo hidroxílico o amino.

10. Componentes ventajosos de agentes pirimidínicos que contienen grupos aminoarílicos diazocables, que pueden copular en posición 5 y a continuación diazoarse, son entre otros los compuestos pirimidínicos de la fórmula III,



20. En esta fórmula uno de los substituyentes R_6 , R_7 y R_8 significa un radical aminofenílico eventualmente substituido ulteriormente. Los otros substituyentes de nitrógeno representan en especial hidrógeno o radicales alquílicos inferiores.

25. Como componentes de copulación terminales, que copulan en posición orto a un grupo hidroxílico o amínico, puede



entrar en consideración cualquier componente de copulación del tipo arriba relacionado, inclusive los compuestos 2,4,6-triamino-pirimidínicos. Sin embargo, componentes de copulación, que pertenecen a la serie del naftol, 1-aril-5-pirazolona, naftilamina y 1-aril-5-amino-pirazol, conducen a productos finales especialmente valiosos.

10. Junto a los substituyentes arriba citados, tales en colorantes azoicos, los colorantes azopirimidínicos según la invención también pueden contener agrupaciones llamadas reactivas a las fibras, es decir grupos, que con tipos de fibras deseados como lana o de preferencia fibras de celulosa, pueden formar un enlace químico.

15. Tales agrupaciones están enlazadas directamente o sobre miembros de puente, como oxígeno, azufre, sin embargo de preferencia sobre un grupo amino, un grupo alquilamino inferior, un grupo aminometilénico, un grupo sulfonilamino, un grupo carbonilamino o un grupo urcido, en un anillo aromático de la estructura del colorante y pueden introducirse en la molécula monoazoica o poliazoica mediante reacciones de transformación usuales durante una fase cualquiera de la preparación de los nuevos colorantes. Bajo reacciones de transformación usuales son de comprender por ejemplo la reacción de un componente que contiene un grupo amino azulable con un compuesto, que muestra además de los substituyen-

20.

25.



- tes reaccionables por lo menos otro radical desdoblable como anión bajo las condiciones de teñido o un enlace múltiple apto para adición. Los substituyentes desdoblables como anión son en primer lugar los átomos de halógeno móviles, de preferencia cloro o también bromo y flúor, que deben su movilidad por ejemplo al enlace en átomos de carbono alfa o beta en radicales alifáticos substituidos negativamente, a la presencia de substituyentes electrófilos en posición orto y/o para en radicales aromáticos o a la presencia de átomos de nitrógeno de anillo terciarios en heterociclos de carácter aromático, de preferencia heterociclos de 6 miembros con por lo menos dos átomos de nitrógeno terciario en el anillo. Otros substituyentes móviles, desdoblables como anión son radicales alifáticos, electrófilos substituidos en posición beta, de grupos hidroxílicos esterificados con ácidos fuertes, por ejemplo grupos beta-hidroalquil-sulfónicos o -sulfamílicos esterificados con ácido sulfúrico.

20. Como enlaces múltiples aptos para adición pueden entrar en consideración por ejemplo el grupo $\begin{matrix} -C=C- \\ | \quad | \end{matrix}$ ó $-C=C-$ que se encuentra en posición vecina a un grupo electrófilo; ejemplos de agrupaciones reactivas a las fibras y aptas para adición son el grupo vinilsulfónico, el radical acroilo o metracroilo, así como el radical ácido del ácido propiólico. Las agrupaciones reactivas a las
- 25.



5. fibras se introducen en las materias finales, por ejemplo al acilar colorantes azopirimidínicos que contienen grupos amino acilables con ácidos o derivados funcionales aptos para reacción de estos ácidos, que muestran en el radical ácido una de las agrupaciones reactivas a las fibras arriba enumeradas.

Como tales agentes de acilación pueden entrar en consideración de preferencia:

10. a) imidohaluros de ácidos carboxílicos cíclicos, como
15. alfa) compuestos s-triazínicos con por lo menos dos átomos de halógeno enlazados al átomo de carbono, como cloruro de tricianógeno, bromuro de tricianógeno, así como productos de condensación primarios a partir de cloruro de tricianógeno o bien bromuro de tricianógeno con por ejemplo amoníaco, aminas, alcoholes, alquiltercaptanos, fenoles o tiofenoles;
20. beta) pirimidinas con por lo menos dos átomos de halógeno aptos para reacción, como 2,4,6-tricloropirimidina o 2,4,6-tribromopirimidina, que pueden estar substituidos ulteriormente en posición 5, por ejemplo mediante un grupo inferior alquílico, alquenílico, fenílico, carboxílico, ciano, nitro, clorometílico, clorovinílico,
25. lico, carbalcoxi, carboximetílico, alquilsulfonílico,



- de amida de ácido carboxílico o de amida de ácido sulfónico, sin embargo de preferencia mediante átomos de halógeno, como cloro, bromo o fluor; halogenopirimidinas especialmente apropiadas son la 2,4,5,6-tetracloropirimidina o la 2,4,5,5-tetrabromopirimidina;
5. b) Los haluros de ácidos halogenopirimidincarboxílicos, como cloruro de ácido 2,4-dicloropirimidin-5-carboxílico o 2,4-dicloropirimidin-6-carboxílico.
10. c) Los haluros de los ácidos 2,3-dihalogenoquinoxalin-carboxílicos o de los ácidos 2,3-dihalogenoquinoxalin-sulfónicos o de los ácidos 2,3-dihalogenoquinoxalin-sulfónicos, como el cloruro del ácido 2,3-dicloroquinoxalin-6-carboxílico o bien el cloruro del ácido 2,3-dicloro-quinoxalin-6-sulfónico,
15. d) los haluros de los ácidos 2-halógeno-benzo-tiazol- o bien -oxazol-carboxílicos o de los ácidos 2-halogenbenzo-tiazol- o bien -oxazol-sulfónicos, como el cloruro del ácido 2-clorobenzo-tiazol- o bien -oxazol-5- o 20. -6-carboxílico o bien del ácido 2-clorobenzo-tiazol- o bien -oxazol-5- o -6-sulfónico,
- e) Los anhídridos y haluros de ácidos carboxílicos insaturados alifáticos, como anhídrido de ácido maleico, 25. cloruro de ácido acrílico, cloruro de ácido metacrílico y cloruro de ácido propiolico;



- f) Los anhídridos y haluros de ácidos carboxílicos, alifáticos o aromáticos que contienen átomos de halógeno móviles, como cloruro cloroacetílico, cloruro de ácido beta-cloropropiónico, cloruro de ácido alfa, beta-dicloropropionico o cloruro de ácido alfa, beta-dibromopropionico, cloruro de ácido alfa-cloroacrílico o cloruro de ácido beta-cloroacrílico, anhídrido del ácido cloromaleico, cloruro del ácido beta-clorocrotónico, o bien haluros de los ácidos fluornitrobenzoico o cloro-nitrobenzoico o fluornitrobencensulfónico o cloro-nitrobenzoico o fluornitrobencensulfónico o cloronitrobencensulfónico, en los que el átomo de fluor o bien el de cloro se encuentran en posición orto y/o para al grupo nitro;
- 5.
- 10.
15. además ácidos tetrahalogeno-ciclobutancarboxílicos, como el ácido 2-cloro-2,3,3-trifluor-ciclobutan-1-carboxílico, o el ácido 2,2,3,3-tetrafluor-ciclobutan-1-carboxílico, los haluros de ácidos halógeno ftalazin carboxílicos, como el cloruro o bromuro del ácido 1,4-dicloroftalazin-6-carboxílico o del
20. ácido 1,4-dibromoftalazin-6-carboxílico, los haluros de ácidos halogenoquinazolin carboxílicos, como el cloruro del ácido 2,4-dicloro-quinazolin-6-carboxílico o del ácido 2,4-dicloro-quinazolin-7-carboxílico, los haluros halogeno-6-piridazonil-1-alcanoílicos o halogeno-6-piridazonil-1-benzoi-
25. licos, como el cloruro 4,5-dicloro-6-piridazonil-1-propioní



- lico o bien el cloruro 4,5-dicloro-6-piridazonil-1-benzoilico y la 2-etilamino-4-N-cloroformil-N-etilamino-6-cloro-s-triazina, la 2-dietilamino-4-N-cloroformil-N-etilamino-6-cloro-s-triazina, la 2-etilamino-4-N-cloroformil-N-etilamino-6-fluor-s-triazina o la 2-dietilamino-4-N-cloroformil-N-etilamino-6-fluor-s-triazina.
- 5.

- Otra forma de realización de la invención consiste en que un colorante azopirimidínico que muestra por lo menos un átomo de hidrógeno intercambiable en un núcleo bencénico, se hace reaccionar con una N-metilolamida de ácido carboxílico o un derivado funcional apto para reacción de este compuesto de metilol. Como N-metilolamidas de ácido carboxílico pueden entrar en consideración sobre todo N-metilol-cloroacetamida, N-metilol-bromoacetamida, N-metilol-alfa,beta-dicloropropionamida, N-metilol-alfa,beta-dibromopropionamida, N-metilolacrilamida, N-metilol-alfa-cloro-acrilamida, N-metilol-alfa-bromo-acrilamida, amida de ácido N-metilol-benzoico o amida del ácido N-metilol-4-clorobenzoico. Como derivados funcionales aptos para reacción de las N-metilolamidas de ácido carboxílico pueden entrar en consideración por ejemplo las N-cloro-metilamidas o N-bromo-metilamidas correspondientes.
- 10.
- 15.
- 20.

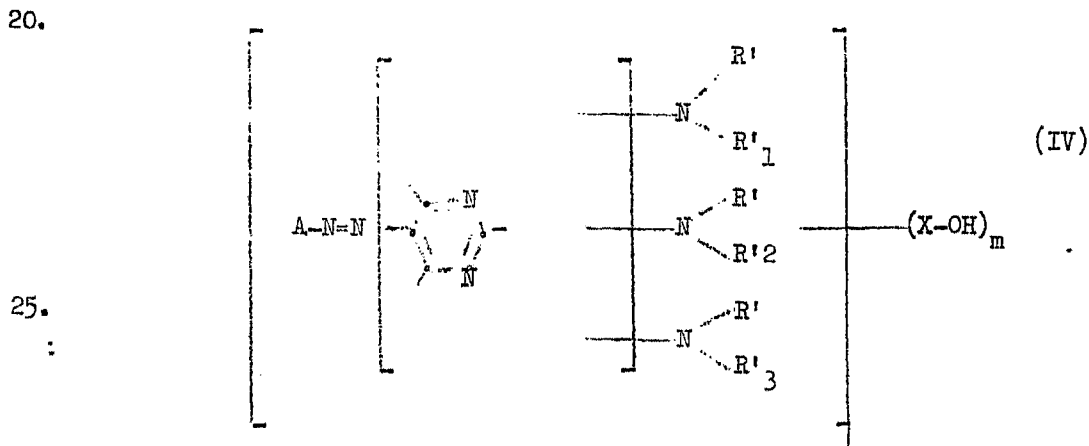
- La reacción con los colorantes azopirimidínicos que contienen hidrógeno intercambiable enlazado en el anillo, se efectúa convenientemente en medio ácido, por ejemplo,
- 25.



- plo en presencia de un agente de condensación ácido o como tales agentes de reacción desdobladores de agua. Tales agentes de condensación son por ejemplo ácido clorhídrico concentrado, cloruro de zinc, pentóxido de fósforo, anhídrido de ácido acético, ácido fosfórico siruposo u oleum. El agente de condensación ventajoso es sin embargo el ácido sulfúrico exento de agua hasta el 90%. La temperatura reaccional puede oscilar dentro de amplios límites y depende sobre todo del agente de condensación utilizado. La reacción transcurre en ácido sulfúrico concentrado rápida y totalmente a temperatura ambiente; en algunos casos es necesario trabajar a temperatura ligeramente elevada.

- Los compuestos de las clases siguientes se citan como ejemplos de grupos especialmente valiosos de colorantes 2,4,6-triaminopirimidin-5-azoicos según la invención, en donde sin embargo la invención no se reduce a los grupos mencionados:

1. Colorantes monoazoicos de la fórmula IV,





cuya molécula muestra por lo menos tres anillos aromáticos, no condensados entre sí, de 6 miembros, de los cuales el primero está representado por el anillo pirimidínico anterior. En la fórmula IV significan:

5. A a) un radical naftílico substituido eventualmente mediante cloro, bromo o un grupo $-\text{SO}_2-\text{N} \begin{matrix} \nearrow \text{R}'_4 \\ \searrow \text{R}''_4 \end{matrix}$ en la que R'_4 y R''_4 significan, cada una, hidrógeno, un grupo alquílico inferior o un grupo hidroxialquílico inferior;
10. b) el radical fenílico o un radical fenílico que además de por el grupo X-OH- puede estar substituido por halógeno, un grupo ciano, un grupo alquílico inferior, trifluormetílico, hidroxialquílico inferior, alcoxi inferior-alquílico inferior, alcanciloxi inferior-alquílico inferior, carboxialquílico inferior, alcocarbonilo inferior-alquílico inferior, cianoalquílico inferior o alcoxi inferior, un grupo fenoxi eventualmente substituido, un grupo alquiltio inferior, feniltio, alcancilo inferior, alcocarbonílico inferior, fonoxicarbonílico, alquilsulfonílico inferior, un grupo benzoilo, fenilsulfonilo o fenoxisulfonilo eventualmente substituido, un grupo $-\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}-\text{L}$, el grupo $-\text{N} \begin{matrix} \nearrow \text{R}'_4 \\ \searrow \text{R}'_5 \end{matrix}$ o el grupo $-\text{X}_1-\text{N} \begin{matrix} \nearrow \text{R}'_4 \\ \searrow \text{R}'_6 \end{matrix}$ en donde
15. 20. 25.



- L significa un grupo alquílico inferior, alquénilico inferior, halogenoalquílico inferior, halogenoalquénilico inferior, fenílico o halogenofenílico y
5. X_1 significa $-SO_2-$ o $-CO-$,
- R'_4 tiene la significación anterior,
- R'_5 significa un radical fenílico, alcancilo inferior, alcocarbonílico inferior, alquilsulfonílico inferior o un radical de benzoilo o fenilsulfonílico eventualmente substituido,
- 10.
- R'_6 significa hidrógeno, un grupo alquílico inferior, hidroxialquílico inferior, ciclohexílico, un grupo bencílico, fenilsulfonílico o benzoilo eventualmente substituido, un grupo fenílico eventualmente substituido mediante un radical alquílico inferior, cloro o bromo,
- 15.
- c) un radical piridílico, quinolílico, benzotriazolílico, benzotiazolílico o un radical alcoxi-benzotiazolílico inferior,
- 20.
- las diferentes R' , independientemente entre sí, hidrógeno o un grupo alquílico inferior,
25. R'_1 hidrógeno, un grupo alquílico con 1 a 8 átomos de carbono, un grupo hidroxil-alquílico inferior,



5. alcoxi inferior-alquílico inferior, un grupo benzílico eventualmente substituido, un grupo ciclohexílico o un grupo fenílico eventualmente substituido mediante grupos alquílicos inferiores o alcoxi inferiores,

10. R'_2 lo mismo que R'_1 , o un radical alquílico inferior substituido mediante un grupo $-X_1-OH-$, un radical fenílico eventualmente substituido mediante cloro, bromo o un grupo $-SO_2-N$ $\begin{matrix} R'_4 \\ / \\ R''_4 \end{matrix}$ en la que R'_4 y R''_4

significan, cada una, hidrógeno, un grupo alquílico inferior o hidroxialquílico inferior, un radical fenílico substituido mediante halógeno, un grupo alquilsulfonílico inferior, un grupo alcanoilo

15. inferior, un grupo benzoilo, fenilsulfonílico o fenoxi eventualmente substituido, el grupo $-X_1-N$ $\begin{matrix} R'_4 \\ / \\ R'_6 \end{matrix}$ previamente citado o el grupo $-CH_2-NH-CO-L$ previamente citado,

20. R'_3 lo mismo que R'_2 o un radical aminofenílico, nitrofenílico, alquiltiofenílico inferior, feniltiofenílico, piridinílico, quinolílico o benzotriazolílico,

o de uno a tres de los substituyentes

25. $-N$ $\begin{matrix} R'_1 \\ / \\ R'_1 \end{matrix}$, $-N$ $\begin{matrix} R'_1 \\ / \\ R'_2 \end{matrix}$ y $-N$ $\begin{matrix} R'_1 \\ / \\ R'_3 \end{matrix}$ un grupo aziridino, pirrolidino, pipe-



ridino, hexametilenimino o morfolino, en donde los núcleos bencénicos de los radicales benzoílicos, benzoílicos, fenoxi, fenilsulfonílicos y fenoxisulfonílicos precitados pueden estar substituidos además de por grupos -X-OH-, por cloro, bromo o un grupo alquílico inferior,

"Halogeno" muestra un número atómico de hasta 35 a lo sumo,

X significa $-\text{SO}_2-$, $-\text{CO}-$ o $-\overset{\text{OH}}{\underset{|}{\text{P}}}\text{O}$

m representa el número 1 ó 2, y

los grupos -X-OH en la fórmula IV y las fórmulas siguientes están enlazados en un átomo de carbono de anillo aromático en caso de que no se defina de otro modo en un radical específico.

Gracias a la circunstancia de que sobre el propio Banlon[®] (tejido de nylon de hilo rizado) sin utilización de agentes auxiliares de tintorería aniónicos dan tintaciones exentas de listas y de buena solidez a la luz y al lavado sobre fibras de poliamida, de estos colorantes monoazoicos según la invención son en especial ventajosos aquellos según la fórmula IV, en la que

A significa un radical fenílico substituido mediante cloro, bromo, un grupo alquílico inferior, ciano, trifluormetilico, alcocicarbonílico inferior, alquilsulfonílico inferior, carbamóilo, N-alquí



lico inferior, N,N-dialquil inferior-carbamoílico, sulfamoílico, N-alquilsulfamoílico inferior, N,N-dialquilsulfamoílico inferior o de ácido carboxílico,

5.

R' significa hidrógeno,

R'₁ significa un grupo fenílico o un grupo alquifenílico inferior y

R'₂ y R'₃ significan, cada una, hidrógeno o un grupo al-

10.

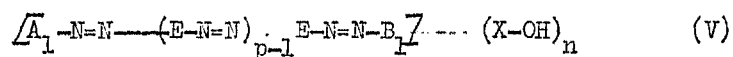
quílico inferior,

en donde en uno de los grupos -X-OH representa X SO₂ y un grupo -X-OH está enlazado a un átomo de carbono del anillo de R'₁.

15.

2. Compuestos diazoicos y triazoicos de la fórmula

V



20.

en la que

A₁ significa un radical naftílico o un radical fenílico substituido eventualmente, además de por grupos -X-OH, por cloro, bromo, un grupo nitro, ciano, trifluormetílico, alquílico inferior,

25.

alcoxi inferior, alcanóilo inferior, alquilsulfonílico inferior o un grupo -X₁-N^{R'₄}₄ en donde



X_1 , $-CO-$ o $-SO_2-$ y R'_4 y R''_4 significan, cada una, hidrógeno, un grupo alquílico inferior o un grupo hidroxialquílico inferior,

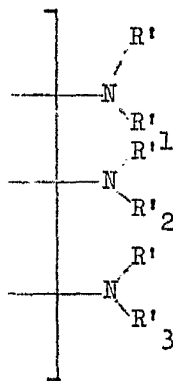
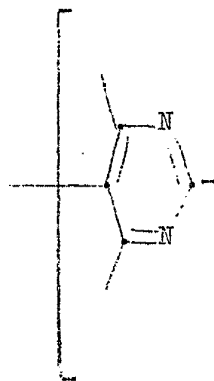
5. p significa el número 1 ó 2,

E significa un radical naftilénico o un radical fenilénico eventualmente substituido, además de por grupos $-X-OH-$, por un grupo alquílico inferior, alcoxi inferior, alquilsulfonilamino inferior o alcanoilamino inferior, un grupo benzoilamino o fenilsulfonilamino eventualmente substituido como se indica en la fórmula IV y

10.

B_1 significa un radical de la fórmula Va

15.



(Va)

20.

X significa lo mismo que en la fórmula IV y

25.

n significa un número entero de 1 a 4.



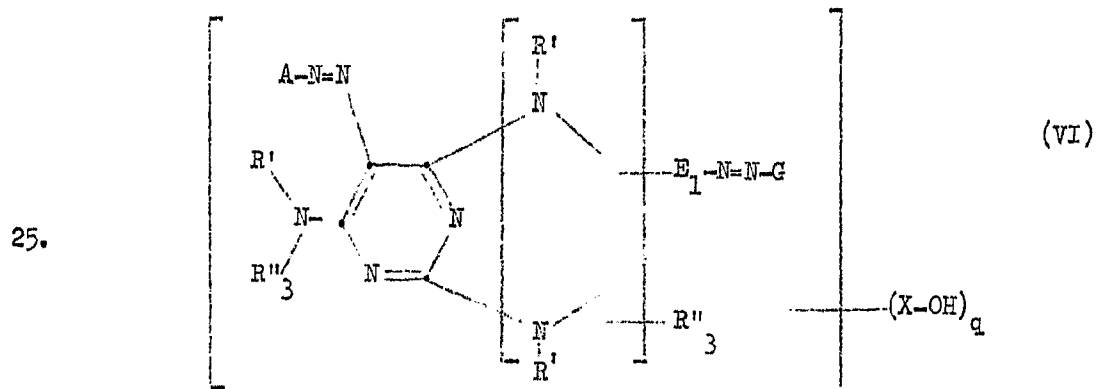
En la fórmula Va, R' , R'_1 , R'_2 y R'_3 tienen la significación indicada en la fórmula IV.

5. En las fórmulas anteriores así como en las siguientes, los dos substituyentes que se encuentran cada uno en un átomo de nitrógeno del núcleo pirimidílico no forman de preferencia con el átomo de nitrógeno citado, ningún heterociclo.

10. Colorantes diazoicos especialmente ventajosos, que caen bajo la fórmula V, se caracterizan por muy buen poder de extracción sobre fibras de poliamida en baño desde neutro hasta débilmente ácido, y en donde p representa el número 1 y n significa un número de 1 a 3.

15. Si p significa el número 2, n representa de preferencia uno de los números de 2 a 4. Estas subclases de colorantes se caracterizan por buena solubilidad en baño acuoso.

20. 3. Colorantes diazoicos de la fórmula VI





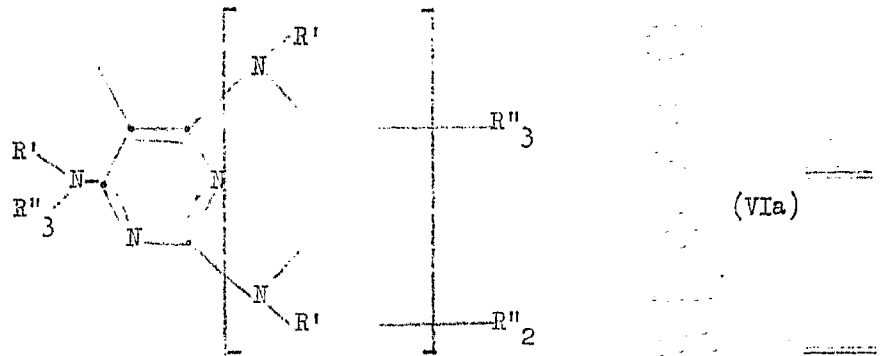
en la que

A, R' y X tienen la significación indicada en la fórmula IV,

5. R''_3 significa aquí y a continuación, hidrógeno o un grupo alquílico inferior, cicloalquílico, bencílico, fenílico, alquilfenílico inferior o alcoxilfenílico inferior,
10. E_1 significa un radical naftilénico, difenilénico o un radical fenilénico eventualmente substituido mediante halógeno, un grupo $-X-OH-$, alquílico inferior o alcoxi inferior,
15. G a) significa un radical fenílico substituido mediante un grupo hidroxílico y/o un grupo amino, alquilamino inferior o dialquilamino inferior, así como eventualmente mediante cloro, bromo o un grupo alquílico inferior,
20. b) significa un radical naftílico substituido mediante un grupo hidroxílico o un grupo amino, alquilamino inferior o dialquilamino inferior,
- c) significa un radical de la fórmula VIa,



5.



10.

en la que R''_2 significa hidrógeno, un grupo alquílico inferior no sustituido, un grupo alquílico inferior sustituido mediante un grupo $-X_1-OH-$, un grupo ciclohexílico, un grupo bencílico eventualmente sustituido, un radical

15.

fenílico eventualmente sustituido mediante halógeno, un grupo alquílico inferior, alcoxi inferior, alquilsulfonílico inferior o un grupo $-X-OH-$, un grupo $-X_1-N \begin{matrix} R' \\ R' \\ R' \end{matrix} \begin{matrix} 4 \\ 6 \end{matrix}$, un grupo

20.

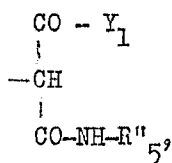
fenoxi eventualmente sustituido, benzoilo, fenilsulfonílico o fenoxisulfonílico, en donde los núcleos bencénicos de los radicales bencílico, benzoílico, fenoxi, fenilsulfonílico y fenoxisulfonílico, pueden estar sustituidos

25.

mediante cloro, bromo o un grupo alquílico inferior,



d) significa un radical de la fórmula



5.

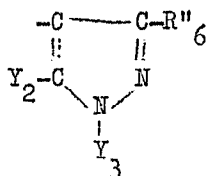
en la que Y_1 significa un radical alquílico inferior o un radical fenílico y

10.

R''_5 significa hidrógeno, un radical alquílico inferior, un radical fenílico eventualmente substituido mediante un grupo alquílico inferior, cloro o bromo, y

e) significa un radical de la fórmula

15.



en la que

20.

Y_2 significa un grupo hidroxílico o amino,
 R''_6 significa un grupo alquílico inferior, de ácido carboxílico o fenílico y

25.

Y_3 significa un radical naftílico o un radical fenílico eventualmente substituido mediante cloro, bromo, un grupo nitro o un grupo alquílico inferior, el grupo ---N---alcanoilo
 $\quad \quad \quad |$
 $\quad \quad \quad \text{R}'$

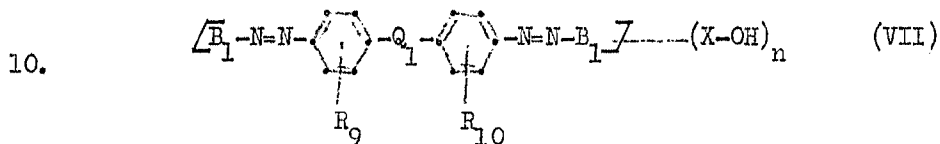


inferior, $-X-OH$ o el grupo $-X_1-N$ $\begin{matrix} R'_4 \\ R'_6 \end{matrix}$ en donde R' , X_1 , R'_4 y R'_6 tienen la significación indicada en las fórmulas anteriores, y

5.

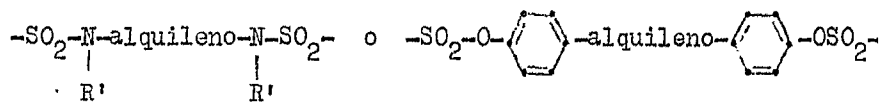
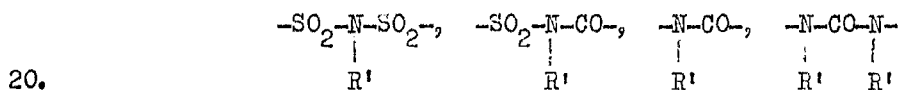
q significa un número entero de 1 a 3.

4. Colorantes diazocicos de la fórmula VII,



en la que

15. Q_1 significa el enlace directo $-O-$, $-S-$, $-N-$, alquileno, ciclohexileno, $-\text{CH}=\text{CH}-$, $-\text{CO}-$, $-\text{SO}-$, $-\text{SO}_2-$, $-\text{CO}-\text{CO}-$, $-\text{CO}-\text{alquileno}-\text{CO}-$, $-\text{CO}-\text{alquenileno}-\text{CO}$ con 4 a 5 átomos de carbono en total $-\text{SO}_2-\text{O}-$, $-\text{SO}_2-\text{N}-$, R'



25. en donde el alquileno muestra de 1 a 4 átomos de carbono,



5. R_9 y R_{10} significan, cada una, hidrógeno o 1 ó 2 átomos de cloro o de bromo, 1 ó 2 grupos alquílicos inferiores, alcoxi inferiores, alquilsulfonílicos inferiores o el grupo $-SO_2-N$ $\begin{matrix} R' \\ 4 \\ R'' \\ 4 \end{matrix}$ y

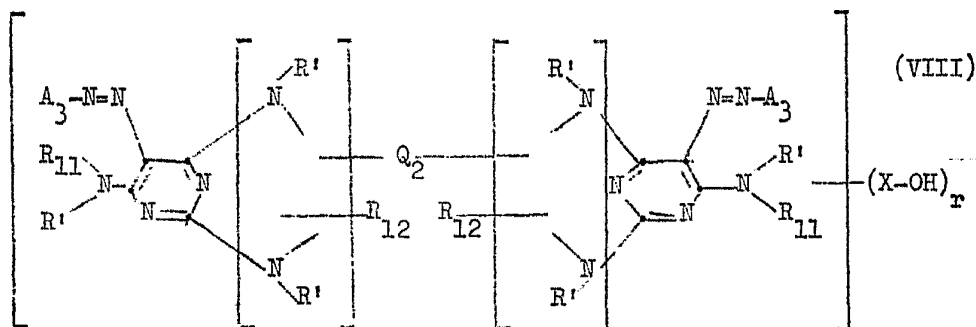
B_1 significa cada uno de los radicales idénticos según la fórmula Va

y los símbolos restantes tienen la significación indicada en las fórmulas precedentes.

10.

5. Colorantes diazoicos de la fórmula VIII,

15.



20.

en la que

25. Q_2 significa el enlace directo, un grupo alquilénico, con 1 a 5 átomos de carbono, un grupo alquilen-
O-alquilénico con 2 a 6 átomos de carbono en total,



un grupo alquilen-S-alquilénico con 2 a 6 átomos de carbono en total, un radical ciclohexilénico o fenilénico,

5. de R_{11} y R_{12} , una significa hidrógeno, un grupo alquílico, hidroxialquílico inferior, ciclohexílico o bencílico, y la otra hidrógeno, un grupo alquílico inferior, ciclohexílico, bencílico, un grupo alquílico inferior substituido mediante -X-OH, un grupo fenílico, alquilfenílico inferior, halogenofenílico, fenoxifenílico, fenilsulfonilfenílico o naftílico,
- 10.

- A_3 significa un radical fenílico eventualmente substituido, además de por grupos -XOH-, por halógeno, un grupo alquílico inferior, trifluormetilico, nitro, ciano, alquilsulfonilico inferior, un grupo fenilsulfonilico eventualmente substituido o un grupo $-X-N \begin{matrix} R' & 4 \\ 1 & R'6 \end{matrix}$, y
- 15.

- r significa un número entero de 2 a 4 y
20. los símbolos restantes tienen la significación indicada en las fórmulas precedentes.

6. Colorantes moncazoicos reactivos a las fibras, que contienen por molécula una o dos agrupaciones reactivas a las fibras $-N \begin{matrix} Z \\ 1 & R' \end{matrix}$, y en total de 2 a 5 grupos acuosolu-
- 25.



bles -X-OH así como por lo menos tres anillos aromáticos de 6 miembros separados, no condensados entre sí, de los cuales por lo menos uno es un anillo pirimidínico, y que corresponden a la fórmula IX,

5.



en la que

10.

A_2 significa un radical según la fórmula IV, un radical de la fórmula $\begin{matrix} Z \\ \vdots \\ N - A'_2 \\ \vdots \\ R' \end{matrix}$, en la

que Z representa aquí y a continuación un substituyente reactivo a las fibras definido más detalladamente a continuación,

15.

R' tiene la significación arriba indicada y A'_2 significa un radical fenílico substituido eventualmente, además de por grupos -X-OH- y -NR'-Z-, por un grupo alquílico inferior, alcoxi inferior, alquilsulfonílico inferior, un grupo

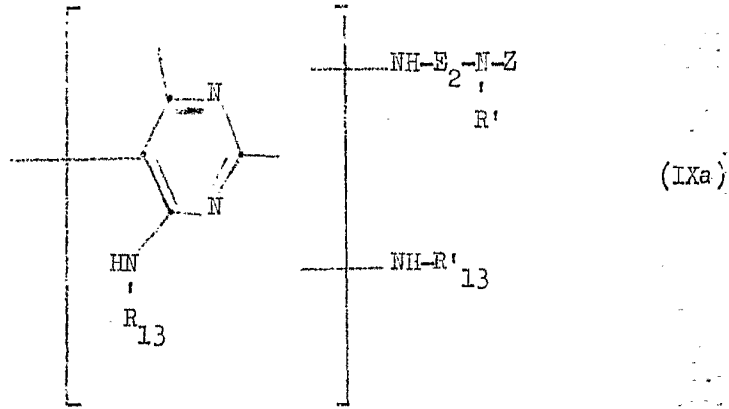
20.

fenoxi o fenilsulfonílico eventualmente substituido o el grupo $-X_1-N \begin{matrix} \nearrow R'_4 \\ \searrow R'_6 \end{matrix}$ arriba citado,

B significa un radical B_1 de la fórmula Va o un radical de la fórmula IXa,



5.



10. en la que

15. E_2 significa un grupo alquilénico con 1 a 8 átomos de carbono, un grupo ciclohexilénico fenilenal quilónico inferior, naftilénico o un grupo fenilénico eventualmente substituido por cloro, bromo, un grupo alquílico inferior o alcoxi inferior,

20. R_{13} y R'_{13} significan, cada una, hidrógeno, un grupo alquílico con 1 a 8 átomos de carbono, un grupo hidroxialquílico inferior, alcoxi inferior-alquílico inferior, un grupo fenilalquílico inferior eventualmente substituido, ciclohexílico, naftílico o un grupo fenilalquílico inferior eventuall mente substituido, además de por grupos $-X-OH-$ y $-NR'-Z$, por fluor, cloro, bromo, un grupo alquílico inferior, alcoxi inferior, un grupo fenoxi

25.



eventualmente substituido o un grupo alquilsulfonílico inferior,

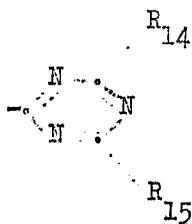
5. en donde los núcleos bencénicos de los radicales bencílico, fenilalquílico inferior, benzoilo, fenoxi, fenilsulfonílico y fenoxisulfonílico citados, pueden estar substituidos, además de por grupos $-X-OH-$ y $-NR'-Z-$, por cloro, bromo o un grupo alquílico inferior y

X y X_1 tienen la significación arriba indicada.

10. El substituyente Z reactivo a las fibras arriba citado significa en especial

(a) un radical de la fórmula

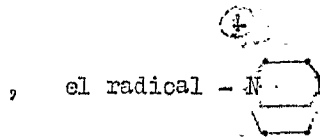
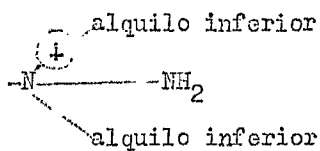
15.



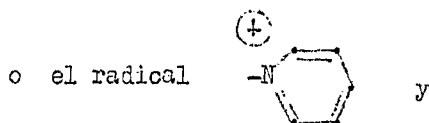
20.

en la que

R_{14} significa halógeno, un grupo trialquilamónico inferior, un radical de la fórmula



5.

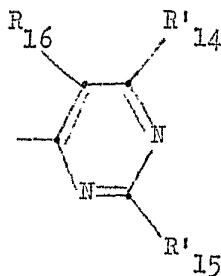


10. R_{15} significa un grupo alcoxi inferior, fenoxi, alquiltio inferior, feniltio, amino, alquilamino inferior, dialquilamino inferior, fenilamino, sulfofenilamino o disulfofenilamino,

o bien R_{14} y R_{15} significan, cada una, halógeno;

15.

(b) un radical de la fórmula



20.

en la que

R'_{14} significa halógeno y

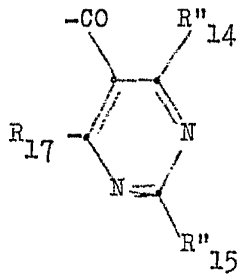
25. R'_{15} significa halógeno, o un grupo alquilsulfonílico inferior,



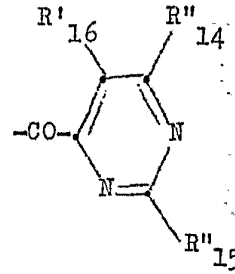
R₁₆ significa hidrógeno, halógeno, un grupo alquílico inferior, alcanilo inferior, ciano, nitro, fenílico, N-fenilcarbamoilo o fenilsulfonílico;

(c) Un radical de las fórmulas

5.



y



10.

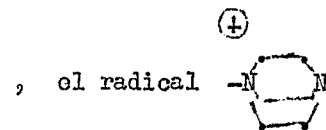
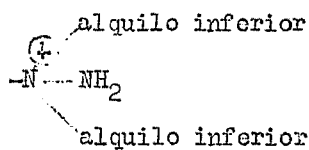
en las que

R'₁₆ significa hidrógeno o halógeno y o bien

15. (i) R''₁₄ y R''₁₅ significan, cada una, halógeno o -SO₃H o


(ii) R''₁₄ significa un grupo alcoxi inferior, fenoxi, amino, alquilamino inferior, dialquilamino inferior, fenilamino, sulfofenilamino o disulfofenilamino y

20. R''₁₅ significa un grupo trialquilamónico inferior, el grupo



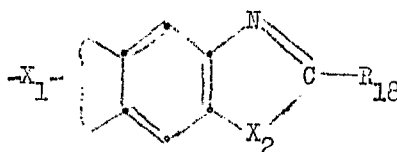
25.



o el radical  y

5. R_{17} significa hidrógeno o un grupo alquílico inferior;
- (d) 2,3-dihalógeno-quinoxalin-6-carbonilo;
 - (e) 2,3-dihalógeno-quinoxalin-6-sulfónico;
 - (f) 1,4-dihalógeno-ftalazin-6-carbonilo;
 - (g) 2,4-dihalógeno-quinazolin-6-carbonilo;
 - (h) 2,4-dihalógeno-quinazolin-7-carbonilo;
 - (i) $\overline{4'}$, 5'-dihalógeno-6'-piridazonil-(1')-alcanoilo inferior;
 - (j) p- $\overline{4'}$, 5'-dihalógeno-6'-piridazonil-(1')-benzoilo;
 - (k) un radical heterocíclico de la fórmula
- 10.

15.

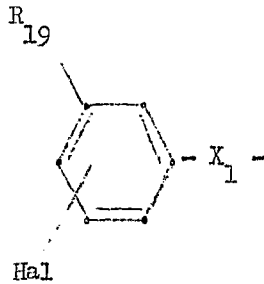


en la que

- R_{18} significa halógeno o $-SO_3H$,
20. X_1 tiene la significación arriba citada y
- X_2 significa azufre u oxígeno;
- (l) Un radical de la fórmula



5.



en la que

R₁₉ significa un grupo nitro, alquilsulfonílico inferior o sulfamoiifenílico inferior y

10.

Hal significa fluor o cloro en posición orto o para a R₁₉ y

X₁ tiene la significación arriba indicada;

15.

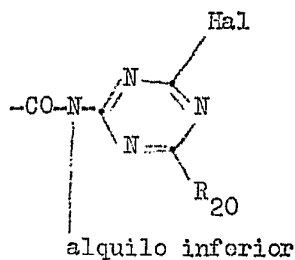
- (m) alfa-halógeno-alcanoilo inferior;
- (n) alfa,beta-dihalogeno-alcanoilo inferior;
- (o) alquenoilo inferior;
- (p) halogeno-alquenoilo inferior;
- (q) 2,2,3,3-tetrafluor-ciclobutil-carbonilo;
- (r) beta-(2,2,3,3-tetrafluor-ciclobutil)-acrililoilo

20.

y

(s) un radical de la fórmula

25.

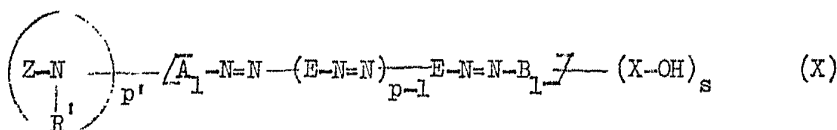




en la que

R_{20} significa un grupo alcoxi inferior, alquiltio inferior, fenoxi, feniltio, un grupo amino, alquilamino inferior o dialquilamino inferior, en donde en los radicales anteriores que ilustran a Z, "Hal" significa un halógeno con un número atómico de 35 a lo sumo y "Halógeno" significa cloro o bromo.

7. Colorantes diazoicos reactivos a las fibras de la fórmula X,



15. en la que

A_1 significa un radical naftílico o un radical fenílico eventualmente substituido mediante cloro, bromo, un grupo nitro, ciano, trifluorometílico, alcanilo inferior, alquilsulfonílico inferior o un grupo $-X_1 - N \begin{array}{l} \nearrow R'_4 \\ \searrow R''_4 \end{array}$, en donde X_1 significa $-CO-$ o $-SO_2-$ y

R'_4 y R''_4 significan, cada una, hidrógeno, un grupo alquílico inferior o un grupo hidroxialquílico inferior,

25.

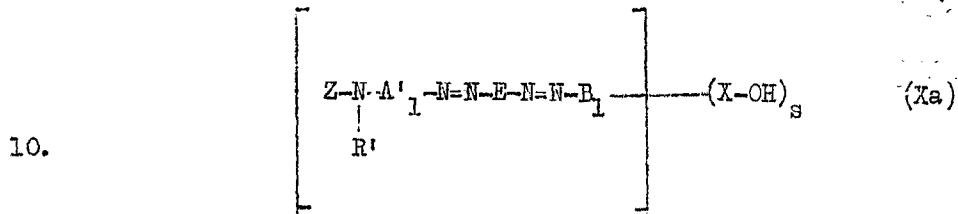


- p y p' significan, independientemente entre sí, 1 ó 2,
5. E significa un radical naftilénico o un radical fenilico eventualmente substituido, además de por grupos -C-OH- y grupos -NR'-Z-, por un grupo alquílico inferior, alcoxi inferior, alcancilamino inferior o un grupo bonzoilamino eventualmente substituido mediante cloro, bromo o un grupo alquílico inferior,
10. B₁ significa un radical de la fórmula IXa o de preferencia un radical de la fórmula Va,
- Z significa un substituyente reactivo a las fibras según la definición anterior y
15. s significa un número entero de 2 a 6,
- en donde cada grupo Z-N- está enlazado a los radicales
- R'
- A₁, E y B₁ en un átomo de carbono de anillo aromático, pero estos radicales llevan cada uno a lo sumo uno de tales grupos.
20. Si el colorante diazoico de la fórmula X contiene dos agrupaciones Z-NR' reactivas a las fibras, una de las mismas está enlazada con el radical A₁ y la otra en el radical B₁, ya que tales colorantes pueden prepararse en especial fácilmente. Entre los colorantes diazoicos reactivos a las fibras son ventajosos a causa de su especial
- 25.



elevada solidez de color sobre material de fibras celulósicas, los que caen bajo la fórmula X, en la que B₁ significa un radical de la fórmula IXa previamente citada.

5. Otro grupo ventajoso corresponde a colorantes que caen bajo la fórmula X, y que corresponden a la fórmula Xa



en la que

15. A'₁ significa un radical fenílico o eventualmente sustituido mediante cloro, bromo, un grupo nitro, alquilsulfonílico inferior o un grupo $-\text{SO}_2-\text{N} \begin{array}{l} / \text{R}' \\ \backslash \text{R}' \end{array}$

en donde R' así como los símbolos usuales tienen la significación anterior.

20. Estos colorantes son ventajosos a causa de su elevada intensidad de color y las propiedades especialmente buenas de solidez que se producen con ellos sobre fibras de celulosa y fibras de poliamida naturales, sobre todo tinciones sólidas a la humedad y a los álcalis.

25.

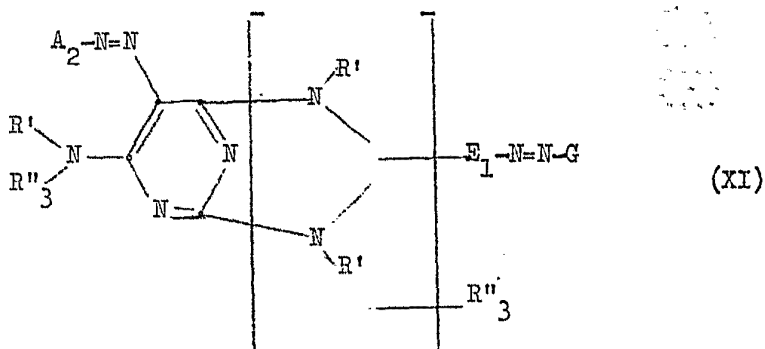


8. Colorantes diazoicos reactivos a las fibras que contienen por molécula en total de 1 a 2 agrupaciones

reactivas a las fibras y en total de 2 a 5 agrupaciones $-X-OH$ acuosolubles y que corresponden a la fórmula XI,

5.

10.



15.

en la que

A_2 representa un radical según la fórmula IX,

E_1 y G tienen la significación indicada bajo la fórmula

20.

VI y los símbolos usuales la significación anteriormente relacionada.

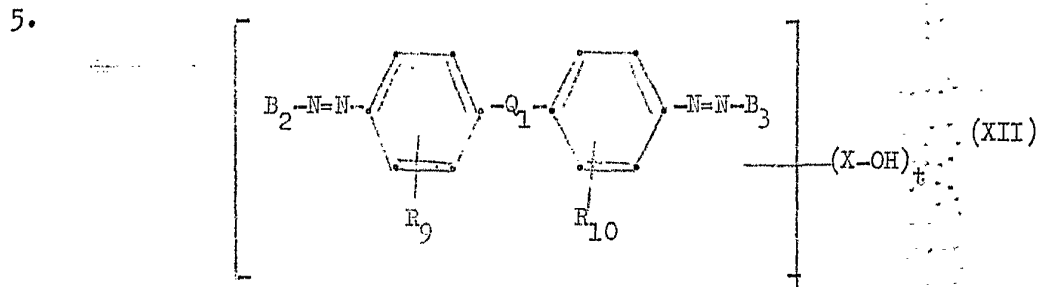
25.

Sin embargo de preferencia G representa una de las agrupaciones indicadas bajo la fórmula VI (a), (b) y (c), y en donde esta agrupación está substituida en uno de sus átomos de carbono de anillo aromático mediante una



de las agrupaciones $-NR'-Z$ reactivas a las fibras citadas.

9. Colorantes diazoicos reactivos a las fibras de la fórmula XII

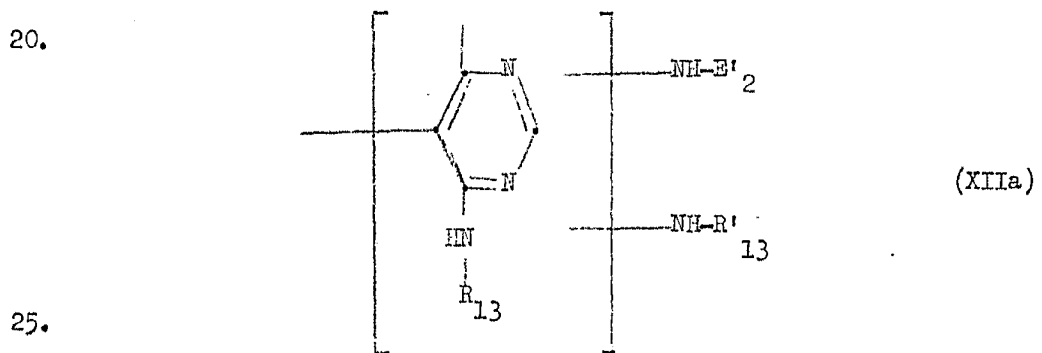


en la que

t significa un número entero de 1 a 6,

15. Q_1 , R_9 y R_{10} tienen la significación indicada en la fórmula VII,

de B_2 y B_3 , una representa un radical de la fórmula IXa arriba citada y la otra lo mismo o un radical de la fórmula XIIa,



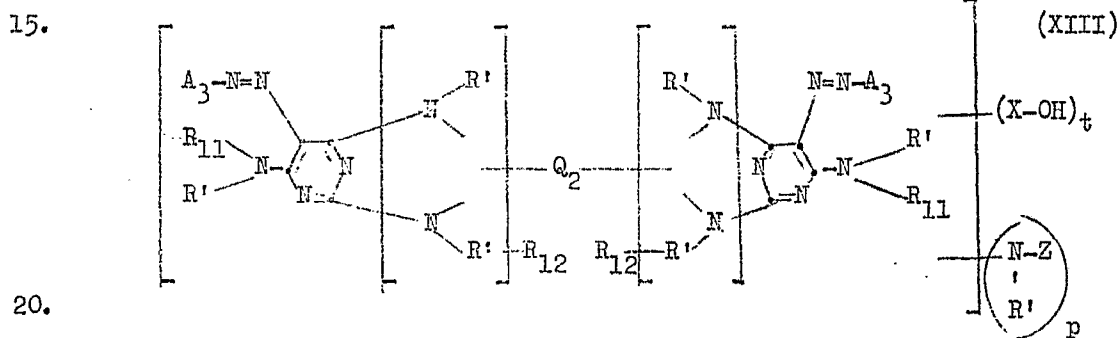


en la que

5. E'_2 significa un grupo alquílico con 1 a 8 átomos de carbono, un grupo ciclohexílico, fenilalquílico inferior, naftílico o un grupo fenílico eventualmente substituido mediante cloro, bromo, un grupo alquílico o un grupo alcoxi inferior, y

10. R'_{13} y R'_{13} tienen la significación indicada en la fórmula IXa y estos colorantes muestran por molécula 1 ó 2 substituyentes Z reactivos a las fibras.

10. Colorantes reactivos a las fibras de la fórmula XIII,



en la que

A_3 , Q_2 , R' , R'_{11} , R'_{12} y X tienen la significación indicada en la fórmula VIII y Z la indicada en la fórmula IX.

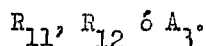
25. p significa 1 ó 2



t significa un número de 1 a 6 y

las agrupaciones $-NR'-Z$ en la fórmula anterior están enlazadas en un átomo de carbono de anillo aromático de núcleos bencénicos diferentes de los radicales

5.



10.

Los compuestos 2,4,6-triamino-pirimidínicos utilizables como componentes de copulación, según la invención, son en parte conocidos y se preparan mediante reacción en forma de fase de los 3 átomos de cloro de la 2,4,6-tricloro-pirimidina con amoniaco, aminas primarias o secundarias.

15.

De preferencia se substituye en la primera fase menos aminas aptas para reacción y en la segunda y tercera fases amoniaco y o aminas fuertemente básicas, de fácil reacción, en cualquier sucesión. 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, mientras que los productos obtenidos de la

20.

segunda fase son mezclas de isómeros de 2,4-diamino-6-cloro-pirimidinas y 2-cloro-4,6-diamino-pirimidinas. En la tercera fase se obtienen mezclas de 3 isómeros a lo sumo. En caso deseado, las mezclas de isómeros pueden separarse mediante recristalización o mediante absorción cromatográfica, por ejemplo en óxido de aluminio. Puesto que

25.

tal aislado de los isómeros es poco económico y no conduce



- a colorantes con propiedades mejoradas, se utiliza las mezclas de isómeros resultantes de la tercera fase, directamente de preferencia como componentes de copulación para la preparación de los colorantes según la invención.
5. Los isómeros unitarios pueden también obtenerse según el procedimiento descrito por Langermann y otros, J.A. Chem. Soc. 73, 3011 (1951) y O'Brien y otros, J. Org. Chem. 27, 1104 (1962), directamente a partir de 2,4-diamino-6-cloropirimidinas o a partir de 2-amino-4,6-dicloro-pirimidinas.
10. La reacción en forma de fase se realiza por ejemplo en solución o dispersión acuosa, orgánica u orgánico-acuosa, eventualmente en presencia de agentes ligadores de ácido, como por ejemplo carbonatos u óxidos alcalinometálicos o alcalinoterreos o base de nitrógeno terciarias. Como disolventes orgánicos son apropiados, por ejemplo, los alcoholes, como el metanol o el etanol, el éter monometílico o monoetilico de etilenglicol, las cetonas alifáticas, como la acetona, la metil-atilcetona, o la metil-isobutilcetona, los éteres cíclicos, por ejemplo, el dioxano o el tetrahidrofurano, los hidrocarburos aromáticos eventualmente halogenados o nitrados, como el tolueno, los xilenos, el clorobenceno o bien el nitrobenzeno:
- 15.
- 20.
25. En la reacción del primer átomo de cloro de la 2,4,6-tricloropirimidina se trabaja a temperaturas bajas



convenientemente de 30 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 del tercer átomo de cloro a temperaturas elevadas, de preferencia entre 120 y 160° C eventualmente en un recipiente reaccional cerrado.

5.

La copulación de los compuestos diazoicos y tetrazoicos con el compuesto 2,4,6-triaminopirimidínico y eventualmente con otros componentes de copulación cualesquiera puede efectuarse según métodos usuales, en medio ácido, neutro o alcalino. Con frecuencia es ventajosa la presencia de disolventes orgánicos acuosolubles, como etanol o dioxano. Si la copulación se inicia en solución de ácido mineral, se neutraliza paulatinamente el ácido en forma conveniente, por ejemplo con sales alcalinas de ácidos grasos inferiores. En muchos casos se ha mostrado como especialmente ventajosa asimismo la copulación de una mezcla de componentes de copulación pirimidínicos isómeros, utilizables según la invención, con un compuesto diazoico o tetrazoico apropiado.

10.

15.

20.

La elaboración y aislamiento de los colorantes azopirimidínicos preparados según la invención se efectúa en especial según métodos usuales. Ventajosamente se aíslan los nuevos colorantes azopirimidínicos en forma de sus sales alcalino metálicas, por ejemplo las sales de litio, potasio y sodio, o también en forma de sus sales amónicas. Eventual-

25.



mente se realiza a continuación una purificación con objeto de eliminar los subproductos indeseados, lo que puede efectuarse, por ejemplo mediante disolución y precipitación.

5. Los colorantes azopirimidínicos según la invención son apropiados, eventualmente en presencia de agentes fijadores polifuncionales, para teñir y estampar cuero, papel y material fibroso de diferentes clases, como celulosa natural o regenerada, pero en especial para teñir y estampar
10. material textil de polipeptidos naturales o sintéticos, por ejemplo lana, soda, fibras de poliamida o poliuretano sintéticas. Los colorantes azopirimidínicos según la invención, que muestran uno o dos grupos formadores de sal, en especial grupos de ácido sulfónico y eventualmente un substituyente que favorecen la solubilidad al agua, pero que sin embargo
15. no disocian ácido en agua, por ejemplo un radical alquilsulfonílico inferior o de amida de ácido sulfónico, o un grupo de amida de ácido sulfónico substituido mediante radicales alquílicos inferiores, se utilizan en especial para fibras de polipeptidos.
- 20.

La solubilidad al agua de tales colorantes se eleva eventualmente todavía mediante mezcla de humectantes o dispersantes anionactivos o no ionógenos o de agentes de disgregación.

25. Estos nuevos colorantes poseen una afinidad muy



buena en especial frente a fibras de poliamida sintética, como nylon, perlón, banlon^R, muestran sobre este material en baño desde neutro hasta ácido, homogeneidad y dan tinciones brillantes en parte, iguales y sin rayas. Además se caracterizan en parte por un buen poder migratorio. Los tejidos mixtos de nylon y lana se tiñen a menudo en forma sorprendente en igual tono.

Los colorantes azopirimidínicos según la invención muestran una elevada intensidad de color y un tono de color puro. Las tinciones con ellos obtenidas son amarillas, anaranjadas, rojas, violeta y pardas. Las tinciones de poliamida se caracterizan en especial por la buena solidez a la luz y al roce y solidez superior a la humedad, por ejemplo buena solidez al lavado, al agua, al batanado, al cloro, a los álcalis, al carbonizado, al decatado y al sudor.

Cuando contienen agrupaciones reactivas a las fibras, los colorantes azopirimidínicos según la invención pueden utilizarse para teñir y estampar materiales que contienen grupos hidroxílicos o bien grupos amino, como por ejemplo lana o nylon, pero en especial para teñir material celulósico, como lana celulósica, yute, ramio, cáñamo y de preferencia algodón, según el procedimiento últimamente conocido. Para lograr una solubilidad suficiente de los colorantes reactivos a las fibras según la presente invención estos últimos deben mostrar en la molécula



en general, por lo menos dos, pero de preferencia 3 o también de 4 a 6 grupos acuosolubles que disocian ácido en agua, como grupos de ácido sulfónico.

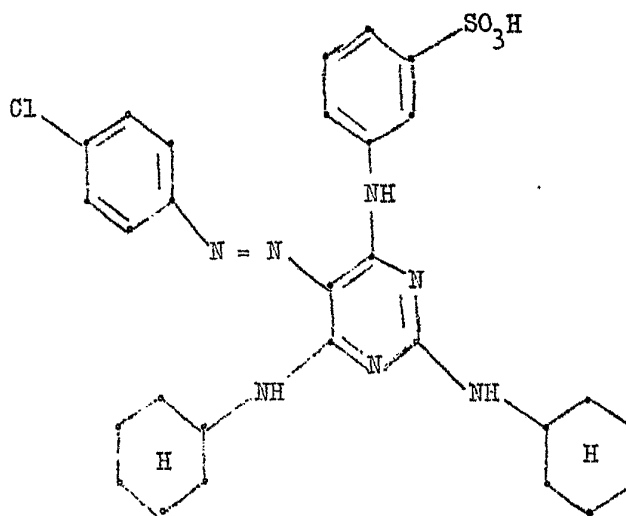
5. Otros detalles se entresacan de los Ejemplos siguientes. En ellos las temperaturas se indican en grados Celsius.

EJEMPLO 1

10.

15.

20.



25.

47 gramos de 2,6-bis-ciclohexilamino-4-(3'-sulfonilamino)-pirimidina se disuelven en 300 cc de agua, 150 cc de éter monometílico de otilenglicol y la dosis de lejía de sosa necesaria para alcanzar una reacción claramente alcalina. Tras el enfriado de la solución se deja afluir a



5. 0-5º la solución diazoica preparada, según diazoación usual, de 12,8 gramos de 1-amino-4-clorobenceno. Simultáneamente, la mezcla reaccional se mantiene alcalina mediante adición a gotas de lojía de cosa. Con ello precipita en parte el compuesto azoico formado. Este producto de copulación precipita mediante adición de cloruro sódico, se filtra, se lava con solución diluida de cloruro sódico y se seca. El colorante obtenido de la fórmula precedente representa un polvo pardo, que tiñe lana y fibras de poliamida en baño débilmente ácido, en tonos amarillos, de muy buena solidez a la luz, al agua, al sudor y al lavado.
- 10.

15. Se obtienen colorantes con propiedades similares, cuando en la misma forma de trabajo se utiliza en lugar de los componentes utilizados en el Ejemplo 1 precedente, la dosis equivalente de cada uno de los componentes diazoicos y de copulación relacionados en la siguiente Tabla I. En la última columna se indican los tonos de color de las tinciones obtenidas sobre lana con los colorantes azopirimidínicos correspondientes.
- 20.



TABLA I

Ejemplo No	Componente diazoico	Componente de copulación	Tono de color sobre lana
5.	2 amida de ácido 1-amino-bencen-3-sulfónico	2,6-bis-ciclohexilamino-4-(3'-sulfofenilamino)-pirimidina	amarillo
	3 1-amino-4-metilsulfonil-benceno	"	"
10.	4 1-amino-2-metoxibenceno	"	"
	5 1-amino-4-clorobenceno	2,6-bis-fenilamino-4-(3'-sulfofenilamino)-pirimidina	amarillo anaranjado
	6 ácido 1-amino-2-clorobenceno-4-sulfónico	"	"
15.	7 1-amino-4-clorobenceno	2,4-bis-(3'-sulfofenilamino)-6-ciclohexilamino-pirimidina	amarillo
	8 anilida del ácido 1-amino-bencen-3-sulfónico	"	"
20.	9 (N-etil)-anilida del ácido 1-amino-bencen-3-sulfónico	"	"
	10 éster fenílico del ácido 1-amino-bencen-2-sulfónico	"	"



Ejem- plo Nº	Componente diazoico	Componente de copulación	Tono de color so- bre lana
5.	11 1-amino-4-clorobenceno	2,6-bis(beta-hidroxiethylami- no)-4-(3'-sulfofenilamino)- pirimidina	amarillo
	12 "	2,6-diamino-4-(3'-sulfofe- nilamino)-pirimidina	"
10.	13 éter 2-amino-4'-amil- difenílico	"	"
	14 1-amino-4-clorobenceno	2,6-diamino-4-(6'-sulfo-2'- naftilamino)-pirimidina	"
15.	15 "	2,6-diamino-4-(6'-sulfo- 1'-naftilamino)-pirimidina	"
	16 éster (4'-cloroacetylami- no)-fenílico del áci- do 1-aminobenceno-2- sulfónico	2,6-diamino-4-(4'-sulfofe- nilamino)-pirimidina	"
20.	17 1-amino-2,4-dinitro- benceno	2-fenilamino-4-(3'-sulfo- fenilamino)-6-aminopirimi- dina	rojo
	18 1-amino-4-clorobenceno	2,6-bis-dimetilamino-4- (N-etyl-N-4'-sulfofenila- mino)-pirimidina	amarillo
25.	19 "	2,6-bis-bencilamino-4- (N-etyl-N-4'-sulfofe- nilamino)-pirimidina	"



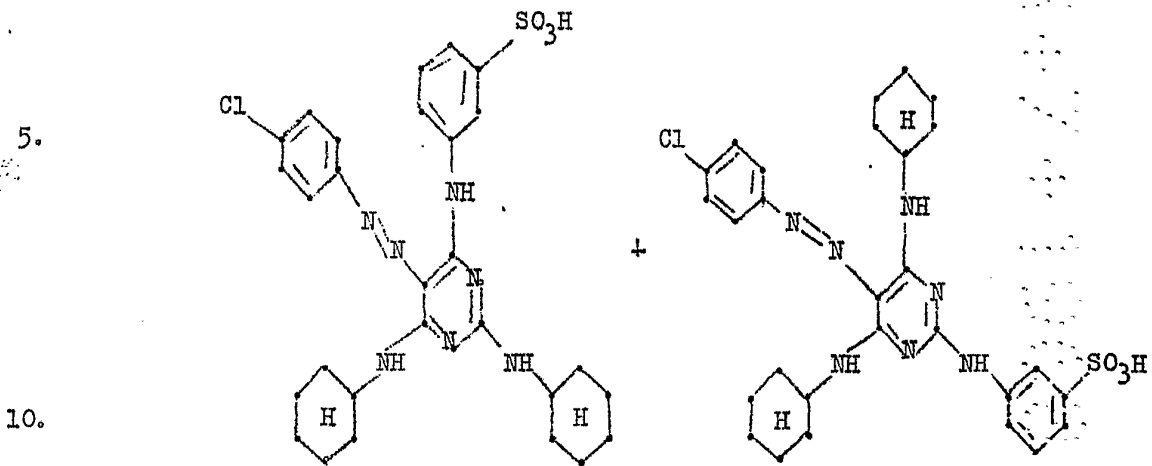
Ejem- plo Nº	Componente diazotico	Componente de copulación	Tono de color so- bre lana
20	éster fenílico del ácido 1-aminobencen-2-sulfónico	2,4-bis-(3'-sulfopenila mino)-6-fenilamino-piri- midina	anaranjado amarillento
21	"	2,6-bis-metilamino-4- (beta-sulfoetilamino)- pirimidina	amarillo
22	anilida del ácido 1-amino bencen-3-sulfónico	"	"
23	1-amino-2-clorobenceno	2,6-bis-ciclohexilamino- 4-(beta-sulfoetilamino)- pirimidina	"
24	1-amino-4-clorobenceno	"	"
25	1-aminobenceno	"	"
26	éster fenílico del ácido 1-aminobencen-2-sulfónico	"	"
27	anilida del ácido 1-amino bencen-3-sulfónico	"	"
28	(N-etil)-anilida del ácido 2-aminobenzoico	"	"
29	éster etílico del ácido 2-aminobenzoico	"	"



Ejem- plo No	Componente diazóico	Componente de copulación	Tono de color so- bre lana	
5.	30	1-amino-2-clorobenceno	2,6-bis-fenilamino-4-(beta-sulfoetilamino)-pirimidina	anaranjado amarillento
	31	1-amino-4-clorobenceno	"	"
	32	ácido 1-amino-2-cloroben- cen-4-sulfónico	2,6-bis-etilamino-4-(4'- metoxifenilamino)-pirimidina	"
10.	33	"	2,6-bis-metilamino-4-(2'- metilfenilamino)-pirimidina	amarillo
	34	"	2,6-bis-propilamino-4-fe- nilamino-pirimidina	"
15.	35	"	2,6-bis-etilamino-4-(3'- metilfenilamino)-piri- midina	"
	36	"	2,6-bis-etilamino-4-(4'- clorofenilamino)-pirimidina	"
20.	37	3-aminopiridina	2,6-diamino-4-(3'-sulfofe- nilamino)-pirimidina	"
	38	1-amino-2-clorobenceno	2,6-diamino-4-√4'-(6"-metil- 7"-sulfobenzotiazolil-(2")- fenilamino/-pirimidina	"



EJEMPLO 39



15.

20.

25.

23,5 gramos de 2,6-bis-ciclohexilamino-4-(3'-sulfofenilamino)-pirimidina y 23,5 gramos de 2-(3'-sulfofenilamino)-4,6-bis-ciclohexilamino-pirimidina se disuelven en 300 cc de agua y 150 cc de éter monometílico de etilenglicol bajo adición de la dosis necesaria de lejía de sosa para alcanzar una reacción claramente alcalina. La solución se reúne a 0-5° con la solución diazoica de 12,8 gramos de 1-amino-4-clorobenceno, en donde la mezcla reaccional se mantiene alcalina mediante adición de lejía de sosa. Se origina una mezcla de la sal sódica de los colorantes de las fórmulas precedentes, que precipita mediante adición de cloruro sódico, luego se filtra, se lava con solución de cloruro sódico y se seca. El colorante tiñe lana, seda y fibras de

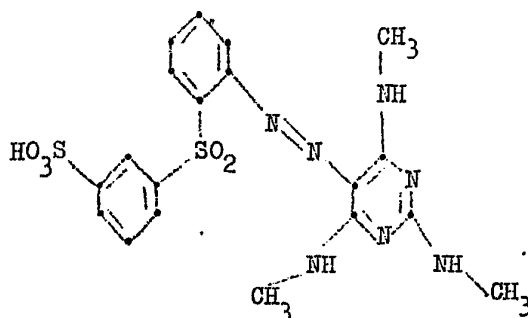


poliamida en baño débilmente ácido, en tonos de color amarillo, de muy buena solidez a la luz, al agua, al sudor y al lavado.

5. Si se utiliza en la misma forma de trabajo, en lugar de las dosis arriba indicadas, 37,6 o bien 9,4 gramos de 2,6-bis-ciclohexilamino-4-(3'-sulfofenilamino)-pirimidina y 9,4 o bien 37,6 gramos de 2-(3'-sulfofenilamino)-4,6-bis-ciclohexilamino-pirimidina, se obtiene mezclas de colorante en especial valiosas, que tiñen lana, en baño débilmente ácido, en tonos amarillos con propiedades similares.
- 10.

EJEMPLO 40

15.



20.

- 31,3 gramos de ácido 2-amino-difenilsulfon-3'-sulfo-nico se disuelven en 250 cc de agua y 12 cc de lejía de sosa 10-n y se trata con la solución de 6,9 gramos de nitrito sódico. La mezcla obtenida se adiciona a gotas a 250 gramos de hielo y 45 cc de ácido clorhídrico 10-n
- 25.



- y la mezcla reaccional se agita hasta que finaliza la diazoación. Tras adición de un poco de ácido sulfámico se adiciona la suspensión de sal diazoica formada a la solución enfriada a 0-10° de 17,6 gramos de 2,4,6-tris-metilamino-pirimidina en 100 cc de ácido acético al 80%.
5. Luego se neutraliza el ácido mineral en exceso con lejía de sosa, hasta que la mezcla reaccional no azulea más el papel rojo congo. El colorante de la fórmula precedente precipita con color amarillo. Se le filtra, se le lava bien con agua y se le seca. Tiñe lana y fibras de poliamida en tonos amarillo rojizos muy homogéneos de buena solidez.
- 10.

- Si se utiliza en lugar de 31,2 gramos de ácido 2-amino-difenilsulfon-3'-sulfónico, la dosis equivalente de ácido 1-aminonaftalin-6-sulfónico o bien del ácido 2-amino-4,4'-diclorodifeniléter-2'-sulfónico y se procede en lo demás como se indica anteriormente, se obtiene colorantes en especial valiosos, que tiñen lana en tonos pardo o respectivamente amarillo, sólidos.
- 15.

- La 2,4,6-tris-metilamino-pirimidina utilizada en el ejemplo anterior se obtiene mediante reacción de 2,4,6-tricloropirimidina con un exceso en una solución de metilamina acuosa a 140° C y en un autoclave. Se obtiene el producto de la mezcla reaccional mediante cristalización y
- 20.
- 25.

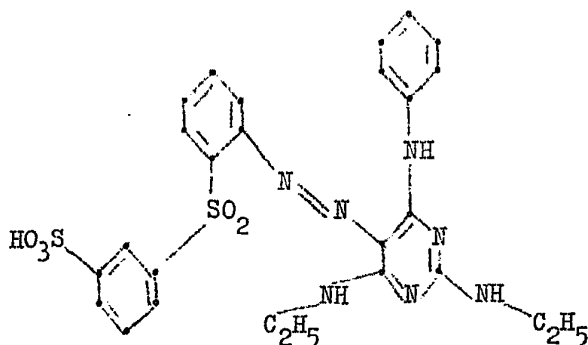


filtración, así como recristalización subsiguiente en agua.

EJEMPLO 41

5.

10.



15.

20.

25.

31,3 gramos de ácido 2-amino-difenilsulfon-3'-sulfónico se diazoa como se describe en el Ejemplo 40, despues de lo cual la suspensión de sal diazoica obtenida se cede a la solución fría de 27 gramos de 2,6-bis-etilamino-4-fenilaminopirimidina en 100 cc de ácido acético al 80% y el ácido mineral en exceso se neutraliza con lejía de sosa. De la mezcla de copulación precipita el colorante de la fórmula precedente con color pardo anaranjado. Se le filtra, se le lava bien con agua y se le seca. Tiñe lana y fibras de poliamida en tonos amarillo anaranjados homogéneos de buena solidez a la luz.

La 2,6-bis-etilamino-4-fenilamino-pirimidina uti-



- lizada en el Ejemplo precedente como componente de copula-
ción se prepara como sigue: se vierte una mezcla de 93 gra-
mos de anilina y 200 cc de acetona en una solución de
10 gramos de acetato sódico en 400 cc de agua y la
5. emulsión originada se calienta a 50-55°, se adiciona a
gotas 184 gramos de 2,4,6-tricloropirimidina y simultá-
neamente lejía de sosa 5n bajo mantenimiento de un valor
de pH de 5-6. La mezcla reaccional se agita durante 4 ho-
ras, luego se la deja en reposo en un embudo de decantación
 10. se separa la capa superior y se concentra. El residuo tie-
ne un punto de fusión de 114-128° y representa una mezcla
de 2,6-dicloro-4-fenilaminopirimidina y 4,6-dicloro-2-
fenilaminopirimidina. Para la separación de estos isómeros
recristaliza el residuo de la evaporación en 400 cc de
 15. benceno y el producto precipitado se purifica mediante
cromatografía en óxido de aluminio neutro con una mezcla
de 70% de benceno y 30% de cloroformo como agente de
fluidez. Con ello se obtiene 2,6-dicloro-4-fenilaminopiri-
midina en forma de un polvo cristalino blanco de punto de
 20. fusión 135-136°. Este se suspende en agua, se trata en
exceso con solución acuosa de etilamina y la totalidad se
calienta en un recipiente cerrado durante 10 horas a 150-
160°. Tras el enfriado se neutraliza la mezcla reaccional
con ácido clorhídrico, se filtra la 2,6-bis-etilamino-4-
 25. fenilaminopirimidina precipitada, se lava bien con agua
y se seca.



Los componentes de copulación utilizados en los ejemplos precedentes 1-40 así como en los Ejemplos 42-47 y 49-73 subsiguientes se preparan de modo y forma análogos.

Se obtienen colorantes con propiedades similares

5. cuando se copula las dosis equivalentes de cada uno de los componentes diazoicos indicados en la columna 2 de la siguiente Tabla II bajo las condiciones indicadas en el ejemplo 41, con la dosis equivalente de cada uno de los componentes de copulación indicados en la columna 3.
10. En la última columna se indican los tonos de color de las tinciones obtenidas sobre lana con los colorantes azopirimidínicos correspondientes.

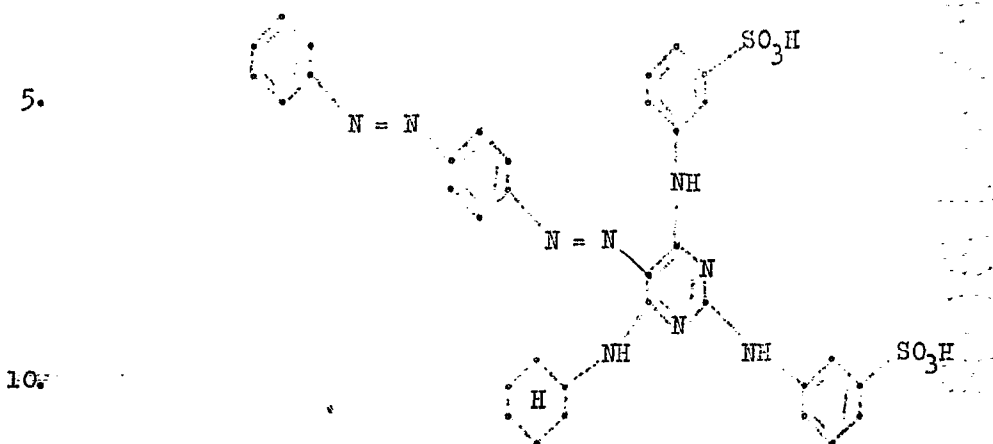


TABLA II

Ejem- plo Nº	Componente diazóico	Componente de copulación	Tono de color so- bre lana	
5.	42	ácido 1-amino-4-nitro- bencen-2-sulfónico	2,6-bis-etilamino-4-fenilami- no-pirimidina	pardo rojizo
	43	ácido 1-amino-naftalin- 4-sulfónico	"	anaranja do
	44	ácido 1-amino-4-cloro acetilamino-bencen-2- sulfónico	"	amarillo
10.	45	ácido 1-amino-4-acroila- mino-2-sulfónico	"	"
	46	1-amino-4-vinilsulfonil- benceno	2,4-bis-(3'-sulfofenilamino)- 6-ciclohexilamino-pirimidina	"
15.	47	1-amino-4-(beta-sulfoxi- etilsulfonil)-benceno	"	"



EJEMPLO 48



15.

20.

25.

19,7 gramos de 4-aminoazobenceno se diazoan directamente en forma usual, después de lo cual la solución de la sal diazoica obtenida se cede a una temperatura de 0-10° a una solución de 54,5 gramos de 2,4-bis-(3'-sulfofenilamino)-6-ciclohexilamino-pirimidina en 500 cc de agua y 10 cc de lejía de sosa 10-n. Mediante adición de lejía de sosa se mantiene la mezcla reaccional alcalina, según lo cual la sal bisódica del colorante diazoico de la fórmula precedente se disuelve con color rojo. Luego el producto de copulación formado precipita mediante adición de cloruro sódico, se filtra, el género de filtro se lava con solución de cloruro sódico y se seca. El colorante así formado tiñe lana y fibras de poliamida, en baño neutro hasta débilmente ácido, en tonos rojo escarlata puros. Las tinciones



sobre lana se caracterizan por muy buena solidez a la luz .
al agua de mar, al lavado y al batanado y las sobrefibras.
de poliamida por su igualdad, así como una elevada solidez
a la luz, al sudor y al lavado.

5.

La 2,4-bis-(3'-sulfofenilamino)-6-ciclohexilamino-
pirimidina utilizada en el ejemplo precedente se prepara
como sigue: 286 gramos de clorhidrato de 1-amino-3-fenoxi-
sulfonilbenceno y 63 gramos de cianamida se agitan a tem-
peratura ambiente en 1000 cc de alcohol etílico absoluto,
hasta que no puede apreciarse más amina lo cual se efectúa
mediante diazoación de una porción y copulación con 2-naf-
tol. Tras el enfriado se adiciona a 20-30°, 108 gramos de
metilato sódico y luego 160 gramos de éster dietílico de
ácido malónico a la mezcla reaccional, la mezcla obtenida
se calienta y hierve durante varias horas bajo reflujo.

10.

A continuación se destila el disolvente y se adiciona agua
al residuo, después de lo cual la suspensión se neutraliza
con ácido clorhídrico. La 2-(3'-fenoxisulfonil-fenilamino)-
4,6-dihidroxi-pirimidina precipita. Se filtra, se lava
en el nuche con agua y se soca. A continuación se trata
con 800 cc de oxiclорuro de fósforo frío, la mezcla ori-
ginada se mantiene a reflujo durante 8 horas, la mayor
parte del oxiclорuro de fósforo en exceso se elimina me-
diante destilación en vacío y el residuo se vierte sobre
hielo. Con ello precipita la 2-(3'-fenoxisulfonil-fenila

15.

20.

25.



- mino)-4,6-dicloropirimidina parcialmente en forma de cristales y parcialmente en forma oleosa. Se filtra, se lava y recristaliza en clorobenceno. El producto así purificado se adiciona luego a una solución de 173 gramos de ácido
5. 1-aminobencen-3-sulfónico en 1000 cc de agua y 100 cc de lejía de sosa 10-n y la mezcla se hierve durante una noche. La solución así formada de 2,4-di-(3'-sulfofenilamino)-6-cloropirimidina se clarifica por filtración; luego se añade 220 gramos de ciclohexilamina, la totalidad se calienta
10. durante algunas horas en un recipiente cerrado a 130°, se enfría de nuevo, se adiciona 120 gramos de carbonato sódico y la ciclohexilamina excedente se separa mediante destilación de vapor de agua. En el residuo de destilación se adiciona a gotas ácido clorhídrico hasta que azulea el
15. papel congo. Mediante adición subsiguiente de cloruro sódico precipita el compuesto 2,4-bis-(3'-sulfofenilamino)-6-ciclohexilamino-pirimidínico. Se filtra, se lava con solución de cloruro sódico y recristaliza en agua.
20. Se obtiene colorantes diazoicos con propiedades similares, cuando en igual forma de trabajo se utiliza en lugar de los componentes citados en el ejemplo 48 precedente, la dosis equivalente de cada uno de los compuestos aminoazoicos y componentes de copulación relacionados en
25. la siguiente Tabla III. Los tonos de color de las tinciones obtenidas sobre lana con los colorantes diazopirimidínicos correspondientes se indican en la última columna de la Tabla.



TABLA III

Ejem- plo Nº	Compuesto aminoazoico	Componente de copulación	Tono de color so- bre algodón
5.	49 ácido 4-amino-azobencen- 3'-sulfónico	2,4,6-tris-metilamino- pirimidina	rojo anaranjado
	50 "	2,6-bis-etilamino-4-fenil amino-pirimidina	rojo
	51 4-amino-azobenceno	2,6-bis-ciclohexilamino-4- (3'-sulfofenilamino)-píri- midina	rojo anaranjado
10.	52 ácido 4-amino-azobencen- 3'-sulfónico	"	rojo
	53 4-amino-azobenceno	2,6-bis-fenilamino-4-(3'- sulfo-fenilamino)-pírimi- dina	"
15.	54 4-amino-azobenceno	2,6-bis-dimetilamino-4-(N- etil-N-4'-sulfofenilamino)- pirimidina	"
	55 "	2,6-bis-bencilamino-4-(N- etil-N-4'-sulfofenilamino)- pirimidina	anaranjado
20.	56 ácido 1-amino-4-(2'- clorofenilazo)-naftalin -6-sulfónico	2,6-diamino-4-(3'-sulfo- fenilamino)-pirimidina	pardo violeta
	57 "	2,6-bis-metilamino-4-(beta- sulfoetilamino)-pirimidina	"
25.			



Ejem- plo Nº	Compuesto aminoazoico	Compuesto de copulación	Tono de co- lor, sobre algodón
5.	58 ácido 2-(4'-amino-2'- metilfenilazo)-naftalin- 6-sulfónico	2,6-diamino-4-(3'-sulfofe- nilamino)-pirimidina	rojo escarlata
	59 "	2,6-bis-metilamino-4-(beta- sulfoetilamino)-pirimidina	"
10.	60 ácido 4-amino-azoben- cen-3'-sulfónico	2,6-diamino-4-(6'-sulfo-2'- naftilamino)-pirimidina	"
	61 ácido 4-amino-azoben- cen-3'-sulfónico	2,6-diamino-4-(6'-sulfo-1'- naftilamino)-pirimidina	rojo anaranjado
	62 ácido 4-amino-azobencen- 2'-sulfónico	2,6-diamino-4-(3'-sulfo- fenilamino)-pirimidina	rojo
15.	63 ácido 4-amino-azobencen- 4'-sulfónico	"	"
	64 ácido 4-amino-azobencen- 3-sulfónico	"	"
20.	65 4-amino-3'-cloroazoben- ceno	"	"
	66 4-amino-2'-metoxiazoben- ceno	"	"
	67 4-amino-4'-metilazoben- ceno	"	"
25.	68 4-amino-2-metilazobenceno	"	"

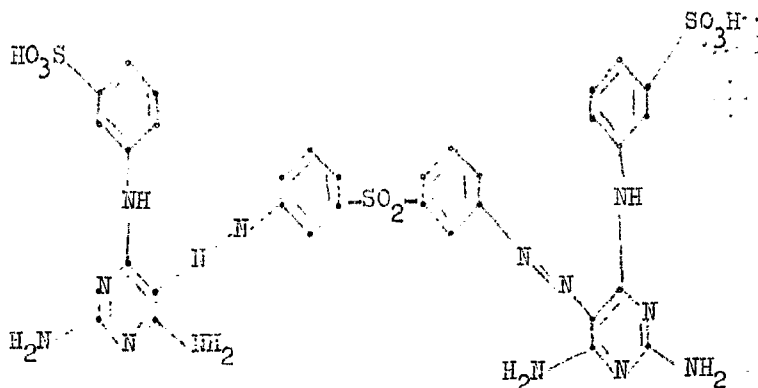


Ejem- plo Nº	Compuesto aminoazoico	Compuesto de copulación	Tono de color so- bre algodón
5.	69 4-amino-2-metoxiazobenceno	2,6-diamino-4-(3'-sulfo- fenilamino)-pirimidina	rojo
	70 ácido 1-(4'-amino-2'-metil fenilazo)-naftalin-6- sulfónico	"	pardo violeta
10.	71 ácido 1-amino-4-fenilazo- naftalin-6-sulfónico	"	"
	72 ácido 1-(4'-amino-fenilazo)- 4-fenilazonaftalin-6-sulfó nico	"	"
15.	73 ácido 1-amino-4-(4'-fenila zo-fenilazo)-naftalin-6- sulfónico	"	"



EJEMPLO 74

5.



10.

15.

20.

25.

12,4 gramos de 3,3'-diaminodifenilsulfona se tetrazoan en 300 cc de ácido acético glacial con 30 cc de ácido clorhídrico 10-n y a la solución de 6,9 gramos de nitrito sódico. A la solución de sal tetraazocica formada se adiciona a 0-10°, una solución de 29,5 gramos de 2,6-diamino-4-(3'-sulfofenilamino)-pirimidina en 600 cc de agua y 11 cc de lejía de sosa 10-n. A la mezcla reaccional se adiciona todavía a gotas lejía de sosa, hasta que no azulea más el papel rojo congo. La sal bisódica del colorante diazoico de la fórmula precedente precipita como un precipitado amarillo. El producto de copulación se filtra y el género del filtro se lava con agua. Luego se suspende en agua, se calienta la suspensión a 65-70°, se adiciona carbonato sódico hasta que el colorante se halla totalmente en solución, y el colorante tras enfriado de la solución precipita mediante adición de cloruro sódico. Se filtra el producto obtenido, se lava



5. con solución de cloruro sódico y se seca. El colorante tiñe lana, en baño desde neutro hasta débilmente ácido, en tonos amarillo puros de buena solidez a la luz, al sudor, al agua de mar, al lavado y al roce. Sobre fibras de poliamida da tinciones amarillas sólidas a la humedad, especialmente valiosas.

10. Si se utiliza en lugar de 12,4 gramos de 3,3'-diamino-difenilsulfona, 9,4 gramos de 4,4'-diamino-difenilo o bien 11,4 gramos de (4'-aminofenilamida) de ácido 4-amino benzoico y se procede en lo demás como se indica en el Ejemplo 74, se obtiene colorantes que sobre fibras de celulosa dan tinciones valiosas anaranjadas o respectivamente anaranjado amarillentas.

15. Se fulardea a 20° algodón con una solución al 2% del colorante preparado según el Ejemplo 74, párrafo 1°, que contenga todavía por litro 20 gramos de carbonato sódico, 100 gramos de urea, 10 gramos de tri-N-acriloilhexahidro triazina-(1.3.5) y 2,5 gramos de alginato sódico, el género impregnado se seca, luego se calienta durante 2 minutos a 140° y a continuación se saponifica hirviendo durante 30 minutos y así se obtiene una tinción amarilla.

25. La preparación de los componentes de copulación de pirimidina se efectúa como se describe en el Ejemplo 187 siguiente.



Se obtienen colorantes con propiedades similares, cuando en igual forma de trabajo se utiliza en lugar de los componentes citados en el Ejemplo precedente, las dosis equivalentes de cada uno de los componentes tetraazoicos y de copulación relacionados en la siguiente Tabla IV. Los tonos de color de las tinciones obtenidas con los colorantes azopirimidínicos correspondientes sobre lana, se indican en la última columna de la Tabla.



TABLA IV

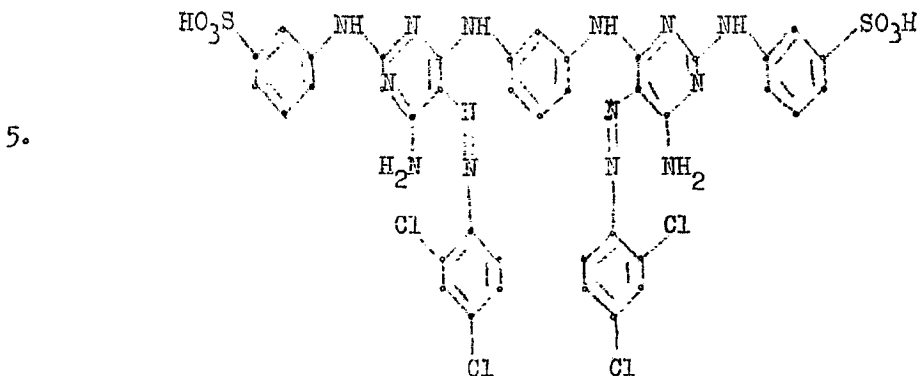
Ejem- plo Nº	Componente tetraazoico	Componente de copulación	Tono de color so- bre lana	
5.	75	4,4'-diaminodifenilsulfona	2,6-diamino-4-(3'-sulfofe- nilamino)-pirimidina	amarillo
	76	2,2-bis[4'-(2''-aminofenil- sulfoniloxi)-fenil]-propano	"	"
	77	sulfuro 2,2'-diamino-4,4'- dicloro-difenílico	"	"
10.	78	sulfóxido 2,2'-diamino- 4,4'-dicloro-difenílico	"	"
	79	sulfuro 4,4'-diaminodife- nílico	"	"
15.	80	4,4'-diaminodifenilmetano	"	"
	81	4,4'-diamino-2,2'-dimetil- difenilo	"	anaranjado amarillento
	82	disulfimida 2,2'-diaminodi- fenílica	2,4,6-tris-metilamino- pirimidina	amarillo
20.	83	ácido 1,3-diaminobencen-4- sulfónico	2,6-diamino-4-fenilamino- pirimidina	"



Ejem- plo Nº	Componente tetraazoico	Componente de copulación	Tono de color so- bre lana
5.	84 N-(4'-aminobenzoil)-amida del ácido l-aminobenzen-2- sulfónico	2,6-bis-etilamino-4-(4'- sulfofenilamino)-pirimidina	amarillo
	85 4,4'-diaminodifenilcetona	"	"
10.	86 éster fenílico del ácido 2,2'-diaminodifeniléter- 4,4'-disulfónico	"	"
	87 N,N'-dimetil-N,N'-bis-2- aminobencensulfoniletileu diamina	"	"
15.			



EJEMPLO 88



15.

20.

25.

16,2 gramos de 1-amino-2,4-diclorobenceno se diazoan en forma usual con lo cual se neutraliza el ácido mineral excedente con bicarbonato sódico. Luego se adiciona la solución diazoica obtenida, a 0-10° en una solución acuosa de 33,4 gramos de 1,3-bis-(4'-amino-2'-(3"-sulfofenilamino)-pirimidil-(6')-amino)-7-benceno, 11 cc de lejía de sosa 10-n y 10 gramos de carbonato sódico. La sal bisódica del colorante diazoico de la fórmula precedente precipita con color pardo. A continuación se deslie la mezcla reaccional con 1000 cc de solución saturada del cloruro sódico, se filtra el colorante, se le lava con solución de cloruro sódico y se le seca. El producto representa un polvo pardo, que tiñe lana, seda, así como fibras de poliamida, en baño desde neutro hasta débilmente ácido, y algodón así como viscosa, en baño neutro conteniendo sal mineral, en tonos amarillos.



Se obtienen colorantes con propiedades similares, cuando en igual forma de trabajo se utiliza en lugar de los componentes citados en el precedente Ejemplo 88, las dosis equivalentes de cada uno de los componentes diazoicos y 2 veces la de los componentes de copulación copulables, relacionados en la siguiente Tabla V. Los tonos de color de las tinciones obtenidas con los colorantes azopirimidínicos correspondientes sobre lana, se indican en la última columna de la Tabla.

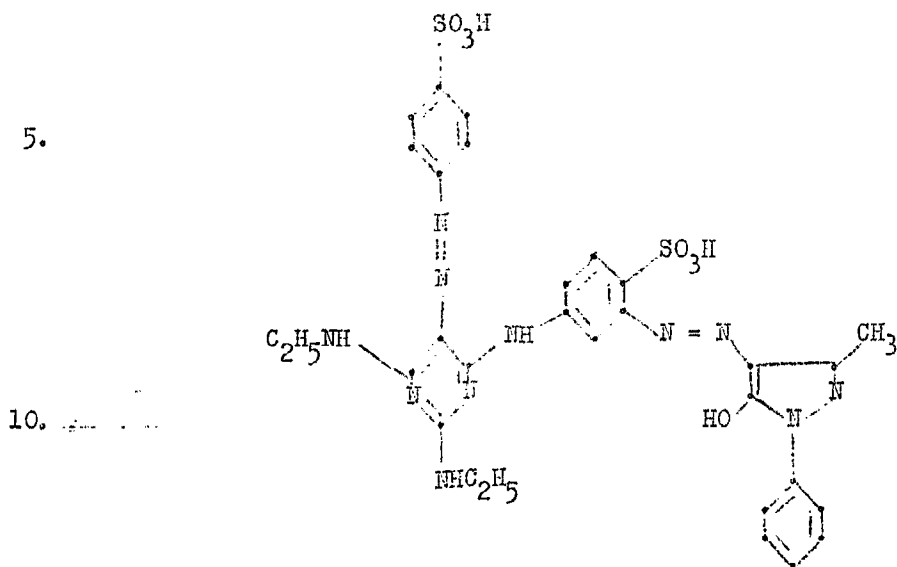


TABLA V

Ejem- plo Nº	Componente diazóico	Componente de copulación	Tono de color so- bre lana	
5.	89	1-amino-4-clorobenceno	1,3-bis- $\sqrt{2}$ '-amino-4'-(3"- sulfonilamino)-pirimidil- (6')-amino $\sqrt{7}$ -benceno	amarillo
	90	amida del ácido 1-amino bencen-3-sulfónico	"	"
10.	91	1-amino-4-clorobenceno	1,2-bis- $\sqrt{2}$ '-fenilamino-4'- (3"-sulfonilamino)-pirimi- dil-(6')-amino $\sqrt{7}$ -etano	"
	92	1-amino-4-metoxibenceno	"	"
15.	93	4-aminoazobenceno	"	rojo



EJEMPLO 24



15.

20.

25.

17,3 gramos de ácido 1-aminobencen-4-sulfónico se diazoan en forma usual, despues de lo cual la suspensión diazoica obtenida se trata con bicarbonato sódico, hasta que la suspensión reacciona solamente en forma débilmente ácida. Luego se adiciona a 0-10° a una solución de 35,2 gramos de 2,6-bis-etilamino-4-(3'-amino-4'-sulfofenilamino)-pirimidina y 10 gramos de carbonato sódico en 300 cc de agua y 10 cc de lejía de sosa 10-n. El producto de copulación permanece en solución con color amarillo. Tras finalizar la reacción se adiciona una solución de 6,9 gramos de nitrito sódico en agua y la totalidad se adiciona a gotas a una temperatura por debajo de 10° a una mezcla de 100



gramos de hielo y 60 cc de ácido clorhídrico 10-n. La mezcla reaccional se **agita** hasta que finaliza la diazoación y luego se adiciona bicarbonato sódico hasta que no azulée más el papel rojo congo. Luego se adiciona la suspensión

5. diazoica a 0-10° a una solución de 17,4 gramos de 1-fenil-3-metil-5-pirazolona y 10 gramos de carbonato sódico en 200 cc de agua y 11 cc de lejía de sosa 10-n. La mezcla reaccional se **agita** hasta que finaliza la copulación, con lo cual la sal **bisódica** del colorante diazoico de la fórmula

10. precedente precipita con color pardo amarillento.

El **producto** de copulación se filtra, el género de filtro se lava con solución de cloruro sódico y se seca. El colorante **representa** un polvo pardo, que tiñe lana, seda

15. y fibras de poliamida en tonos amarillos valiosos.

Se **obtienen** otros colorantes azopirimidínicos valiosos con **propiedades** similares, cuando **en** igual forma de trabajo que la arriba indicada se utiliza en lugar de los componentes citados en el Ejemplo precedente, las

20. dosis equivalentes **de cada** uno de los componentes diazoicos, y componentes de copulación primero y segundo relacionados en la siguiente **Tabla VI**. Los tonos de color de las tinciones obtenidas con los colorantes azopirimidínicos correspondientes sobre lana, **se** indican en la última columna de la

25. **Tabla**.



TABLA VI

Ejem- plo Nº	Componente diazóico	1 ^{er} componente de copulación	2 ^o componente de copulación	Tono de color so- bre lana	
5.	95	aminobenceno	2,6-bis-etilamino- 4-(3'-amino-4'- sulfofenilamino)- pirimidina	1-fenil-3-metil- 5-pirazolona	amarillo
	96	"	"	2-hidroxinaftalina	anaranjado
10.	97	ácido 1-aminoben- cen-4-sulfónico	"	"	"
	98	"	"	anilida del ácido 3-hidroxi-2-naftoico	pardo rojizo
15.	99	aminobenceno	2,6-diamino-4-(3'- amino-4'-sulfofe- nilamino)-pirimi- dina	1-(2'-cloro-5'-sul- fofenil)-3-metil-5- pirazolona	amarillo
	100	"	"	ácido 2-hidroxi- naftalin-6-sulfónico	anaranjado
20.	101	ácido 1-(2',4'- dicloro-s-tria- zinil-(6')-amino)- 3-aminobencen-4- sulfónico	"	1-(4'-sulfofenil)-3- metil-5-pirazolona	amarillo
	102	"	"	1-(4',8'-disulfonaf- til-(2')-3-metil-5- pirazolona	amarillo
25.	103	ácido 1-(beta- cloroacrilami- no)-3-aminobencen- 4-sulfúrico	"	"	"



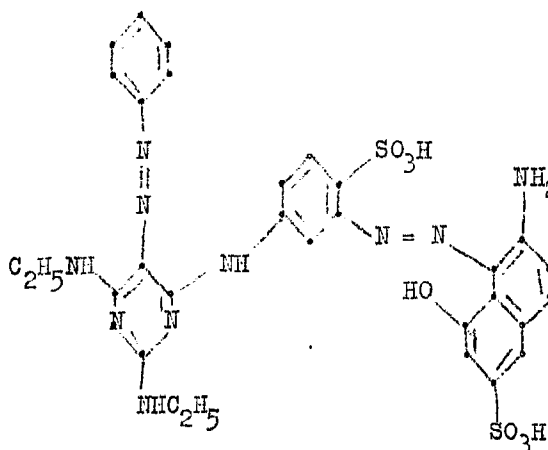
Ejem- plo N°	Componente diazotico	1 ^{er} componente de copulación	2º componente de copulación	Tono de color so- bre lana	
5.	104	ácido 1-aminoben- cen-2-sulfónico	2,6-bis-etilamino- 4-(3'-amino-4'- sulfofenilamino)- pirimidina	dianilida del áci- do malónico	amarillo
	105	ácido 1-aminoben- cen-2-sulfónico	2,6-bis-etilamino- 4-(3'-amino-4'- sulfofenilamino)- pirimidina	malonilhidrazo benceno	"
10.	106	"	"	ácido barbitúrico	"
	107	"	"	anilida acetoacé- tica	"
	108	"	"	ácido 1-etil-3- fenilbarbitúrico	"
15.	109	"	"	1-(3'-clorofenil) -3-metil-5-pirazo- lona	"



EJEMPLO 110

5.

10.



9,3 gramos de aminobenceno se diazoan en forma usual y se copulan como se describe en el Ejemplo 94 con 35,2 gramos de 2,6-bis-otilamino-4-(3'-amino-4'-sulfofenilamino)-pirimidina. Tras finalizar la copulación se deslía la mezcla reaccional con agua caliente hasta que el producto de copulación se encuentra totalmente en solución, se adiciona 6,9 gramos de nitrito sódico y la solución amarilla obtenida se adiciona a gotas a una mezcla de hielo y 60 cc de ácido clorhídrico 10-n. Se agita la solución hasta que finaliza la diazoación, se trata con un poco de ácido sulfamínico y se adiciona a una temperatura de 0-10°, la solución de 23,9 gramos de ácido 2-amino-8-hidroxinaftalín-6-sulfónico en 200 cc de agua y 11 cc de lejía de sosa 10-n. Con ello precipita el colorante diazoico de la fór-



- mula precedente con color pardo oscuro. Se adiciona acetato sódico a la mezcla de copulación hasta que no azulea más el papel rojo congo y se agita hasta que la copulación finaliza. Luego se filtra el producto de copulación, se
5. suspende el género del filtro de nuevo en agua, se adiciona carbonato sódico hasta que se indica en el papel amarillo brillante una reacción alcalina permanente, se calienta hasta la solución total de la mezcla reaccional y el producto final precipita mediante adición de cloruro sódico.
10. A continuación se filtra, se lava con solución de cloruro sódico y se seca. El colorante así formado representa un polvo oscuro, que tinte lana y elementos conformados a base de poliamidas sintéticas en tonos pardos valiosos.

15. Se obtienen otros colorantes azopirimidínicos valiosos con propiedades similares, cuando en igual forma de trabajo que la indicada en el ejemplo precedente, se utiliza en lugar de los componentes citados, dosis equivalentes de los componentes diazoicos y componentes de copulación primero y segundo relacionados en la siguiente
20. Tabla VII. Los tonos de color de las tinciones obtenidas sobre lana con los colorantes azopirimidínicos correspondientes se indican en la última columna de la Tabla.

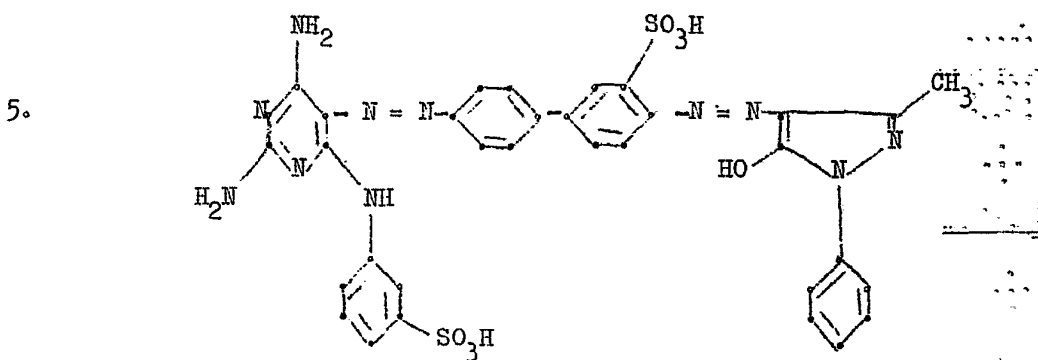


TABLA VII

1 Ejem- plo N°	2 Componente diazocico	3 1 ^{er} componente de copulación	4 2 ^o componente de copulación	5 Tono de color so- bre lana	
5.	111	aminobenceno	2,6-bis-etilamino-4-(3'-amino-4'-sulfofenilamino)-pirimidina	1-fenil-3-metil-5-amino-pirazol	anaranjado
	112	"	"	2,4,6-tris-metilamino-pirimidina	pardo amarillento
10.	113	ácido 1-amino-bencen-4-sulfónico	"	"	"
	114	"	"	1-fenil-3-metil-5-amino-pirazol	amarillo
15.	115	1-amino-2-clorobenceno	2,6-diamino-4-(3'-amino-4'-sulfofenilamino)-pirimidina	ácido 2-aminonaftalín-6-sulfónico	anaranjado



EJEMPLO 116



15. Se adiciona a gotas una solución de 26,4 gramos de ácido 4,4'-diamino-difenil-3-sulfónico y 13,8 gramos de nitrito sódico en 150 cc de agua y 10 cc de lejía de sosa 10-n a una mezcla de 70 cc de ácido clorhídrico 10-n y hielo y la mezcla reaccional se agita a 0-10°, hasta que la diamina se tetraazoa totalmente. A la misma temperatura se vierte la solución de sal tetraazoica obtenida a una suspensión fina de 28,1 gramos de 2,6-diamino-4-(3'-sulfofenilamino)-pirimidina, que se ha preparado mediante disolución del compuesto pirimidínico en 500 cc de agua caliente y 11 cc de lejía de sosa 10-n y precipitación con ácido acético. A la mezcla reaccional se adiciona a gotas lejía de sosa hasta que se alcanza un valor de pH de 4-5 y la mezcla se agita hasta que no está presente más compuesto piri

20.

25.



- midínico. Luego la mezcla de copulación se code a 0-10² a una solución de 17,4 gramos de 1-fenil-3-metil-5-pirazolona en 200 cc de agua así como 11 cc de lejía de sosa 10-n y se adiciona a gotas simultáneamente lejía de sosa hasta
5. que la mezcla reaccional reacciona constantemente en forma alcalina. Se agita de nuevo hasta que finaliza la formación de colorante, hecho lo cual la sal bisódica del colorante diazoico de la fórmula precedente se presenta en forma de una suspensión rojo oscura. Luego la suspensión se deslie
10. con 1000 cc de solución de cloruro sódico saturada caliente y se filtra el colorante. El género del filtro se lava con solución de cloruro sódico y se seca. El producto final representa un polvo pardo, que tiñe lana, fibras de poliamidas sintéticas, algodón y viscosa en tonos anaranjados.
15. Se obtienen otros colorantes azopirimidínicos valiosos con propiedades similares cuando en igual forma de trabajo que la arriba indicada en el Ejemplo precedente se utiliza en lugar de los componentes citados, dosis equivalentes de cada uno de los componentes tetraazoicos y
20. de los componentes 1^o y 2^o de copulación, relacionados en la siguiente Tabla VIII. Los tonos de color de las tinciones obtenidas sobre lana con los colorantes azopirimidínicos correspondientes, se indican en la última columna de la Tabla.

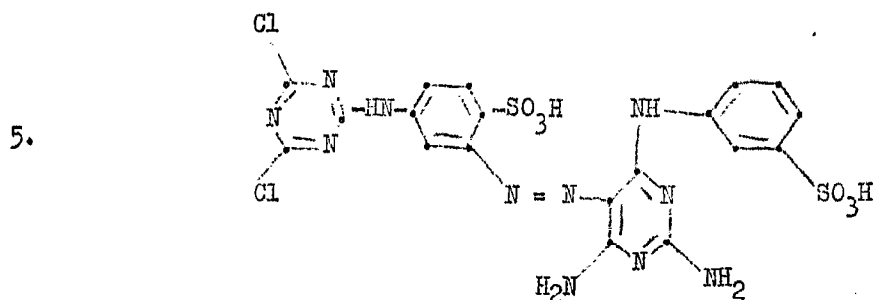


TABLA VIII

1 Ejem- plo N ^o	2 Componente tetraazoico	3 1 ^{er} componente de copulación	4 2 ^o componente de copulación	5 Tono de color so- bre lana	
5.	117	ácido 4,4'-dia- mino-difenil- 3-sulfónico	2,4,6-tris-metila- mino-pirimidina	1-(3'-sulfofenil)- 3-metil-5-pirazo- lona	anaranjado pardo
	118	"	"	ácido 2-hidroxi naftalin-6-sulfó- nico	pardo
10.	119	"	2,6-diamino-4- (3'-sulfofenila- mino)-pirimidina	1-(3'-clorofenil)- 3-metil-5-pirazo- lona	anaranjado
	120	"	"	2-hidroxinaftalina	pardo violeta
15.	121	4,4'-diaminodi- fenilo	"	1-(2'-cloro-5'- sulfofenil)-3- metil-5-pirazolona	anaranjado
20.	122	"	"	ácido 2-hidroxinaf- talin-6-sulfónico	pardo violeta



EJEMPLO 123



10. 33,6 gramos del producto de condensación primario de un mol de cloruro de triclorógeno y un mol de ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico se agitan en 300 cc de agua, 300 gramos de hielo y 30 cc de ácido clorhídrico al 30% y se diazoa a 0,5° con 6,9 gramos de nitrito sódico. La
15. suspensión diazoica ácido congo obtenida se regula con solución de carbonato sódico a un valor de pH de 4,5 y después se code a una solución de 28 gramos de 2,6-diamino-4-(3'-sulfofenilamino)-pirimidina en 900 cc de agua y 20 gramos de bicarbonato sódico. Tras finalizar la copulación
20. precipita el colorante mediante adición de cloruro sódico, se filtra, se lava con solución de cloruro sódico y se seca a 40° en vacío. El colorante monoazoico así obtenido de la fórmula precedente representa un polvo amarillo, que se disuelve en agua con color amarillo verdoso.
25. Según esta forma de trabajo se obtiene a partir



de los productos de condensación primarios o bien secundarios de las fórmulas indicadas en la columna 2 de la siguiente Tabla IX y los componentes de copulación citados en la columna 3, colorantes que tiñen algodón en los tonos de color relacionados en la columna 4.

5.



TABLA IX

1 Nº	2 Componente diazoico	3 Componente de copulación	4 Tono de co- lor sobre algodón
5. 124		2,6-diamino-4-(4'-sulfophenil-amino)-pirimidina	amarillo verdoso
10. 125		"	amarillo
15. 126		"	amarillo verdoso
20. 127		2,6-bis-(3'-sulfophenil-amino)-4-amino-pirimidina	amarillo



	2 Componente diazoico	3 Componente de copulación	4 Tono de co- lor sobre algodón
5. 128		2,6-bis-(3'-sulfofe- nilamino)-4-amino- pirimidina	amarillo
10. 129		"	"
15. 130		2,6-bis-(4'-sulfofe- nilamino)-4-amino- pirimidina	"
20. 131		"	"
25. 132		"	"



1 Nº	2 Componente diazoico	3 Componente de copulación	4 Tono de color sobre algodón
5. 133		2,6-bis-(4'-sulfofenilamino)-4-amino- <u>pirimidina</u>	amarillo
10. 134		"	"
15. 135		2,6-bis-(3'-sulfofenilamino)-4-fenilamino- <u>pirimidina</u>	amarillo rojizo
20. 136		"	"
25. 137		2,4,6-triamino- <u>pirimidina</u>	amarillo verdoso

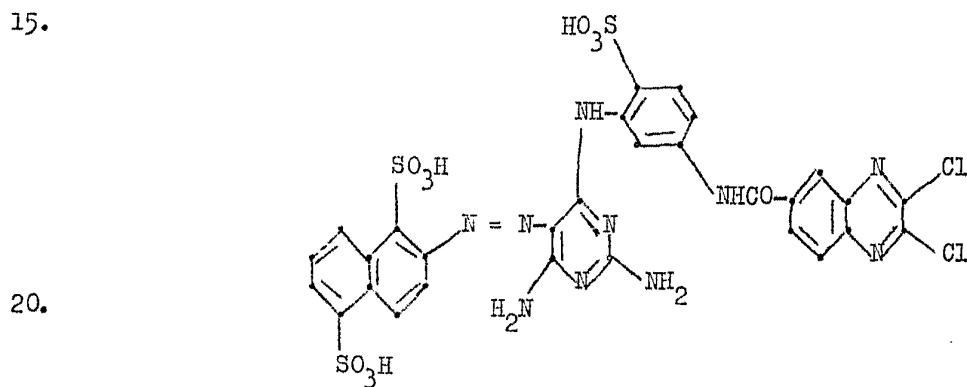


1 Nº	2 Componente diazoico	3 Componente de copulación	4 Tono de co- lor sobre algodón
5. 138		2,4,6-tris-metila mino-pirimidina	amarillo verdoso
10. 139	"	4-sulfoetilamino- 2,6-diamino-piri midina	"
15. 140	"	2,6-diamino-4-(2'- cloro-4'-sulfofe nilamino)-pirimidina	"
141		2,6-bis-(3'-sulfo fenilamino)-4-amino- pirimidina	amarillo
20. 142		"	"
25.			



- 4 gramos de un colorante obtenido según los Ejemplos 123 a 142 se disuelven en 1000 cc de agua y se trata con 20 gramos de carbonato sódico. A 20° se introducen 100 gramos de algodón y el baño se calienta en el término de 30 minutos, según los componentes reaccionales a 40 o a 90°, la solución se trata con 80 gramos de cloruro sódico y el género se tiñe durante 1 hora a la misma temperatura. A continuación se enjuaga la tinción obtenida y se saponifica hirviendo durante 15 minutos.
5. Se obtiene así una tinción amarilla oscura sólida al lavado.
- 10.

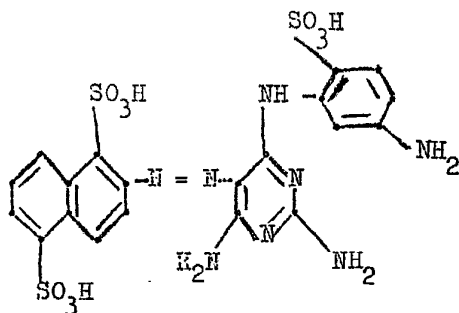
EJEMPLO 143



61 gramos del colorante aminoazoico de la fórmula



5.



10.

(obtenido mediante copulación de ácido 2-naftilamin-1,5-disulfónico diazoado con 2,6-diamino-4-(3'-amino-6'-sulfonilamino)-pirimidina) se disuelven en forma neutra

como sal sódica en 1000 cc de agua. A esta solución de colorante se adiciona a gotas a 40° una solución de 29

15.

gramos de cloruro del ácido 2,3-dicloro-quinoxalin-6-carboxílico en 50 cc de acetona y se mantiene el valor de pH a 7 mediante adición simultánea de solución de

carbonato sódico. Tras finalizar la condensación precipita el colorante mediante adición de cloruro sódico, se

20.

filtra y se lava con solución de cloruro sódico. Tras el secado en vacío a 40° se obtiene un polvo amarillo, que se disuelve en agua con color amarillo.

25.

Si se tiñe o estampa algodón o lana celulósica con este colorante según el procedimiento usual para los colorantes reactivos, se obtiene tinciones o estampados amarillos con buenas propiedades de solidez.



Se obtienen otros colorantes amarillos con propiedades similares cuando se hace reaccionar los colorantes aminoazoicos relacionados en la columna 2 de la siguiente tabla X según las indicaciones de este ejemplo, con dosis equivalentes de cada uno de los componentes reactivos citados en la columna 3 en las temperaturas citadas en la columna 4.

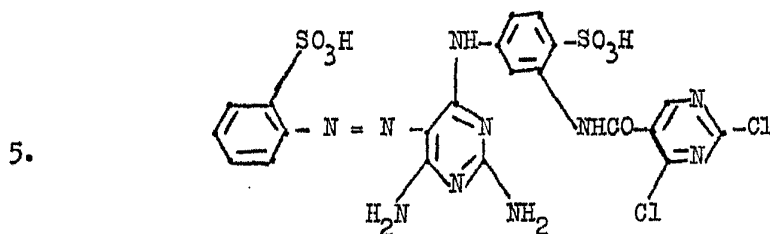


TABLA X

1 Nº	2 Colorante aminoazoico	3 Componente reactivo	4 Temperatura
5. 144	ácido 1-aminobencen-2,4-disulfónico → 2,6-diamino-4-(3'-amino-6'-sulfofenilamino)-pirimidina	cloruro del ácido 3-nitro-6-fluor-bencencarboxílico	20-40º
145	ácido 2-naftilamin-1,5-disulfónico → 2,6-diamino-4-(3'-aminofenilamino)-pirimidina	2,4,5,6-tetracloro-pirimidina	80-90º
10. 146	"	cloruro del ácido 3-nitro-4-fluorbencen-carboxílico	20-40º
147	ácido 1-aminobencen-2,5-disulfónico → 2,6-diamino-4-(3'-amino-4'-sulfofenilamino)-pirimidina	cloruro del ácido 2,4-dicloropirimidin-5-carboxílico	0-10º
15. 148	"	cloruro del ácido 2,4-dicloropirimidin-6-carboxílico	20-40º
149	"	2,4,6-tricloro-s-triazina	0-10º
20. 150	ácido 1-aminobencen-2,5-disulfónico → 2,6-diamino-4-(3'-amino-6'-sulfofenilamino)-pirimidina	cloruro del ácido 1,4-dicloroftalazin-6-sulfónico	40-60º
151	"	cloruro del ácido 2-clorobenzoxazol-5-sulfónico	30-50º
152	"	cloruro del ácido 2,3-dicloroquinoxalin-6-sulfónico	40-60º
25. 153	"	2-dimetilamino-4-N-clorofornil-N-metilamino-6-fluor-s-triazina	0-20º



EJEMPLO 154



10. 29,6 gramos de 2,6-diamino-4-(3'-amino-4'-sulfofenilamino)-pirimidina se disuelven en 1000 cc de agua a un valor de pH de 8, despues de lo cual la solución se enfría a 0-5°. A esta temperatura se adiciona a gotas en el término de 30 minutos una solución de 24 gramos de

15. cloruro del ácido 2,4-dicloropirimidin-5-carboxílico en 100 cc de acetona y el valor de pH de la mezcla reaccional se mantiene de 7 a 8 mediante adición de solución de carbonato sódico. Así que no puede comprobarse más compuesto amino inalterado, la mezcla reaccional se trata con 30 gramos de bicarbonato sódico y luego se deja

20. afluir una solución de 17,3 gramos de ácido 1-aminobencen-2-sulfónico diazocado. Tras finalizar la copulación, se clarifica la mezcla reaccional, la solución reaccional se trata después con cloruro sódico, el colorante precipitado se filtra y se lava con solución de cloruro sódico. Tras el

25. secado en vacío a 40° se obtiene un polvo amarillo, que se disuelve en agua con color amarillo.



5. Si se fulardea a 20° algodón con una solución al 2% de este colorante, que contiene todavía 20 gramos de bicarbonato sódico y 200 gramos de urea por litro, el género impregnado se seca, luego se calienta durante dos minutos a 140° y a continuación se saponifica hirviendo durante 30 minutos, se obtiene una tinción pura, amarilla intensa.

10. Se obtienen colorantes amarillos con propiedades similares; cuando se condensa los componentes de copulación conteniendo grupos amino de la columna 2 de la siguiente tabla XI según las indicaciones de este ejemplo, con los componentes reactivos relacionados en la columna 3 y a las temperaturas citadas en la columna 4, y luego se reune con los componentes diazoicos citados en la columna 5.

15.



TABLA XI

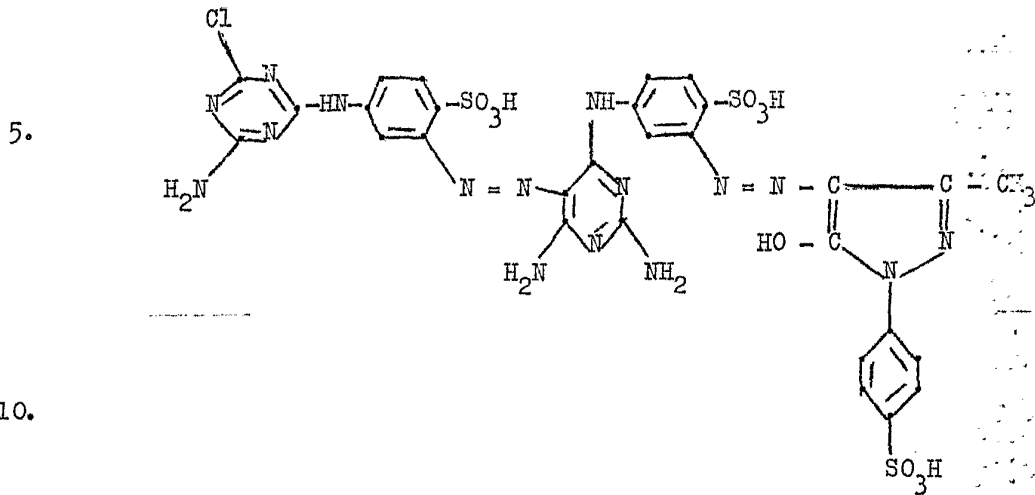
1 Nº	2 Componente de copula ción acilable	3 Componente reactivo	4 Tempe- ratura	5 Componente diazóico	
5.	155	2,6-diamino-4-(3'-amino-4'-sulfofenilamino)-pirimidina	2,4,6-tricloro-s-triazina	0-5º	ácido 2-naftilamin-1,5-disulfónico
	156	"	2,4,5,6-tetracloropirimidina	80-90º	"
10.	157	"	cloruro del ácido 2,4-dicloro-pirimidin-6-carboxílico	20-40º	ácido 1-aminobenzen-2-sulfónico
	158	2,6-diamino-4-(3'-amino-fenilamino)-pirimidina	cloruro del ácido 2,3-dicloroquinaxalin-6-carboxílico	40-60º	ácido 1-aminobenzen-2,4-disulfónico
15.	159	"	2-(4'-sulfofenilamino)-4,6-dicloro-s-triazina	20-40º	ácido 1-aminobenzen-2,5-disulfónico
	160	"	2,4,6-tricloropirimidina	80-90º	"
20.	161	"	cloruro beta-(4,5-dicloro-6-piridazoinil-1)-propionílico	20-40º	ácido 2-naftilamin-1,5,7-trisulfónico
	162	"	cloruro de ácido de 1-(4'-carboxifenil)-4,5-dicloropiridazona-(6)	20-40º	"



1 Nº	2 Componente de copulación acilable	3 Componente reactivo	4 Temperatura	5 Componente diazocico
5. 163	2,6-diamino-4-(3'-amino-6'-sulfofenilamino)-pirimidina	cloruro de ácido beta-cloroacrílico	20-40º	ácido 3-amino-6-cloro-bencen-1-sulfónico
164	"	cloruro del ácido beta-clorocrotónico	30-50º	ácido 2-amino-5-metil-bencen-1-sulfónico
10. 165	"	cloruro del ácido 1,4-dicloroftalazin-6-carboxílico	20-40º	ácido 2-naftilamin-1,5-disulfónico
166	"	cloruro del ácido 2-clorobenzoxazol-6-carboxílico	30-50º	"
15. 167	"	cloruro del ácido 2-clorobenzotiazol-6-carboxílico	30-50º	"
168	"	2-etilamino-4-N-cloroformil-N-etilamino-6-cloro-s-triazina	20-30º	"
20. 169	"	cloruro del ácido 2-cloro-4-metiltiazol-(1,3)-5-carboxílico	30-50º	"

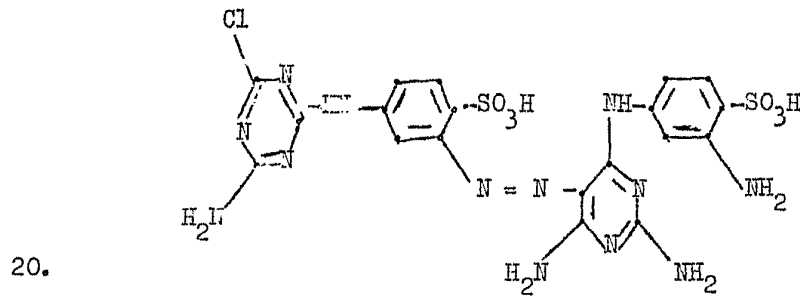


EJEMPLO 170



62,3 gramos de colorante aminomonoazoico de la fórmula

15.



(obtenido mediante copulación de ácido 1-amino-3-(2'-cloro-4'-aminotriazinil-(6')-amino)-bencen-6-sulfónico con 2,6-diamino-4-(3'-amino-4'-sulfofenilamino)-pirimidina, de acuerdo con el Ejemplo 123) se suspenden en 1000 cc de

25.



- agua y se diazoa a 0-10° con 30 cc de ácido clorhídrico al 30% y 6,9 gramos de nitrito sódico. La suspensión diazoica obtenida se deja afluir luego a una solución de sal sódica de 25,4 gramos de 1-(4'-sulfopenil)-3-metil-5-pirazolona
5. en 200 cc de agua y 30 gramos de bicarbonato sódico. Tras finalizar la copulación se precipita el colorante mediante adición de cloruro sódico, se filtra y se lava con solución de cloruro sódico diluida. El colorante representa tras el secado un polvo amarillo, que se disuelve en agua con color
10. amarillo.

- Se obtienen otros colorantes reactivos con propiedades similares cuando en igual forma de trabajo que la indicada arriba, se utiliza en lugar de los componentes citados en el Ejemplo precedente, las dosis equivalentes de los
15. componentes diazoicos y 1° y 2° componente de copulación relacionados en la siguiente Tabla XII. El tono de color de las tinciones obtenidas con los colorantes reactivos sobre lana o algodón, se indican en la última columna de la Tabla.



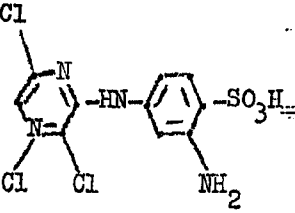
TABLA XII

Nº	Componente diazoico	1º componente de copulación	2º componente de copulación	Tono de color
171		2,6-diamino-4-(3'-amino-fenilamino)-pirimidina	1-(2',5'-dicloro-4'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona	amarillo
172		2,6-diamino-4-(3'-amino-4'-sulfenilamino)-pirimidina	1-(2',5'-disulfofenil)-3-metil-5-pirazolona	"
173		2,6-diamino-4-(3''-amino-4''-sulfenilamino-carbonil-(3'-fenilamino)-pirimidina	1-(2'-cloro-5'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona	"
174		"	1-(3'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona	"



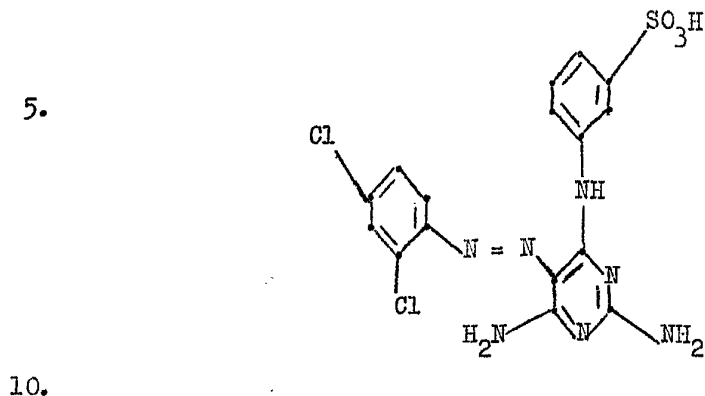
Nº	Componente diazoico	1º componente de copulación	2º componente de copulación	Tono de color
175		<p>2,6-diamino-4-(3"-amino-4"-sulfofenilamino-carbonyl (3')-fenilamino)-pirimidina</p>	<p>ácido 1-(4'-sulfofenil)-5'-irazon-3-carboxílico</p>	<p>amarillo</p>
176		<p>2,6-diamino-4-(3'-amino-4'-sulfofenilamino)-pirimidina</p>	<p>1-(4',8'-disulfonaftil-(2')-3-metil-5-pirazolona</p>	<p>"</p>
177		<p>"</p>	<p>1-(5',7'-disulfonaftil-(2')-3-metil-5-pirazolona</p>	<p>"</p>
178		<p>"</p>	<p>ácido 1-(4'-sulfofenil)-5-pirazolon-3-carboxílico</p>	<p>"</p>
179		<p>"</p>	<p>2-(3'-sulfofenilamino)-4-(3'-sulfofenilamino)-6-amino-pirimidina</p>	<p>"</p>



Nº	Componente diazoico	1º componente de copulación	2º componente de copulación	Tono de color
180		2,6-diamino-4-(3'-amino-4'-sulfofenilamino)-pirimidina	ácido 2-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico	anaranjado
181	ácido 1-aminobenzen-2,5-disulfónico	"	2-(4'-sulfofenilamino)-4-(3''-(2'',5'',6''-triclora-pirimidil)-4''-amino)-fenilamino/-6-metilamino-pirimidina	amarillo
182	ácido 2-aminonaftalin-1,5-disulfónico	"	"	"
183	ácido 1-aminobenzen-2-sulfónico	"	ácido 1-(4'-amino-6'-cloro-1'',3'',5''-triazinil-(2'')-amino/-8-hidroxi-naftalin-4,6-disulfónico	escarlata
184	ácido 1-aminobenzen-2,4-disulfónico	"	1-(2'-sulfo-5''-(2'',6''-dicloro-1'',3'',5''-triazinil-4''-amino)-fenil/-3-metil-5-pirazolona	amarillo



Nº	Componente diazoico	1º componente de copulación	2º componente de copulación	Tono de color
185		<p>2,6-diamino-4-(3'-amino-4'-sulfonilamino)-pirimidina</p>	<p>2-(4'-sulfofenilamino)-4-/6'-sulfonil-3'-(2'',6''-dicloropirimidil-4''-amino)-fenilamino/6-aminopirimidina</p>	<p>amarillo</p>
186		<p>"</p>	<p>ácido 1-/4'-(cloro-escar-6'-(3''-sulfofenilamino)-1',3',5'-triazinil-2'-amino/8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico</p>	<p>amarillo</p>

EJEMPLO 187

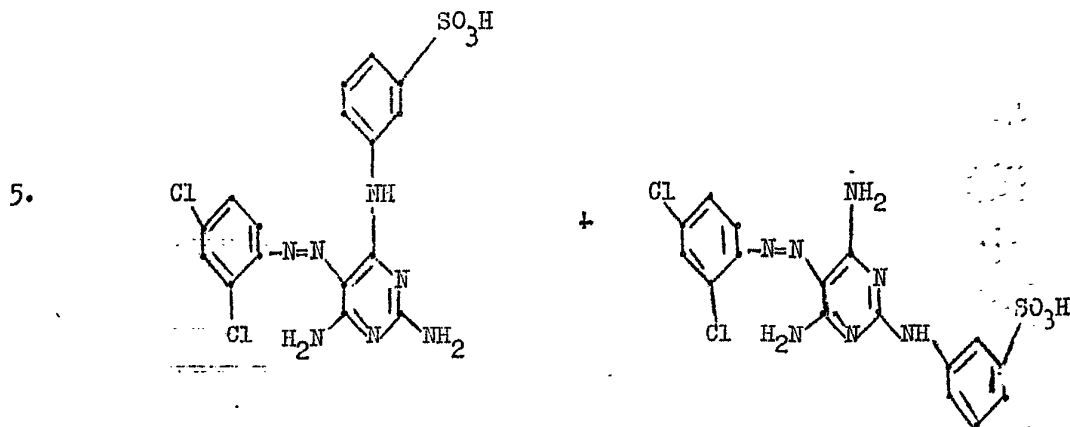
A una solución de 173 gramos de ácido 1-aminobencen-3-sulfónico en 1000 cc de agua y 100 cc de lejía de sosa 10-n se adiciona 180 gramos de 2-amino-4,6-dicloropirimidina (preparada según M.J. Langermann y C.K. Banks, J. American Chem. Soc. 73, 3012 (1951)), así como 500 cc de dioxano. La mezcla se agita a temperatura de ebullición y se mantiene neutra mediante adición a gotas de una solución de carbonato sódico acuosa. Tan pronto como ha reaccionado el ácido 1-aminobencen-3-sulfónico, la mezcla reacciona, se filtra y se concentra lo filtrado hasta sequedad. El residuo se disuelve en agua. Tras acidular esta solución con ácido clorhídrico precipita la 2-amino-4-(3'-sulfofenilamino)-6-cloropirimidina como betaina. Se filtra y purifica mediante solución en lejía de sosa diluida y caliente, precipita con ácido clorhídrico y se filtra de nuevo.



- El género del filtro húmedo así formado se agita a 140° durante 12 horas en un recipiente cerrado junto con 300 cc de solución amoniacal acuosa al 25%. Se acidula la mezcla reaccional tras el enfriado con ácido clorhídrico.
5. Con ello precipita la 2,6-diamino-4-(3'-sulfofenilamino)-pirimidina en forma de su betaina. Se filtra y purifica mediante solución en lejía de sosa diluida y caliente, precipitación con ácido clorhídrico y de nuevo filtración. Por último el producto se lava a fondo con agua y se seca.
10. 31 gramos de la 2,6-diamino-4-(3'-sulfofenilamino)-pirimidina preparada de esta forma se suspenden en forma débilmente alcalina bajo adición de lejía de sosa. A esta solución se adiciona 10 gramos de carbonato sódico, se enfria, y se mezcla con una solución de cloruro diazoico en
15. 16,2 gramos de 1-amino-2,4-diclorobenceno, enfriada con hielo y neutralizada con bicarbonato sódico. Con ello se origina el colorante de la fórmula precedente en forma de su sal sódica. La suspensión de colorante amarilla se calienta a
20. 80°, se trata con 20% de su volumen de cloruro sódico, se aísla el colorante precipitado mediante filtración, se le lava con solución de cloruro sódico diluida y se le seca. Se presenta como un polvo pardo amarillo, que tinte algodón y textiles de poliamidas sintóticas en tonos homogéneos y
25. amarillos.



EJEMPLO 188



10.

(a) 173 gramos de ácido 1-aminobencen-3-sulfónico se disuelven en 1000 cc de agua y 100 cc de lejía de sosa 10 n. En esta solución se adiciona a gotas a 50°, 184 gramos de 2,4,6-tricloropirimidina y simultáneamente otra lejía de sosa 10 n y de tal forma que se mantenga el valor de pH de la mezcla a 5-6. Se agita a 50° y pH 5-6, hasta que finaliza la reacción y luego se adiciona a la mezcla reaccional 240 gramos de cloruro sódico. Con ello precipita una mezcla de 2,6-dicloro-4-(3'-sulfofenilamino)-pirimidina y 2-(3'-sulfofenilamino)-4,6-dicloropirimidina. Se filtra y se lava con solución al 20% de cloruro sódico.

20.

25.

El género del filtro húmedo se calienta a 140° en un recipiente cerrado junto con 600 cc de solución amoniacal acuosa al 25% y la mezcla se agita varias horas a esta temperatura. Luego se enfría a 80° y se adiciona a gotas



- ácido clorhídrico hasta reacción ácido congo. Con ello precipita el producto reaccional. Representa una mezcla de 2,6-diamino-4-(3'-sulfofenilamino)-pirimidina y 2-(3'-sulfofenilamino)-4,6-diaminopirimidina. Se filtra el producto cristalino, se lava bien con agua y se seca.
- 5.
- Se disuelve 0,11 gramos-mol de esta mezcla en 900 cc de agua y 16 cc de lejía de sosa, se espesa en la solución todavía 10 gramos de carbonato sódico y se enfría. Luego se mezcla con solución de sal diazoica neutra enfriada con hielo, de 16,2 gramos de 1-amino-2,4-diclorobenceno. Con ello se origina una mezcla de los colorantes monoazoicos de la fórmula precedente en forma de sus sales sódicas. Tras finalizar la copulación precipita los colorantes mediante adición de cloruro sódico en la mezcla reaccional, se filtra, el producto se lava en el nuche con solución diluida de cloruro sódico y se seca. Representa un polvo pardo amarillento que sobre hilos y tejidos de lana y/o fibras de poliamida sintética, en especial sobre tejidos de poliamida, que propenden a la tinción en rayas, produce tinciones exentas de rayas iguales y amarillas, en baño débilmente ácido fórmico o acético, sin utilización conjunta de otros agentes auxiliares.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- Si se utiliza en lugar de 16,2 gramos de 1-amino-2,4-diclorobenceno, la dosis equivalente de uno de los componentes diazoicos siguientes y se procede por lo demás como se indica en el Ejemplo, se obtiene colorantes, que tienen



especialmente lana y fibras de poliamida sintética en tonos amarillos homogéneos.

- 5. (b) 1-amino-2-cloro-benceno,
- (c) 1-amino-3-cloro-benceno,
- (d) 1-amino-4-cloro-benceno,
- (e) 1-amino-4-bromo-benceno,
- (f) 1-amino-2,3-dicloro-benceno,
- (g) 1-amino-2,4-dibromo-benceno,
- 10. (h) 1-amino-2,5-dicloro-benceno,
- (i) 1-amino-2,6-diclorobenceno,
- (j) 1-amino-3,4-diclorobenceno,
- (k) 1-amino-2,5-dibromobenceno,
- (l) 1-amino-2-cloro-6-metilbenceno,
- 15. (m) 1-amino-2-metilsulfonilbenceno,
- (n) 1-amino-3-metilsulfonilbenceno,
- (o) 1-amino-4-metilsulfonilbenceno,
- (p) 1-amino-4-etilsulfonilbenceno,
- (q) 1-amino-4-butilsulfonilbenceno,
- 20. (r) 1-amino-3-metilsulfonil-6-metilbenceno,
- (s) 1-amino-2-carboxibenceno,
- (t) 1-amino-3-trifluormetilbenceno,
- (u) 1-amino-3-metilsulfonil-6-clorobenceno,
- (v) 1-amino-2-cianobenceno,
- 25. (w) 1-amino-4-cianobenceno,
- (x) 1-amino-3-formilbenceno,



- (y) 1-amino-2-metoxicarbonilbenceno,
- (z) 1-amino-4-isopropoxycarbonilbenceno,
- (aa) 1-amino-3-carbamoilbenceno,
- (bb) 1-amino-4-carbamoilbenceno,
- 5. (cc) 1-amino-2-(N,N-dimetilcarbamoil)-benceno,
- (dd) 1-amino-4-(N,N-dietilcarbamoil)-benceno,
- (ee) 1-amino-4-(beta-hidroxietyl)-benceno,
- (ff) 1-amino-4-carboximetilbenceno,
- (gg) 1-amino-4-(beta-acetoxi-etyl)-benceno,
- 10. (hh) 1-amino-4-(beta-etoxietyl)-benceno,
- (ii) 1-amino-4-(etoxicarbonil-metil)-benceno,
- (jj) 1-amino-4-cianometilbenceno,
- (kk) 1-amino-2-metoxibenceno,
- (ll) 1-amino-2-otiltio-5-sulfamoilbenceno,
- 15. (mm) 1-amino-4-acotilbenceno,
- (nn) 1-amino-2-dimetilamino-5-sulfamoilbenceno,
- (oo) 1-amino-3-acotilaminobenceno,
- (pp) 1-amino-4-(N-etyl-N-acetilamino)-benceno,
- (qq) 1-amino-4-sulfamoilbenceno,
- 20. (rr) 1-amino-4-(N-etyl-N-metoxicarbonilamino)-benceno,
- (ss) 1-amino-4-(N-etyl-N-metilsulfonilamino)-benceno,
- (tt) 1-amino-3-sulfamoilbenceno,
- (uu) 1-amino-2-(N,N-dimetilsulfamoil)-benceno,
- (vv) 1-amino-2-(N,N-dietilsulfamoil)-benceno,
- 25. (ww) 1-amino-3-(N-metil-N-butilsulfamoil)-benceno,
- (xx) 1-amino-3-(N,N-dipropilsulfamoil)-benceno,



- (yy) 1-amino-3- \overline{N} -etil-N-(beta-hidroxietil)-sulfamoil-7-benceno
- (zz) 1-amino-2-cloro-5-sulfamoil-benceno,
- (ab) 1-amino-2-metil-5-(N,N-dimetilsulfamoil)-benceno
5. (ac) 1-amino-2-metil-5-(N-isopropilsulfamoil)-benceno.

Si se utiliza en lugar de 16,2 gramos de 1-amino-2,4-diclorobenceno, la dosis equivalente de uno de los componentes diazoicos indicados en la siguiente Tabla XIII, como componentes de copulaci3n una mezcla de compuestos pirimidinicos is3meros preparados segun el procedimiento descrito en el ejemplo precedente bajo utilizaci3n de dosis equivalentes de cada uno de los componentes de reacci3n citados en las columnas tercera y cuarta de la Tabla XIII y se trabaja por lo dem3s como se indica en el Ejemplo anterior, se obtiene colorantes especialmente valiosos, que tiñen lana en los tonos de color indicados en la última columna de la Tabla.

10.

15.



TABLA XIII

Ejemplo No	Componente diazoico	Componente de copulación obtenido a partir de 2,4,6-tricloropirimidina y los componentes reaccionales siguientes		Tono de color sobre lana
		1º componente reaccional	2º componente reaccional	
189	1-aminonaftalina	ácido 1-aminobencen-4-sulfónico	etilamina	anaranjado-amari-llento
190	1-amino-4-cloro-naftalina	"	"	"
191	1-amino-4-bromo-naftalina	"	"	"
192	2-amino-6-sulfamoil-naftalina	ácido 1-aminobencen-2-sulfónico	amoníaco	amarillo
193	2-amino-6-(N-etil-sulfamoil)-naftalina	"	"	"
194	1-amino-6-(N-etil-N-beta-hidroxi-etil)-sulfamoil-naftalina	"	"	"
195	2-amino-4-(N-butil-sulfamoil)-naftalina	"	"	"
196	1-amino-3,6-bis-(N,N-dimetil-sulfamoil)-naftalina	"	"	"
197	3-aminopirimidina	ácido 1-aminobencen-3-sulfónico	"	"



Ejemplo Nº	Componente diazoico	Componente de copulación obtenido a partir de 2,4,6-tricloropirimidina y los componentes reaccionales siguientes		Tono de color sobre lana
		1º componente reaccional	2º componente reaccional	
198	4-aminobenzotriazol	ácido 1-aminobencen-3-sulfónico	amoniacó	anaranjado amarillento
199	8-aminoquinolina	"	"	"
200	2-aminobenzotiazol	"	"	"
201	2-amino-6-metoxibenzotiazol	"	"	"
202	1-amino-2,4-diclorobenceno	"	etilamina	"
203	"	"	isobutilamina	"
204	"	ácido 1-amino-2-metilbencen-5-sulfónico	metilamina	"
205	"	ácido 1-amino-4-(isopropil)-bencen-6-sulfónico	"	"
206	ácido 1-amino-2-clorobencen-5-sulfónico	1-aminobenceno	etilamina	"
207	ácido 1-amino-2-metilbencen-5-sulfónico	1-amino-2-metilbenceno	amoniacó	amarillo
208	ácido 1-amino-2,5-diclorobencen-4-sulfónico	1-amino-2,5-dimetilbenceno	"	"



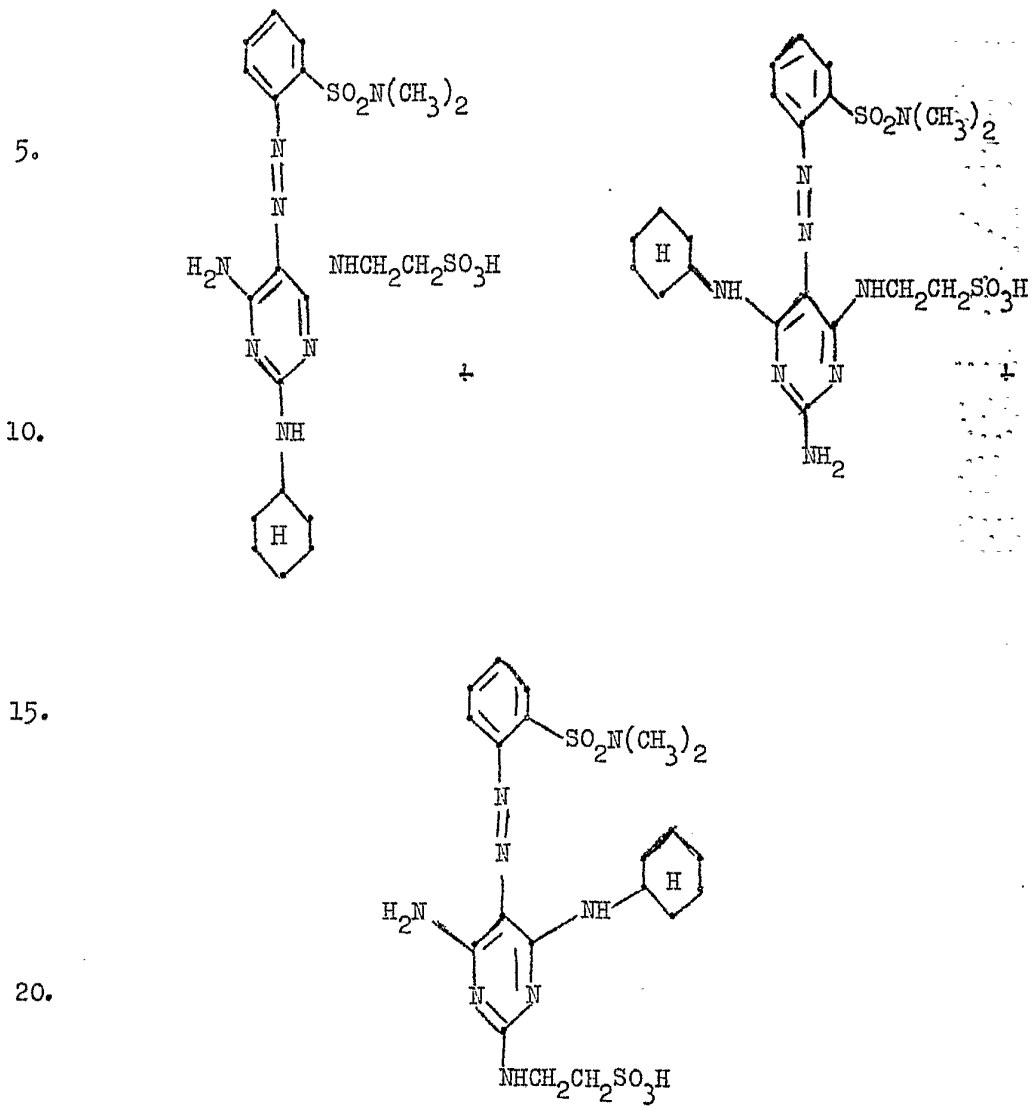
Ejemplo Nº	Componente diazoico	Componente de copulación obtenido a partir de 2,4,6-tricloropirimidina y los componentes reaccionales siguientes		Tono de color sobre lana
		1º componente reaccional	2º componente reaccional	
209	ácido 1-amino-2-clorobenzen-4-sulfónico	1-amino-4-etilbenceno	etilamina	anaranjado amarillento
210	ácido 4-amino-benzotriazol-6-sulfónico	anilina	"	"
211	ácido 1-aminonaftalin-4-sulfónico	"	"	"
212	ácido 2-aminonaftalin-6-sulfónico	"	"	"
213	ácido 2-aminonaftalin-3,6-disulfónico	"	butilamina	"
214	"	"	octilamina	"
215	1-amino-2,5-diclorobenceno	ácido 1-aminobencen-3-sulfónico	beta-metoxietilamina	"
216	"	"	etilenimida	"
217	"	"	pirrolidina	"
218	"	"	piperidina	"
219	"	"	hexametilenimina	"
220	"	"	morfolina	"
221	ácido 2-amino-4,4'-dicloro-difeniléter-2'-sulfónico	1-amino-4-cloronaftalina	"	"



Ejempl plo No	Componente diazotico	Componente de copulación obtenido a partir de 2,4,6-tricloropirimidina y los componentes reaccionales siguientes		Tono de color sobre lana
		1º componente reaccional	2º componente reaccional	
222	sulfuro 4-amino-4'-metil difenílico	ácido 1-amino-2-bromo benzen-5-sulfónico	etilamina	anaranja do amari lento
223	2-aminobenzofonona	ácido 1-amino-2-bromo benzen-5-sulfónico	"	"
224	4-amino-4'-metilbenzofe nona	ácido 3-amino-difeníl sulfón-3'-sulfónico	"	"
225	1-amino-4-fenoxicarbonil- benzeno	ácido 3-amino-difeníl sulfon-3'-sulfónico	propilamina	"
226	2-amino-4'-metildifeníl sulfona	ácido 3-amino-4-cloro difénilsulfon-3'-sul fónico	amoníaco	amarillo
227	3-amino-4-clorodifeníl sulfona	"	"	"
228	3-amino-4-bromodifeníl sulfona	ácido 4-aminobenzotria zol-6-sulfónico	"	"
229	1-amino-2-fenoxisulfonil- benzeno	ácido 1,3-diaminoben zen-4-sulfónico	"	"
230	1-amino-3-(3',5'-dimetil fenoxisulfonil)-benzeno	"	ácido aminoacé tico	anaranja do amari lento
231	1-amino-4-(2',4'-dicloro fenoxisulfonil)-benzeno	"	ácido alfa- aminopropiónico	"



EJEMPLO 232



Se disuelve 125 gramos de ácido beta-aminoetansulfónico en 1000 cc de agua y 100 cc de lejía de sosa 10 n, se adiciona a gotas a temperatura ambiente 184 gramos de 2,4,6-tricloropirimidina y la mezcla se mantione simultáneamente



Se disuelve 0,11 gramo-mol de este producto en 1000 cc de agua bajo adición de lejía de sosa hasta que la reacción es fenolftaleína-alcalina, se adiciona a la solución 10 gramos de carbonato sódico y se enfría. Luego se mezcla cautelosamente con solución diazoica enfriado con hielo, que se ha elaborado a partir de 20 gramos de 1-amino-2-(N,N-dimetilsulfamoil)-benceno y 6,9 gramos de nitrito sódico mediante diazoación directa en ácido clorhídrico diluido y a continuación neutralización con bicarbonato sódico. Mediante copulación se forma una mezcla de partes aproximadamente iguales de los tres colorantes isómeros de las fórmulas precedentes en forma de sus sales sódicas. Tras finalizar la formación de colorante precipita el producto mediante adición de cloruro sódico, se filtra; se lava el género del filtro con solución de cloruro sódico diluida y se seca. La mezcla de colorante obtenida tiñe textiles de lana y/o fibras de poliamida sintética en tonos amarillos homogéneos de buena solidez a la luz.

Si se utiliza en el Ejemplo anterior en igual forma de trabajo, dosis equivalentes de los compuestos indicados en cada una de las columnas segunda, tercera, cuarta y quinta de la siguiente Tabla XIV, es decir los componentes diazoicos según la columna 2ª en lugar de 1-amino-2-(N,N-dimetilsulfamoil)-benceno, el primer componente de reacción en lugar de ácido beta-aminooctan-sulfónico, el segundo com-



ponente de reacción en lugar de ciclohexilamina y el tercer componente de reacción en lugar de amoníaco, se obtiene colorantes especialmente valiosos, que tiñen lana y fibra de poliamida sintética en tonos de color desde amarillos hasta anaranjado amarillentos, sólidos a la humedad y a la luz.



TABLA XIV

Ejemplo Nº	Componente diazoico	Componente de copulación obtenido a partir de 2,4,6-tricloropirimidina y los componentes reaccionales siguientes		
		1º componente reaccional	2º componente reaccional	3º componente reaccional
233	ácido 1-amino-3-benzoil-aminobencen-6-sulfónico	1-amino-4-sulfamoil-naftalina	ácido 1-amino-2-metil-bencen-5-sulfónico	etilamina
234	ácido 1-amino-3-(4'-clorobenzoilamino)-bencen-6-sulfónico	1-amino-4-bromonaftalina	"	"
235	ácido 1-amino-3-(4'-metilbenzoil-amino)-bencen-6-sulfónico	1-amino-3,6-bis-(N-butilsulfamoil)-naftalina	ácido 1-aminobencen-3-sulfónico	metilamina
236	ácido 1-amino-3-(3'-bromobenzoil-amino)-bencen-6-sulfónico	2-amino-6-N-etil-N-(beta-hidroxi-til)-sulfamoil-naftalina	"	"
237	ácido 4-amino-2'-nitrodifenilamina-4'-sulfónico	1-amino-3-nitrobenceno	"	isopropilamina
238	ácido 1-amino-3-(fenilsulfonilamino)-bencen-6-sulfónico	sulfuro 4-amino-4'-metildifenilico	"	"
239	ácido 1-amino-3-(4'-metilfenilsulfonilamino)-bencen-6-sulfónico	1-amino-4-metilmercaptobenceno	ácido aminoacético	butilamina
240	ácido 1-amino-3-(4'-clorofenilsulfonilamino)-bencen-6-sulfónico	3-aminopiridina	"	"



Ejemplo N°	Componente diazoico	Componente de copulación obtenido a partir de 2,4,6-tricloropirimidina y los componentes reaccionales siguientes		
		1º componente reaccional	2º componente reaccional	3º componente reaccional
241	ácido 1-amino-3-(4'-bromofenilsulfonamino)-bencen-6-sulfónico	8-aminoquinolina	ácido beta-amino etansulfónico	butilamina secundaria
242	1-amino-3-cloro-4-(N-bencilcarbamoil)-benceno	1-amino-4-metilsulfonilbenceno	"	ciclohexilamina
243	1-amino-3-(4'-clorofenil)-carbamoil/4-clorobenceno	ácido 2-amino-difenil-sulfon-3'-sulfónico	ácido omega-amino-hexánico	etilamina
244	1-amino-2-(2'-metilfenil)-N-etilcarbamoil/5-clorobenceno	ácido 2-amino-1-cloro-difenilsulfon-3'-sulfónico	bencilamina	"
245	1-amino-2-(N-etil-N-fenilcarbamoil)-benceno	4-amino-acetofenona	ácido gamma-aminopropansulfónico	"
246	1-amino-3-(N,N-diciclohexilcarbamoil)-benceno	ácido 3-amino-4-clorobenzofenon-2'-carboxílico	ácido 1-aminobencen-3-sulfónico	amoniacco
247	1-amino-4-(4'-bromofenil)-carbamoil/-benceno	4-aminobenzofenona	ácido 1-aminobencen-3-sulfónico	"
248	1-amino-2-(N-etil-N-fenilsulfamoil)-benceno	ácido 2-amino-4,4'-diclorodifeniléter-2'-sulfónico	ácido 1-aminobencen-3-fosfónico	etilamina
249	1-amino-3-(4'-metilfenilsulfonil)-sulfamoil/-benceno	ácido 1-aminobencen-3-fosfónico	ácido 4-amino-2'-metil-difeniléter-2-sulfónico	"



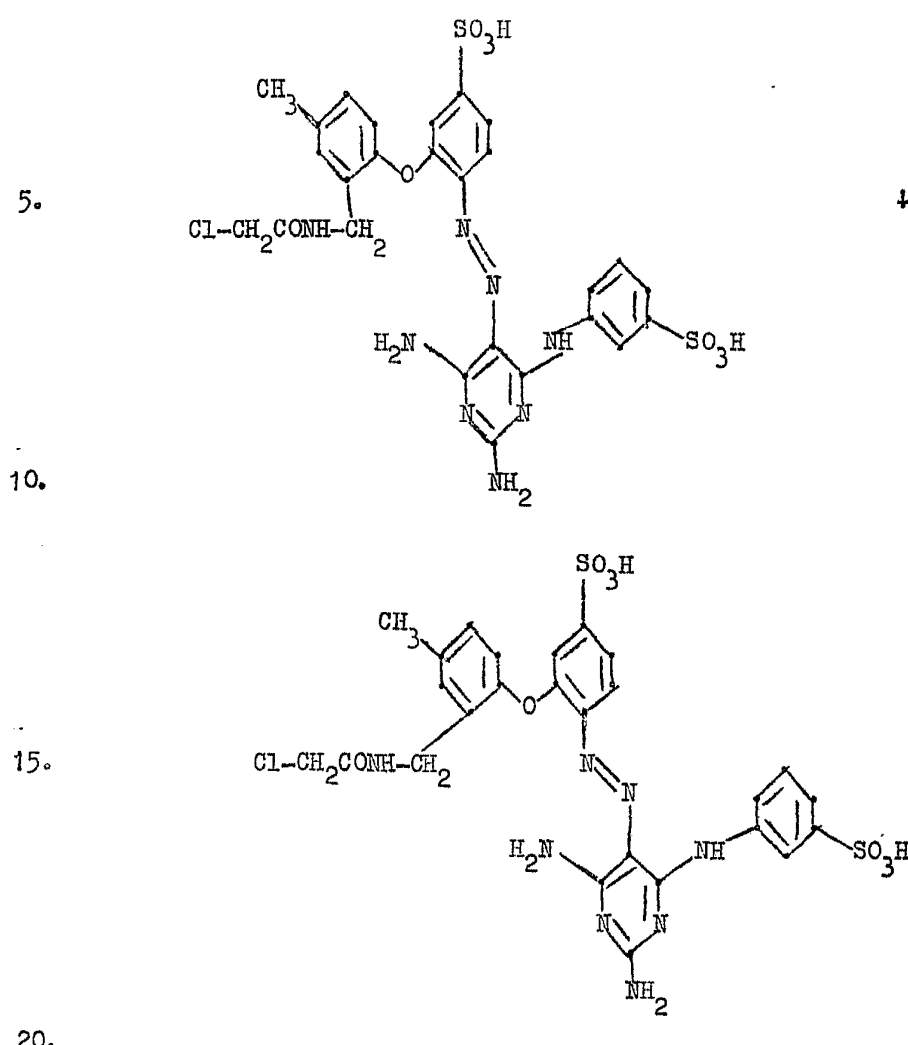
Ejem- plo Nº	Componente diazóico	Componente de copulación obtenido a partir de 2,4,6-tricloropirimidina y los componentes reac- cionales siguientes		
		1º componente reaccional	2º componente reaccional	3º componente reaccional
250	1-amino-4-(N-ciclohexil sulfamoil)-benceno	éster 4-amino-dife nilico	ácido 4-amino- 2'-metil-dife niléter-2-sul fónico	etilamina
251	1-amino-2-metil-5-(N- benzoilsulfamoil)- benceno	ácido 2-amino-2'- metil-difeniléter -4-sulfónico	ácido 1-aminoben cen-4-fosfónico	metilamina
252	1-amino-2-metil-4- \sqrt{N} - (4'-metilbenzoil)-N- etilsulfamoil/-benceno	"	ácido 1-aminoben cen-3-sulfónico	"
253	1-amino-4-metil-6- \sqrt{N} - metil-N-(3',4'-dime tilfenil)-sulfamoil/- benceno	1-amino-3- \sqrt{N} -etil- N-(4'-sulfofenil)- carbamoil/-benceno	"	etilamina
254	1-amino-2-bromo-5-(N- bencinsulfamoil)-ben ceno	1-amino-4- \sqrt{N} -(2'- metil-5'-sulfofe nil)-carbamoil/- benceno	"	"
255	1-amino-2-cloro-5- \sqrt{N} - (4'-clorofenilsulfonil)- sulfamoil/-benceno	1-amino-3-(N-ciclo hexilcarbamoil)- benceno	"	"
256	1-amino-3-cloro-6- \sqrt{N} - etil-N-(4'-sulfofenil)- sulfamoil/-benceno	1-amino-3-(N-bencil carbamoil)-benceno	"	"
257	1-amino-3-cloro-5- \sqrt{N} - (4'-bromofenil)-sulfa moil/-benceno	1-amino-3- \sqrt{N} -etil- N-(beta-hidroxi etil)-carbamoil/- benceno	"	"



Ejemplo N°	Componente diazoico	Componente de copulación obtenido a partir de 2,4,6-tricloropirimidina y los componentes reaccionales siguientes		
		1º componente reaccional	2º componente reaccional	3º componente reaccional
258	ácido 2-amino-difenil sulfon-3'-sulfónico	1-amino-2-(N- <u>etil</u> -N-(beta-hidroxi <u>etil</u>)-sulfamoil)-benceno	ciclohexilamina	metilamina
259	"	1-amino-3-(N-bencil sulfamoil)-benceno	"	"
260	"	1-amino-4-(N,N-di ciclohexil-sulfamoil)-benceno	"	"
261	"	1-amino-2-metil-5-(N-fenil-sulfamoil)-benceno	"	"
262	"	1-amino-2-metil-4-(N- <u>etil</u> -N-(4'-sulfofenil)-sulfamoil)-benceno	bencilamina	ciclohexilamina
263	"	1-amino-2-cloro-5-(N-4'-metilfenilsulfonil)-sulfamoil)-benceno	"	"



EJEMPLO 264



25.

31 gramos de 2,6-diamino-4-(3'-sulfofenilamino)-
pirimidina se copulan en correspondencia de las indicaciones
del Ejemplo 187 con una suspensión diazoica preparada me-
diante diazoación indirecta de 28,3 gramos de ácido 2-amino-
4'-metildifeniléter-5-sulfónico. El colorante moncazoico
formado se aísla y se seca.

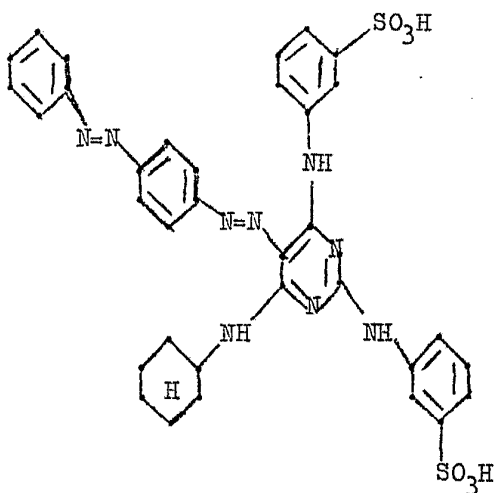


- Luego se esparce a 0-5° este colorante junto con 12,3 gramos de N-(hidroximetil)-amida de ácido cloroacético en 1000 cc de ácido sulfúrico al 90% y la totalidad se agita durante varias horas a temperatura ambiente. Luego
5. la reacción reaccional se vierte sobre hielo, se filtra el colorante precipitado, se le suspende de nuevo en agua, la suspensión se neutraliza y se filtra. Por último el género del filtro se lava con solución de cloruro sódico diluida y se seca en vacío. Entonces representa un polvo
10. pardo amarillento, que consta de una mezcla de los dos compuestos de las fórmulas precedentes. El producto se disuelve en agua con color amarillo y produce sobre lana, seda y material textil de poliamida sintética, tinciones amarillas de muy buena solidez a la humedad.
15. Se obtienen colorantes especialmente valiosos en igual forma de trabajo, cuando se utiliza en lugar de 12,3 gramos de N-(hidroximetil)-amida de ácido cloroacético, la dosis equivalente de la N-(hidroximetil)-amida de uno de los ácidos carboxílicos siguientes:
20. ácido n-butírico, ácido acrílico, ácido beta-cloro-propiónico, ácido beta-bromopropiónico, ácido alfa-cloro-acrílico, ácido beta-cloro-acrílico, ácido alfa-bromo-acrílico, ácido beta-bromo-acrílico, ácido alfa,beta-dicloro-propiónico, ácido alfa,beta-dibromo-propiónico, ácido
25. crotónico, ácido benzoico, y ácido 4-clorobenzoico.



EJEMPLO 265

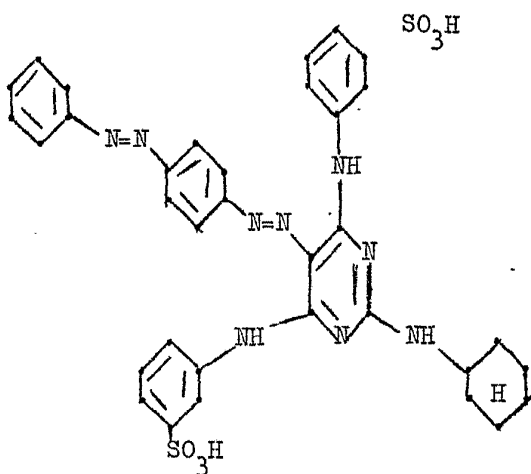
5.



+

10.

15.



20.

25.

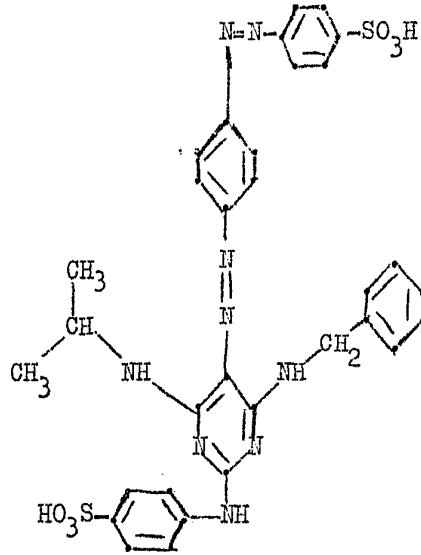
346 gramos de ácido 1-aminobencen-3-sulfónico se disponen en 1000 cc de agua; luego se adiciona lejía de sosa a la suspensión obtenida hasta que la reacción permanece neutra. Se obtiene una solución clara, que se calienta a 90°. Se adiciona a gotas a 90-100°, bajo buena



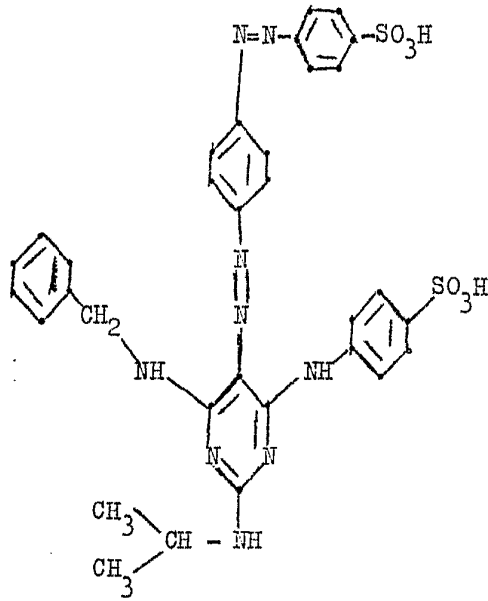
- agitación, 184 gramos de 2,4,6-tricloropirimidina; se adiciona simultáneamente lejía de sosa hasta que el ácido mineral liberado por la reacción se neutraliza. Tras finalizar la reacción se adiciona 220 gramos de ciclohexilamina,
5. la totalidad se calienta durante algunas horas en un recipiente cerrado a 130°, se enfría, se adicionan 120 gramos de carbonato sódico y la ciclohexilamina en exceso se elimina mediante destilación de vapor de agua. Al residuo obtenido se adiciona a gotas ácido clorhídrico hasta que tiñe
10. de azul el papel congo. A continuación precipita mediante adición de cloruro sódico, una mezcla de 2,4-bis-(3'-sulfonilamino)-6-ciclohexilamino-pirimidina y 2-ciclohexilamino-4,6-bis-(3'-sulfonilamino)-pirimidina. La mezcla se filtra, se lava con solución de cloruro sódico y se seca.
15. 19,7 gramos de 4-aminobenceno se diazoan directamente en forma usual, después de lo cual la solución de sal diazoica obtenida se adiciona a 0-10° a una solución de 0,11 gramo-mol de la mezcla arriba citada de compuestos
20. bis-(3'-sulfonilamino)-ciclohexilamino-pirimidínicos en 500 cc de agua y 12 cc de lejía de sosa 10 n. La mezcla reaccional se mantiene alcalina mediante adición de lejía de sosa, después de lo cual la sal bisódica del colorante diazoico de la fórmula anterior se disuelve con color rojo. El producto de copulación formado precipita luego mediante
25. adición de cloruro sódico y se filtra. El residuo del fil-



5.



10.



15.

20.



- 173 gramos de ácido 1-aminobencen-4-sulfónico se hacen reaccionar en 1000 cc de agua a 50-60° y un pH de 5-6 con 184 gramos de 2,4,6-tricloropirimidina. Luego se adicionan 107 gramos de bencilamina, con lo cual se substituye a 90-100° y pH 9-10 otro átomo de cloro de la tricloropirimidina por el radical bencilamino. A continuación se adiciona 177 gramos de isopropilamina, la mezcla se agita varias horas en un recipiente cerrado a 130-140° y se acidula tras el enfriado con ácido clorhídrico. Con ello precipita una mezcla de los componentes de copulación-pirimidina indicados en la parte inferior de las fórmulas precedentes. Esta mezcla se filtra, se lava con agua y se seca.
- 5.
- 10.

- Se disuelve 0,11 gramo-mol de esta mezcla en una mezcla de agua y éter monometílico de etilenglicol bajo adición de lejía de sosa hasta reacción débilmente alcalina. Tras el enfriado se adiciona a esta solución 10 gramos de carbonato sódico, así como una suspensión diazoica neutra enfriada con hielo, de 27,7 gramos de ácido 4-amino-azobencen-4'-sulfónico, que se ha elaborado mediante diazoación indirecta.
- 15.
- 20.

- Mediante la reacción de copulación se origina una mezcla de la sal sódica del tercer colorante diazoico isómero de las fórmulas precedentes. Se agita la suspensión
- 25.



- roja hasta que finaliza la formación de colorante, el producto se filtra, se lava con solución diluida de cloruro sódico y se seca. Representa un polvo oscuro, que se disuelve en agua con color rojo escarlata y tiñe
5. lana, seda y/o material fibroso de poliamida sintética, en baño desde neutro hasta débilmente ácido, en tonos rojo puros, de buena solidez a la humedad.

- Si se utiliza en el Ejemplo anterior, en por lo demás igual forma de trabajo, dosis equivalentes de cada uno de los compuestos indicados en las columnas segunda, tercera, cuarta y quinta de la tabla XV subsiguiente, es decir los componentes de copulación en lugar de ácido 4-aminoazobencen-4'-sulfónico, el primer componente reaccional en lugar de ácido 1-aminobencen-4-sulfónico, el
10. segundo componente reaccional en lugar de ciclohexilamina y el tercer componente reaccional en lugar de isopropilamina, se obtiene colorantes especialmente valiosos, que
15. tiñen lana y material fibroso de poliamida sintética en los tonos de color indicados en la columna última de la
20. Tabla. Estas tinciones son de buena solidez a la humedad.



TABLA XV

Ejemplo N°	Componente diazoico	Componente de copulación obtenido a partir de 2, 4, 6-tricloropirimidina y los componentes reaccionales siguientes			Tono de color sobre lana
		1º componente reaccional	2º componente reaccional	3º componente reaccional	
267	ácido 4-aminoazobencen-4'-sulfónico	ácido 1-amino-bencen-2-sulfónico	ciclohexilamina	amoníaco	rojo anaranjado
268	4-amino-2, 6-dimetil-4'-bromozobenceno	ácido 1-amino-bencen-4-sulfónico	ácido beta-aminoetansulfónico	propilamina	"
269	ácido 2-amino-4, 5-dimetil-2'-nitroazobencen-4'-sulfónico	ácido 4-amino-benzotriazol-6-sulfónico	piperidina	etilamina	rojo
270	ácido 1-(3'-amino-fenilazo)-2-hidroxinaftalin-6-sulfónico	ácido 2-amino-difenilsulfuro-4-sulfónico	ácido aminoacético	isopropilamina	anaranjado
271	3-amino-2'-hidroxil-6-4', 5'-trimetilazobenceno	ácido 1-amino-2-cloronaftalin-4-sulfónico	ácido alfa-amino-beta-hidroxi-propiónico	metilamina	amarillo anaranjado
272	ácido 4-amino-2-acetilamino-2'-(N, N-dietilcarbamoil)-azobencen-5-sulfónico	2-amino-3, 6-bis-(N-etil-N-(beta-hidroxi-etil)-sulfamoil)-naftalina	ácido beta-aminoetansulfónico	hexilamina	violeta
273	ácido 4-amino-2-benzoilamino-4'-cianoazobencen-5-sulfónico	ácido 1-amino-2-clorobencen-5-sulfónico	1-amino-2-metoxibenceno	beta-hidroxi-etilamina	"



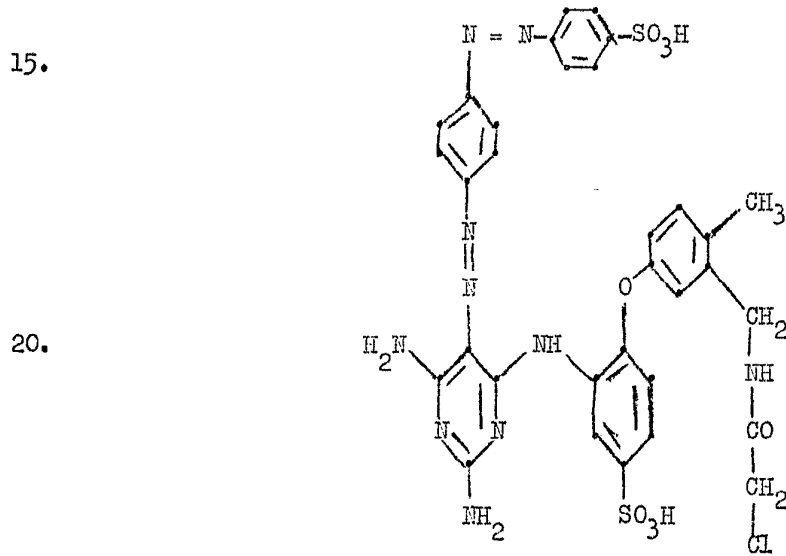
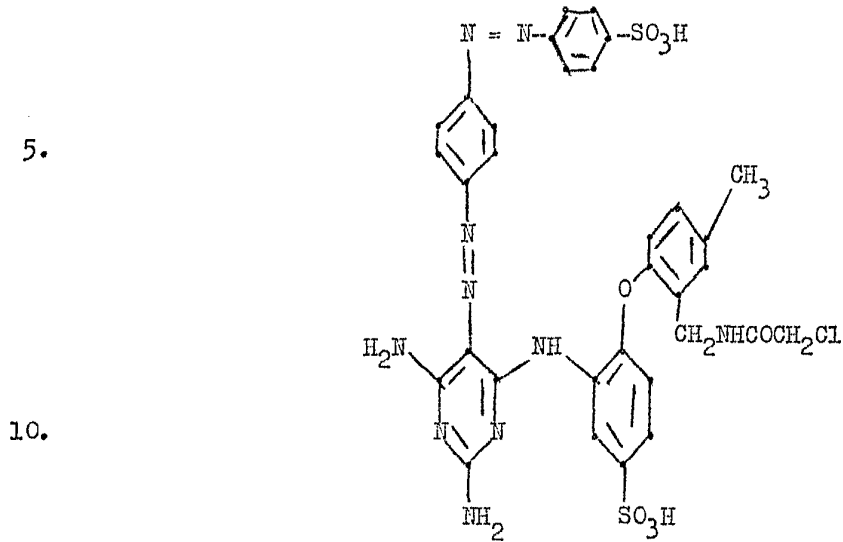
Ejemplo N°	Componente diazoico	Componente de copulación obtenido a partir de 2,4,6-tricloropirimidina y los componentes reaccionales siguientes			Tono de color sobre lana
		1º componente reaccional	2º componente reaccional	3º componente reaccional	
274	ácido 4-amino-2-(4'-metilbenzoilamino)-3'-trifluormetilazobencen-5-sulfónico	ácido 3-amino-4-cloro-difenil sulfon-3'-sulfónico	ácido omega-amino-hexánico	butilamina	violeta
275	ácido 4-amino-2-(3'', 4''-diclorobenzoilamino)-2'-nitrozobencen-5,4'-disulfónico	ácido 2-amino-5-N-etil-N-(beta-hidroxi)etil-sulfamoil/-benzoico	ciclohexilamina	beta-metoxietilamina	"
276	ácido 4-amino-2-metilsulfonilamino-4'-acetilazobencen-5-sulfónico	ácido 1-amino-2-metil-bencen-5-sulfónico	ácido 2-amino-5-(N-ciclohexilsulfamoil)-benzoico	etilamina	"
277	ácido 4-amino-2-fenilsulfonilamino-4'-metilsulfonilazobencen-5-sulfónico	1-amino-3-(N-3'-sulfofenil-sulfamoil)-benceno	ciclohexilamina	etilamina	"
278	ácido 4-amino-2-(4'-metilfenil-sulfonilamino)-3'-(N-propil-carbamoil)-azobencen-5-sulfónico	1-amino-2-N-etil-N-(4'-sulfofenil)-sulfamoil/-benceno	"	"	"
279	4-amino-2-metil-2'-(N,N-dimetilsulfamoil)-azobenceno	1-amino-3-N-etil-N-(4'-sulfofenil)-carbamoil/-benceno	ácido beta-aminoetansulfónico	metilamina	rojo anaranjado



Ejem- plo Nº	Componente diazóico	Componente de copulación obtenido a partir de 2,4,6-tricloropirimidina y los componen tes reaccionales siguientes			Tono de color sobre lana
		1º componente reaccional	2º componente reaccional	3º componente reaccional	
280	4-amino-2-metil-4'- /N-etil-N-(beta-hi droxi- <u>etil</u>)-sulfamoil/ -azobenceno	1-amino-4-/ <u>N</u> - (2'-sulfofenil) -carbamoil/ -benceno	ácido beta- aminoetansul fónico	ciclohexilami na	rojo ana ranjado
281	4-amino-2-metil-3'- (N-butyl-sulfamoil)- azobenceno	ácido l-amino bencen-3-sulfó nico	"	"	"
282	1-amino-4-(2'-metoxi fenilazo)-naftalina	"	"	"	pardo violeta
283	4-amino-3,2'-dimetila zobenceno	"	"	"	escarla ta
284	4-amino-2,5-dimetoxi- 4'-nitro-azobenceno	"	"	"	"



EJEMPLO 285



25. Se prepara en la forma descrita en el ejemplo 187, a partir de 279 gramos de ácido 2-amino-4'-metil-difenil



éter-4-sulfónico, 180 gramos de 2-amino-4,6-dicloropirimi-
dina y 300 cc de solución acuosa al 25% de amoníaco, 2,6-
diamino-4-(2'-(4"-metilfenoxi)-5'-sulfofenilamino)-7-piri-
midina.

5. 0,11 gramo-mol de este compuesto se copula como se describe en el párrafo segundo del ejemplo 265, con el compuesto diazoico de 27,7 gramos de ácido 4-amino-azobencen-4'-sulfónico. El colorante diazoico seco se esparce luego a 0° junto con 12,3 gramos de N-(hidroxime-
10. til)-amida de ácido cloroacético en 1000 cc de ácido sulfúrico al 90% y la totalidad se agita durante varias horas a temperatura ambiente. Luego la solución reaccional se vierte sobre hielo, se filtra el colorante precipitado, se lo suspende de nuevo en agua, la suspensión se neutra-
15. liza y se filtra. Al final, el género del filtro se lava con solución diluida de cloruro sódico y se seca en vacío. Consta de una mezcla de los colorantes de las fórmulas precedentes en forma de sus sales sódicas y produce sobre
20. lana, seda o fibras de poliamida sintética tinciones rojo oscarlata con muy buena solidez a la humedad.

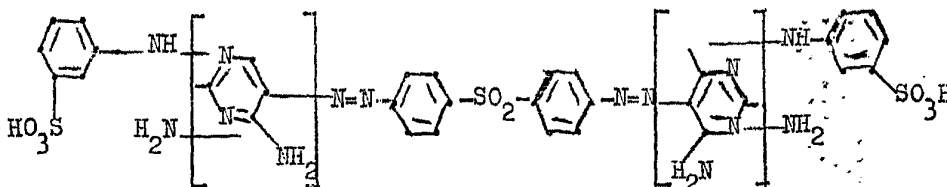
25. Se obtiene colorantes especialmente valiosos en por lo demás igual forma de trabajo, cuando se utiliza en lugar de 12,3 gramos de N-(hidroximetil)-amida de ácido cloroacético, la dosis equivalente de N-(hidroximetil)-amida de ácido acrílico, de ácido beta-cloropropiónico o



de ácido alfa,beta-dibromoacrílico.

EJEMPLO 286

5.



10. (a) 0,11 gramo-mol de la mezcla, preparada según el Ejemplo 188, a partir de 2,6-diamino-4-(3'-sulfofenilamino)-pirimidina y 2-(3'-sulfofenilamino)-4,6-diamino-pirimidina se disuelve débilmente alcalino en lejía de sosa diluida, y la solución obtenida se enfría a 0-5° tras adición de
15. 10 gramos de carbonato sódico. Luego se mezcla cuidadosamente con la solución tetrazoica enfriada con hielo, de 12,4 gramos de 4,4'-diaminodifenilsulfona, preparada mediante diazoción directa y a continuación neutralización con bicarbonato sódico, y la mezcla se agita hasta que fi-
20. naliza la copulación. Con ello se origina una suspensión de color anaranjado, de la sal sódica del colorante diazoico de la fórmula precedente. Se completa la precipitación del colorante mediante adición de cloruro sódico, se filtra, el género del filtro se lava con solución diluida de clo-
25. ruro sódico y se seca.



El producto seco representa un polvo pardo anaranjado, que, en baño de teñido desde neutro hasta débilmente ácido tiñe lana y/o fibras de poliamida, como por ejemplo productos de condensación de épsilon-caprolactama o de adipato de hexametildiamina, en tonos anaranjados amarillos iguales de solidez característica a la luz, al lavado, al agua, al agua de mar y al sudor.



- Se obtiene en igual forma de trabajo colorantes especialmente valiosos, cuando se utiliza en lugar de 12,4 gramos de 4,4'-diamino-difenilsulfona, la dosis equivalente de uno de los componentes tetraazoicos siguientes. Los colorantes correspondientes tiñen lana y fibras de poliamida en tonos de color sólidos, desde amarillos hasta anaranjado amarillentos.
- 10.
- 15.
- (b) 3,3'-diamino-difenilsulfona,
(c) 2,3'-diamino-difenilsulfona,
(d) 2,4'-diamino-difenilsulfona,
(e) 3,4'-diamino-difenilsulfona,
- 20.
- (f) 3,3'-diamino-4,4'-dicloro-difenilsulfona,
(g) 3,3'-diamino-4,4'-dimetil-difenilsulfona,
(h) ácido 3,3'-diamino-4-metil-difenilsulfon-4'-sulfónico,
(i) ácido 3,3'-diamino-difenilsulfon-4,4'-disulfónico,
(j) 4,4'-diamino-difeniletano,
- 25.
- (k) 4,4'-diamino-2,2'-dimetil-bisfenilo,



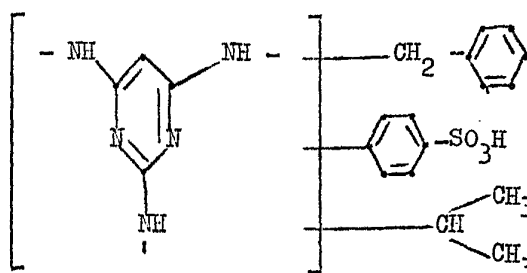
- (l) N,N'-di-(3'-aminofenilsulfonil)-butilen-(1,4)-diamina,
- (m) 3- \sqrt{N} -(3'-sulfo-4'-aminofenil)-sulfamoil $\sqrt{7}$ -l-aminobenceno,
- (n) 1-amino-2-(4'-aminofenoxi)-5-metilsulfonil-benceno,
- (o) 1-amino-2-(4'-aminofenoxi-5- \sqrt{N} ,N'-di-(beta-hidroxi \sqrt{etil})-sulfamoil $\sqrt{7}$ -benceno,
- 5. (p) 1-amino-2-(4'-aminofenoxi)-5-(N-metil-N-butyl-sulfamoil)-benceno,
- (q) 4,4'-diamino-dibenzoil,
- (r) 4,4'-diamino-dibenzoilmetano,
- 10. (s) 4,4'-diamino-dibenzoiletano,
- (t) 2,2-di $\sqrt{4'}$ -(2''-aminofenil-sulfoniloxi)-fenil $\sqrt{7}$ -propano,
- (u) 3,3'-diamino-4,4'-dimetoxi-difenilsulfona.

EJEMPLO 287

15.

Colorante, obtenido a partir de un equivalente en peso de H_2N --SO₂--NH₂ tetraazoadada mediante copulación con 2 equivalentes en peso de la mezcla de los tres isómeros que caen bajo la siguiente fórmula:

20.



25.



- 0,11 gramo-mol de la mezcla ternaria preparada según el Ejemplo 266, de los compuestos 2,2,6-triaminopirimidínicos isómeros que caen bajo la fórmula anterior se disuelven en una mezcla de agua y éter monometílico de etilenglicol bajo adición de lejía de sosa hasta reacción débilmente alcalina. A esta adición se adiciona 10 gramos de carbonato sódico, se enfría y se mezcla a 0-10° con la solución tetraazoica neutra de 12,4 gramos de 4,4'-diaminodifenilsulfona. La masa reaccional se agita hasta que finaliza la copulación, se le adiciona cloruro sódico hasta precipitación del producto de copulación, se filtra y el género del filtro se lava con solución diluida de cloruro sódico. Tras el secado se obtiene un polvo pardo. Contiene los colorantes diazoicos isómeros descritos mediante el esquema de fórmula precedente. Se disuelve en agua con color anaranjado amarillento y produce sobre lana y fibras de poliamida, en baño desde neutro hasta débilmente ácido, tinciones anaranjadas con muy buena solidez a la humedad.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- Si se utiliza en el Ejemplo anterior, en por lo demás igual forma de trabajo, dosis equivalentes de cada uno de los compuestos citados en las columnas segunda, tercera, cuarta y quinta de la siguiente Tabla XVI, es decir los componentes tetraazoicos citados en la segunda columna en lugar de 4,4'-diaminodifenilsulfona, los primeros com-



ponentes reaccionales en lugar de ácido 1-amino-bencen-4-sulfónico, los segundos componentes reaccionales en lugar de ciclohexilamina y los terceros componentes reaccionales en lugar de isopropilamina, se obtienen colorantes en especial valiosos, que tiñen lana y fibras de poliamida sintética en los tonos de color indicados en la última columna de la Tabla. Estas tinciones tienen muy buenas propiedades de solidez a la humedad.



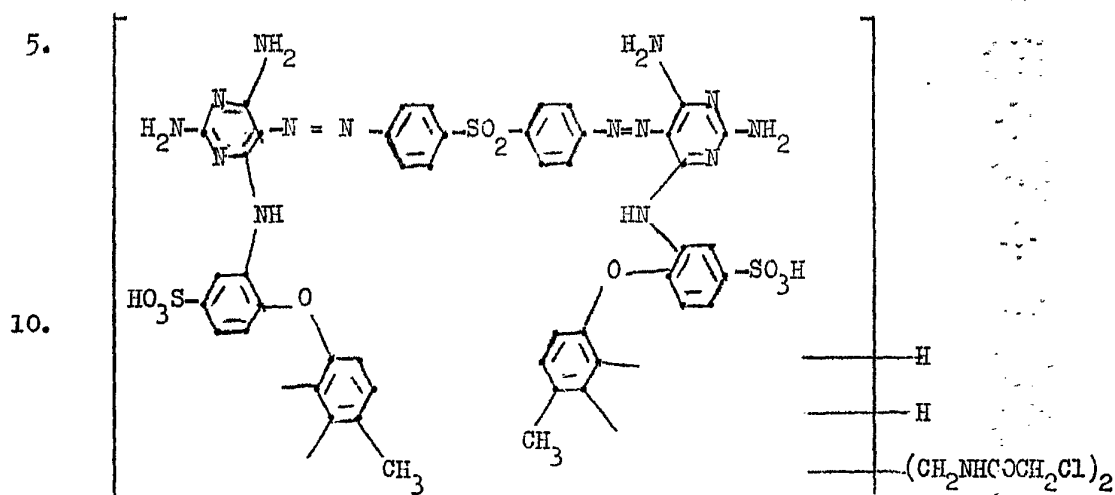
TABLA XVI

Ejem- plo Nº	Componente tetraazoico	Componente de copulación obtenido a partir de 2,4,6-tricloropirimidina y los componentes reaccionales siguientes			Tono de color sobre lana
		1º componente reaccional	2º componente reaccional	3º componente reaccional	
288	4,4'-diaminodifenilmetano	ácido 4-amino benzotriazol-6- sulfónico	ácido aminoacé tico	n-hexilamina	anaranja do amari llo
289	sulfuro 4,4'-diaminodifenílico	ácido 2-amino naftalin-6-sul fónico	ácido 1-amino bencen-3-fosfó nico	beta-hidro xietilamina	"
290	3,3'-diamino-4,4'- dibromo-difenilsul fona	ácido 1,3-dia minobencen-4- sulfónico	morfolina	etilamina	anaranja do
291	ácido 4,4'-diamino difenilamin-2-sul fónico	ácido 3-amino- 4-clorodifenil sulfon-3'-sul fónico	1-amino-4-metil sulfonilbenceno	beta-metoxi etilamina	"
292	1-amino-2-(3'-ami nofenoxisulfonil)- benceno	ácido 1-amino-2- metilbencen-5- sulfónico	2-amino-3,6- di-N-etil-N- (beta-hidroxi etil)-sulfamoil/ -naftalina	ciclohexila mina	"
293	1,1-di-(4'-aminofe nil)-ciclohexano	ácido 1-amino- 2-clorobencen- 5-sulfónico	1-amino-2-meto xibenceno	amoniac	amarillo
294	ácido 1-amino-3-(4'- aminobenzoilamino)- bencen-6-sulfónico	ácido beta-ami noetansulfónico	éster 2-amino- 4'-metil-dife nilico	metilamina	anaranjado amarillo llo
295	N-(3'-aminofenil)- N'-(3'-amino-4'- sulfonfenil)-urea	ácido 1-(N-otil amino)-bencen- 4-sulfónico	1-amino-3-(N,N- diethylsulfamoil)- benceno	etilamina	"



EJEMPLO 296

Mezcla de colorante, que consta de los cuatro isómeros que caen bajo la siguiente fórmula:



15. Se prepara en la forma descrita en el Ejemplo 187.
2,6-diamino-4-[2'-(4'-metilfenoxi)-5'-sulfofenilamino]-
pirimidina a partir de 279 gramos de ácido 2-amino-4'-metil-
-difeniléter-4-sulfónico, 180 gramos de 2-amino-4,6-dicloro
pirimidina y 300 cc de solución acuosa al 25% de amoníaco.

20. 0,11 gramo-mol de este compuesto se copula como
se describe en el párrafo primero del ejemplo 287, con el
compuesto tetraazoico de 12,4 gramos de 4,4'-diaminodifenil
sulfona. El colorante diazoico seco se esparce luego a 0^o
junto con 12,3 gramos de N-(hidroximetil)-amida de ácido
25. cloroacético en 1000 cc de ácido sulfúrico al 90% y la

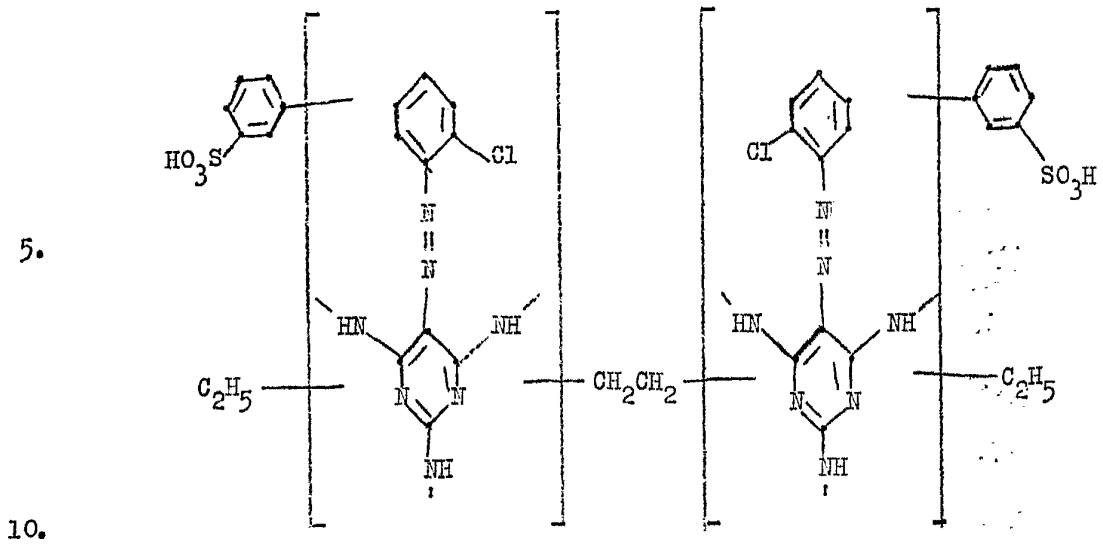


- totalidad se agita durante varias horas a temperatura ambiente. Luego la mezcla reaccional se vierte sobre hielo, se filtra el colorante precipitado, se le suspende de nuevo en agua, la suspensión se neutraliza y se filtra. Por último
5. el género del filtro se lava con solución diluida de cloruro sódico y se seca en vacío. Consta de una mezcla de los cuatro colorantes isómeros que caen bajo la fórmula anterior, en forma de sus sales sódicas y produce sobre lana, seda o fibras de poliamida sintética, tinciones anaranjado
10. amarillentas con muy buena solidez a la humedad.

- Se obtiene colorantes especialmente valiosos en por lo demás igual forma de trabajo, cuando se utiliza en lugar de 12,3 gramos de N-(hidroximetil)-amida de ácido cloroacético, la dosis equivalentes de N-(hidroximetil)-amida
15. de ácido acrílico, ácido beta-cloropropiónico o ácido alfa, beta-dibromo-acrílico.

EJEMPLO 297

20. Mezclas de colorante que constan de los seis isómeros que caen bajo la siguiente fórmula



15.

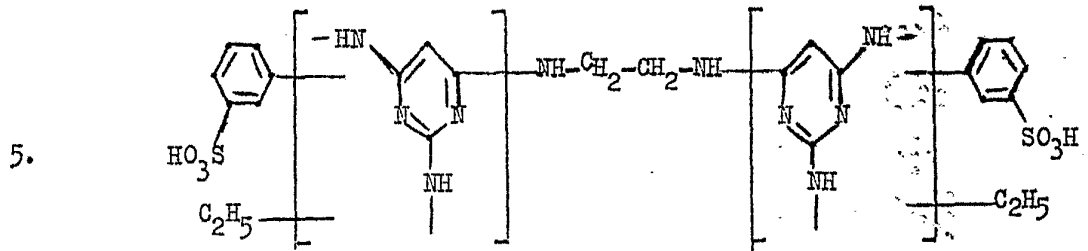
20.

25.

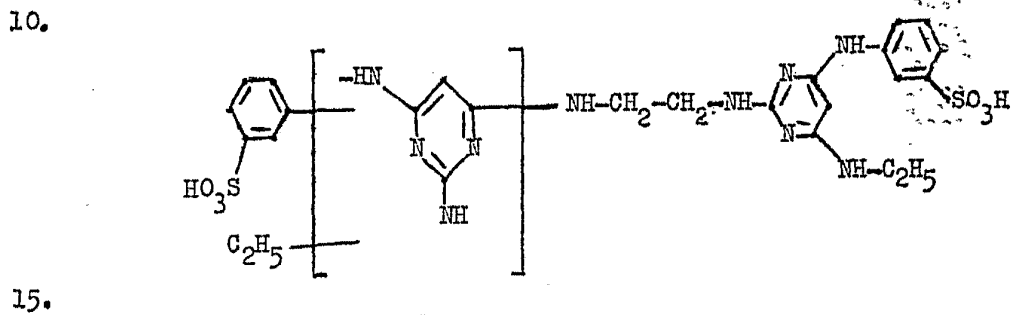
173 gramos de ácido 1-aminobenzen-3-sulfónico se condensan en 1000 cc de agua a un pH de 5-6 y 40-50° con 184 gramos de 2,4,6-tricloropirimidina, el producto reaccional precipita por sales con cloruro sódico y se filtra. El género del filtro húmedo se disuelve en agua caliente y se hace reaccionar a 90-100° y un pH de 9-10 con 30 gramos de etilendiamina. Tras finalizar la reacción precipita el producto mediante adición de cloruro sódico, se filtra y recristaliza en agua. Luego se cede junto con 300 cc de una solución acuosa al 50% de etilamina en un autoclave y la totalidad se calienta durante algunas horas a 120-130°. Tras el enfriado se acidula la mezcla reaccional con ácido clorhídrico. La mezcla que con ello precipita de seis isómeros de compuestos 2,4,6-triaminopirimidínicos,



de los cuales tres caen bajo la fórmula

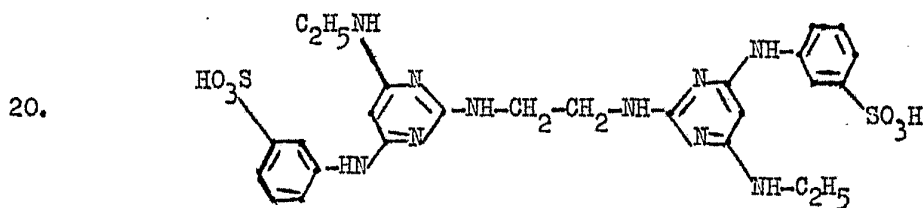


y dos bajo la fórmula



15.

y el último isómero corresponde a la fórmula



25.

se filtra, se lava con agua y se seca. No resultó económica una aislación de los isómeros unitarios a partir de esta mezcla.



- Se disuelve 0,051 gramo-mol de esta mezcla en lejía de sosa diluida y la solución originada se mezcla a 0-100° con la sal diazoica de 12,8 gramos de 1-amino-2-clorobenceno, la mezcla de copulación se mantiene débilmente alcalina.
5. mediante adición a gotas de solución de carbonato sódico y se agita hasta que finaliza la formación de colorante. La suspensión con ello originada contiene una mezcla de las sales sódicas de colorantes diazoicos isómeros que corresponden a la fórmula precedente. Se filtra, el género del filtro se lava con solución de cloruro sódico y se
10. seca. El producto obtenido de tal forma representa un polvo amarillo-pardo, que tiñe fibras de poliamida natural o sintética, como por ejemplo lana, en baño desde neutro hasta débilmente ácido, en tonos amarillo rojizos característicos sólidos a la humedad.
- 15.

- Si se utiliza en el ejemplo anterior en por lo demás igual forma de trabajo, dosis equivalentes de cada uno de los compuestos citados en las columnas segunda, tercera, cuarta y quinta de la siguiente Tabla XVII, es decir los
20. componentes diazoicos indicados en la segunda columna en lugar de 1-amino-2-clorobenceno, el primer componente reaccional en lugar de ácido 1-aminobencen-3-sulfónico, el segundo componente reaccional en lugar de otildiamina y el tercer componente reaccional en lugar de otilamina,
25. se obtiene colorantes especialmente valiosos, que tiñen

= 154 =



lana y fibras de poliamida sintética en tonos de color desde amarillos hasta anaranjado amarillentos con muy buenas propiedades de solidez a la humedad.

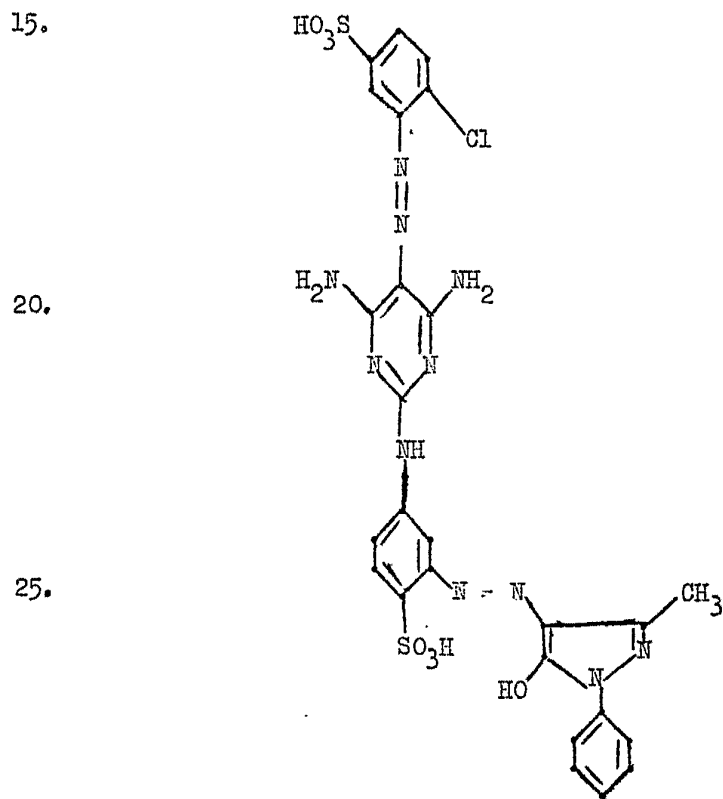
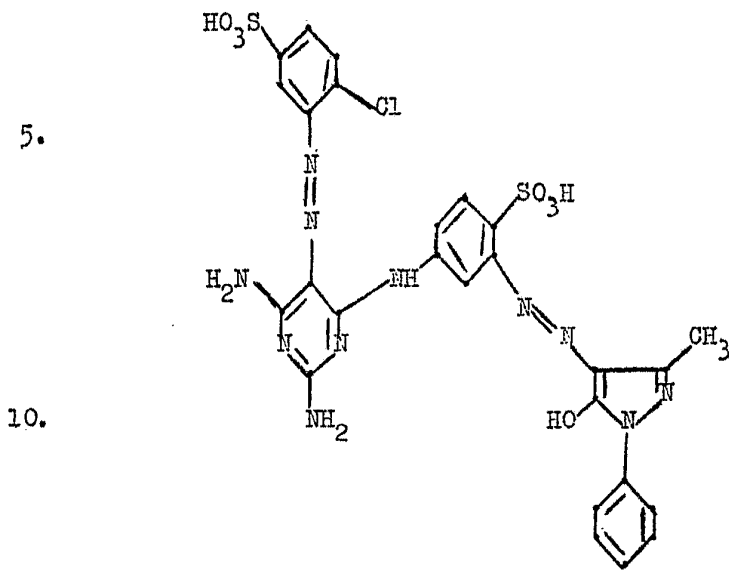


TABLA XVII

Ejemplo N°	Componente diazoico	Componente de copulación obtenido a partir de 2,4,6-tricloropirimidina y los componentes reaccionales siguientes		
		1º componente reaccional	2º componente reaccional	3º componente reaccional
298	ácido 3-amino-4-cloro difenilsulfon-3'-sulfónico	ácido 2-amino-benzoico	hidrazina	amoníaco
299	1-amino-3-(N-(2'-cloro-6'-metilfenil)-sulfamoil)-benceno	ácido 1-amino-2-metilbencen-4-sulfónico	butilendiamina	bencilamina
300	1-amino-3-(N-fenil-sulfonil-sulfamoil)-benceno	ácido 1-amino-2-clorobencen-4-sulfónico	éter beta, beta'-diamino-dietílico	ciclohexilamina
301	1-amino-2-(N,N-dimetilsulfamoil)-benceno	ácido 1-etilaminobencen-4-sulfónico	tioéter beta, beta'-diamino-dietílico	dimetilamina
302	1-amino-4-(N,N-di(beta-hidroxi)etil)-sulfamoil)-benceno	ácido 1-amino-bencen-4-fosfónico	4,4'-diaminociclohexano	isopropilamina
303	1-amino-4-metilsulfonilbenceno	ácido 2-aminonaftalin-6-sulfónico	propilendiamina-(1,3)	n-butilamina
304	1-amino-2-metil-5-nitrobenceno	ácido 2-amino-4'-metildifeniléter-4-sulfónico	etilendiamina	beta-hidroxi-etilamina
305	1-amino-4-cianobenceno	ácido 3-amino-4-clorodifenilsulfon-3'-sulfónico	2,3-diaminopropano	etilamina
306	1-amino-3-trifluormetilbenceno	ácido beta-aminotansulfónico	1,3-diaminociclohexano	n-butilamina
307	1-amino-3-(N-ciclohexilsulfamoil)-benceno	"	etilendiamina	etilamina



EJEMPLO 308





- 188 gramos de ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico se condensa en forma análoga a como se describe en el ejemplo 188, con 184 gramos de 2,4,6-tricloropirimidina, después de lo cual el producto reaccional se hace reaccionar con 600 cc de solución amoniacal al 25%. 0,11 gramo-mol de la mezcla preparada de tal forma de 2,6-diamino-4-(3'-amino-4'-sulfofenilamino)-pirimidina y 2-(3'-amino-4'-sulfofenilamino)-4,6-diamino-pirimidina se copula en solución débilmente alcalina con el compuesto diazoico de 20,8 gramos de ácido 1-amino-2-clorobencen-5-sulfónico, y el colorante monoa-
5. zoico formado precipita con cloruro sódico. Se filtra, se disuelve de nuevo en lejía de sosa diluida, se adiciona 6,9 gramos de nitrito sódico y se adiciona a gotas la solución amarilla sobre ácido clorhídrico y hielo. La mezcla ácido
10. congo se agita hasta que finaliza la diazoación, se descompone el ácido nitroso en exceso con ácido sulfamínico y el ácido mineral en exceso se neutraliza con bicarbonato sódico. Luego la solución diazoica se adiciona a gotas a
15. 0-10² en una solución de 17,4 gramos de 1-fenil-3-metil-5-pirazolona y 10 gramos de carbonato sódico en 200 cc de
20. agua y 11 cc de lejía de sosa 10-n. Mediante copulación se origina el colorante triazoico de la fórmula precedente en forma de sus sales sódicas. Tras finalizar la reacción precipita mediante adición de cloruro sódico de la mezcla reaccional, se filtra y lava el género del filtro con solución
25. de cloruro sódico. Tras el secado el producto representa



un polvo pardo, que tiñe lana, seda y fibras de poliamida sintética, en baño neutro o ácido, en tonos de color amarillos sólidos a la luz y de muy buena solidez a la humedad.

5. Si se utiliza en el ejemplo anterior, en por lo demás igual forma de trabajo, dosis equivalentes de cada uno de los compuestos citados en las columnas segunda, tercera, cuarta y quinta de la siguiente Tabla XVIII, es decir el componente diazoico citado en la columna 2 en lugar de ácido 1-amino-2-clorobencen-5-sulfónico, el primer compuesto amino necesario para la preparación del primer componente de copulación e indicado en la columna 3 en lugar de ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico, el segundo compuesto amino según la columna 4 en lugar de amoníaco y el segundo componente de copulación según la columna 5 en lugar de 1-fenil-3-metil-5-pirazolona, se obtiene colorantes especialmente valiosos, que tiñen lana y fibras de poliamida sintética en los tonos de color indicados en última columna de la Tabla. Las tinciones tienen buenas propiedades de solidez a la
- 10.
- 15.
20. humedad.



TABLA XVIII

Ejem- plo Nº	Componente diazóico	1º componente de copulación a partir de 2,4,6-tricloro- pirimidina y los compuestos amino siguientes		2º componente de copulación	Tono de color sobre lana
		1º compuesto amino	2º compuesto amino		
309	ácido 1-aminonaf- talin-6-sulfónico	ácido 1,3-dia- minobencen-4- sulfónico	metilamina	1-hidroxi-4-metil- benceno	pardo
310	2-amino-3,6-di- N-etil-N-(beta- hidroxi- <u>etil</u>)-sul- famoi <u>l</u> -naftalina	"	etilamina	N,N,-dimetilamino- benceno	"
311	ácido 4-amino-ben- zotriazol-6-sul- fónico	ácido 1,4-dia- minobencen-3- sulfónico	isopropilami- na	2,4,6-tri-(ciclo- hexilamino)-piri- midina	anaran- jado ama- rillento
312	ácido 1-amino-2- metilbencen-5- sulfónico	"	diethylamina	2,4,6-tri-(bencil- amino)-pirimidina	"
313	ácido 1-aminoben- cen-4-fosfónico	ácido 1,6-dia- minonaftalin- 3-sulfónico	ciclohexila- mina	2,6-diamino-4-(2'- metil-5'-sulfofe- nilamino)-pirimi- dina	"
314	1-amino-3-trifluor- metilbenceno	ácido 4,4'-dia- minodifenil-3- sulfónico	n-butylamina	2,6-diamino-4- (beta-sulfoetila- mino)-pirimidina	anaranja- do
315	ácido 4-aminofe- nilacético	"	"	2,6-diamino-4- (2'-(2"-metilfe- noxi)-4'-sulfo- fenilamino)- pirimidina	"



Ejemplo Nº	Componente diazotico	1º componente de copulación a partir de 2,4,6-tricloro pirimidina y los compuestos amino siguientes		2º componente de copulación	Tono de color sobre lana
		1º compuesto amino	2º compuesto amino		
316	1-amino-4-metilsul- fonilbenceno	ácido 1,3-dia- mino-4-metil- bencen-6-sulfó- nico	bencilamina	N-(2-metil-5-sul- fofenil)-amida del ácido acetoa- cético	anaran- jado amari- llo
317	1-amino-2-metoxi- benceno	"	ácido amino acético	N-(2-clorofenil)- amida del ácido acetoacético	"
318	ácido 2-amino-2'- metildifeniléter- 4-sulfónico	ácido 1,3-dia- mino-2-cloro- bencen-5-sulfó- nico	etilamina	amida del ácido benzoilacético	"
319	ácido 3-amino-6- metil-difenilsul- fon-3'-sulfónico	ácido 1,3-dia- minobencen-4- sulfónico	1-amino-4- metilbenceno	N-butilamida del ácido acetoacé- tico	"
320	sulfuro 1-amino- 4'-metil-difenílico	"	amoníaco	1-(4'-bromofenil)- 3-metil-5-pira- zolona	amarillo
321	ácido 4-amino-2'- nitrodifenilamin- 4'-sulfónico	ácido 1,3-dia- minobencen-4- sulfónico	etilamina	1-fenil-3-carboxi- 5-pirazolona	anaran- jado ama- rillo
322	ácido 3-amino-4- clorobenzofenon-2'- carboxílico	"	"	1,3-difenil-5- pirazolona	"

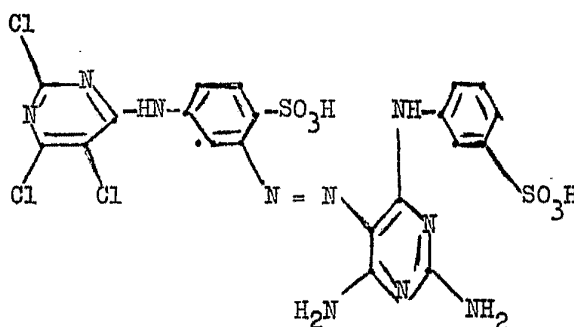


Ejemplo Nº	Componente diazóico	1º componente de copulación a partir de 2,4,6-tricloro pirimidina y los compuestos amino siguientes		2º componente de copulación	Tono de color sobre lana
		1º compuesto amino	2º compuesto amino		
323	1-amino-4-metil- 5-(N-fenilsulfa moil)-benceno	ácido 1,3-dia minobencen-4- sulfónico	etilamina	1-(3'-sulfamoil fenil)-3-metil- 5-pirazolona	anaranja do amari lento
324	1-amino-4-(N-ci clohexil-carba moil)-benceno	"	ácido aminoa cótico	1-(3'-acetilami nofenil)-3-metil- 5-pirazolona	"
325	1-amino-4-(4'-me tilfenilsulfonila mino)-benceno	"	etilamina	1-naftil-3-metil- 5-pirazolona	"
326	1-amino-2-(N- etil-N-(beta-hi droxi)etil)-sulfa moil)-benceno	"	"	1-(3'-nitrofenil) -3-metil-5-pira zolona	"
327	1-amino-2-(2'- clorofenoxisu lfoil)-benceno	"	"	1-(2'-metil-5'- sulfofenil)-3- metil-5-pirazo lona	"



EJEMPLO 328

5.



10.

23 gramos de ácido 1-acetilamino-3-aminobencen-4-sulfónico se disuelven hasta neutralidad en 200 cc de agua y se diazoa a 0-5° con 6,9 gramos de nitrito sódico y 30 cc de ácido clorhídrico al 30%. La suspensión diazoica ácido congo obtenida se regula a un valor de pH de 4,5 con solución de carbonato sódico y luego se adiciona a una solución de 28 gramos de 2,6-diamino-4-(3'-sulfofenilamino)-pirimidina en 800 cc de agua y 15 gramos de bicarbonato sódico. Tras finalizar la copulación, la solución de colorante se trata con lejía de sosa concentrada o sosa cáustica, de forma que se origina una lejía de sosa al 5% y se calienta a 70-80° hasta que saponifica totalmente el grupo acetilamino. Luego se enfría la solución roaccional, se neutraliza con ácido clorhídrico concentrado y precipita totalmente el colorante mediante adición de cloruro sódico. Tras filtración y lavado con solución diluida de cloruro sódico, se

15.

20.

25.



- disuelve el colorante aminomonosazoico obtenido en 400 cc de agua. A esta solución de colorante se adiciona a gotas a 70° una solución de 21 gramos de 2,4,5,6-tetracloropirimidina en 50 cc de acetona y simultáneamente se mantiene el valor de pH a 6-7 mediante adición de solución de carbonato sódico. Tras finalizar la condensación precipita el colorante mediante adición de cloruro sódico, se filtra y se lava con solución de cloruro sódico. Tras el secado en vacío se obtiene un polvo amarillo, que se disuelve en agua con color amarillo.
- 5.
- 10.

- En lugar del ácido 1-acetilamino-3-aminobencen-4-sulfónico puede utilizarse por ejemplo asimismo el ácido 1-nitro-3-aminobencen-4-sulfónico. Mediante reducción del grupo nitro con sulfuro sódico puede obtenerse luego en especial el colorante aminosazoico correspondiente.
- 15.

- 4 gramos del colorante obtenido según el Ejemplo 328 se disuelven en 1000 cc de agua y se trata con 20 gramos de carbonato sódico. Se introduce a 20° 100 gramos de algodón en el baño y se calienta en el término de 30 minutos según cada uno de los componentes reactivos de 40 ó 90°; a continuación el baño se trata con 20 gramos de cloruro sódico y el género se tiñe durante una hora a la misma temperatura. Seguidamente la tinción obtenida se enjuaga y se saponifica hirviendo durante 15 minutos. Así se obtiene una tinción amarillo profunda de buena solidez al lavado.
- 20.
- 25.



Si se utiliza en lugar de 21 gramos de 2,4,5,6-tetracloropirimidina, dosis equivalentes de los compuestos introductores de una agrupación reactiva a las fibras, relaciona dos en la columna II de la siguiente Tabla XIX y se condensa en las temperaturas indicadas en la columna III según los datos del Ejemplo anterior, con el colorante aminoazoico, se obtiene colorantes con propiedades similares.



TABLA XIX

I	II	III
Ejemplo Nº	Componente reactivo	Temperatura
329	2,4,6-tricloro-s-triacina	0-10º
330	2,4,6-tribromo-s-triacina	0-10º
331	2-metoxi-4,6-dicloro-s-triacina	20-40º
332	2-etoxi-4,6-dicloro-s-triacina	20-40º
333	2-fenoxi-4,6-dicloro-s-triacina	20-40º
334	2-mercapto-4,6-dicloro-s-triacina	20-40º
335	2-etiltio-4,6-dicloro-s-triacina	20-40º
336	2-feniltio-4,6-dicloro-s-triacina	20-40º
337	2-metil-4,6-dicloro-s-triacina	20-40º
338	2-fenil-4,6-dicloro-s-triacina	20-40º
339	2-amino-4,6-dicloro-s-triacina	20-40º
340	2-metilamino-4,6-dicloro-s-triacina	20-40º
341	2-butilamino-4,6-dicloro-s-triacina	20-40º
342	2-dietilamino-4,6-dicloro-s-triacina	20-40º



I	II	III
Ejemplo Nº	Componente reactivo	Temperatura
343	2-beta-hidroxi-etilamino-4,6-dicloro-s-triacina	20-40º
344	2-beta-sulfoetilamino-4,6-dicloro-s-triacina	20-40º
345	2-N-beta-sulfoetil-N-metilamino-4,6-dicloro-s-triacina	20-40º
346	2-fenilamino-4,6-dicloro-s-triacina	20-40º
347	2-N-metil-N-fenilamino-4,6-dicloro-s-triacina	20-40º
348	2-(2'-sulfofenilamino)-4,6-dicloro-s-triacina	20-40º
349	2-(2'.5'-disulfofenilamino)-4,6-dicloro-s-triacina	20-40º
350	2-(4'-sulfofenoxi)-4,6-dicloro-s-triacina	20-40º
351	2-(4'-carboxifenoxi)-4,6-dicloro-s-triacina	20-40º
352	2-(4'-sulfofeniltio)-4,6-dicloro-s-triacina	20-40º
353	2-ciclohexilamino-4,6-dicloro-s-triacina	20-40º
354	2-morfolino-4,6-dicloro-s-triacina	20-40º
355	2,4,6-tricloropirimidina	80-90º
356	2,4,6-tribromopirimidina	80-90º
357	5-metil-2,4,6-tricloropirimidina	80-90º



I	II	III
Ejemplo Nº	Componente reactivo	Temperatura
358	5-fenil-2,4,6-tricloropirimidina	80-90º
359	5-cian-2,4,6-tricloropirimidina	80-90º
360	5-nitro-2,4,6-tricloropirimidina	80-90º
361	5-carbometoxi-2,4,6-tricloropirimidina	80-90º
362	5-nitro-2-metil-4,6-dicloropirimidina	80-90º
363	5-nitro-6-metil-2,4-dicloropirimidina	80-90º
364	2-metilsulfonil-4-metil-6-cloropirimidina	60-80º
365	2-metilsulfonil-4-metil-5,6-dicloropirimidina	60-80º
366	cloruro del ácido 2,4-dicloropirimidin-6-carboxílico	20-40º
367	cloruro del ácido 2,4,5-tricloropirimidin-6-carboxílico	20-40º
368	cloruro del ácido 2,4-dicloropirimidin-5-carboxílico	0-10º
369	cloruro del ácido 2,4-dicloro-6-metilpirimidin-5-carboxílico	10-20º
370	cloruro del ácido 2,3-dicloroquinoxalin-6-carboxílico	40-60º
371	cloruro del ácido 2,3-dicloroquinoxalin-6-sulfónico	40-60º
372	cloruro del ácido 2,4-dicloroquinazolin-6-carboxílico	40-60º



I	II	III
Ejemplo Nº	Componente reactivo	Temperatura
373	cloruro del ácido 2,4-dicloroquinazolin-7-carboxílico	40-60º
374	cloruro del ácido 1,4-dicloroftalazin-6-carboxílico	20-40º
375	cloruro del ácido beta- <u>[4,5-dicloropiridazonil-(1)]</u> - <u>propiónico</u>	20-40º
376	<u>[cloruro de ácido de 1-(4'-carboxifenil)-4,5-dicloro</u> <u>piridazona-(6)]</u>	20-40º
377	2-etilamino-4-N-cloroformil-N-etilamino-6-cloro-s-triacina	20-30º
378	2-dimetilamino-4-N-cloroformil-N-metilamino-6-fluor-s-triacina	0-20º
379	2-N-metil-N-fenilamino-4-N-cloroformil-N-metilamino-6-cloro-s-triacina	20-30º
380	2-metoxi-4-N-cloroformil-N-etilamino-6-cloro-s-triacina	20-30º
381	2-fenoxi-4-N-cloroformil-N-metilamino-6-cloro-s-triacina	20-30º
382	2-morfolino-4-N-cloroformil-N-metilamino-6-bromo-s-triacina	20-30º
383	2-metiltio-4-N-cloroformil-N-metilamino-6-cloro-s-triacina	20-30º
384	2-feniltio-4-N-cloroformil-N-etilamino-6-cloro-s-triacina	20-30º
385	2-butilamino-4-N-cloroformil-N-butilamino-6-cloro-s-triacina	20-30º



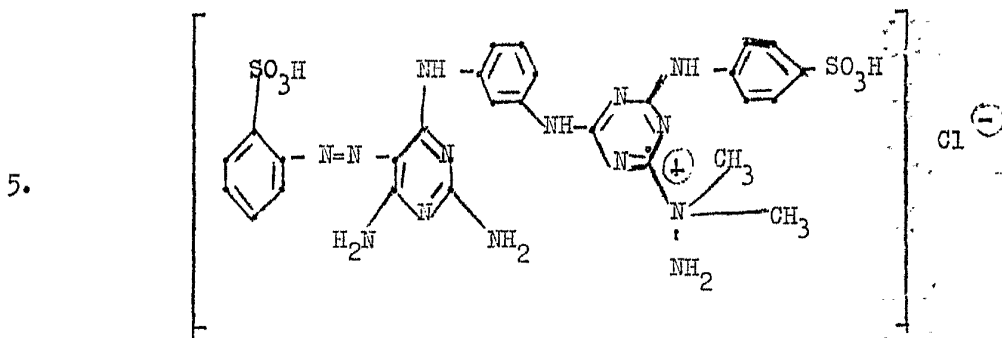
I	II	III
Ejemplo Nº	Componente reactivo	Temperatura
386	cloruro del ácido 2,2,3,3-tetrafluorciclobutan-carboxílico	20-40º
387	cloruro del ácido beta,2,2,3,3-tetrafluorciclobutan-acrílico	20-40º
388	cloruro del ácido 2-clorobenzotiazol-5-carboxílico	30-50º
389	cloruro del ácido 2-clorobenzotiazol-5-sulfónico	30-50º
390	cloruro del ácido 2-clorobenzoxazol-5-carboxílico	30-50º
391	cloruro del ácido 2-clorobenzoxazol-5-sulfónico	30-50º
392	cloruro del ácido 3-nitro-4-fluorbencen-1-carboxílico	20-40º
393	cloruro del ácido 3-nitro-4-fluorbencen-1-sulfónico	20-40º
394	cloruro del ácido 3-nitro-6-fluorbencen-1-carboxílico	20-40º
395	cloruro del ácido 3-nitro-6-fluorbencen-1-sulfónico	20-40º
396	cloruro del ácido 3-nitro-4-clorobencen-1-carboxílico	20-40º
397	cloruro del ácido 3-nitro-6-clorobencen-1-carboxílico	20-40º
398	cloruro del ácido 3-metilsulfon-4-fluorbencen-1-carboxílico	20-40º
399	cloruro del ácido 3-fenilsulfon-4-fluorbencen-1-sulfónico	20-40º



I	II	III
Ejemplo Nº	Componente reactivo	Temperatura
400	cloruro cloroacetílico	20-40º
401	cloruro del ácido beta-cloropropionico	20-40º
402	cloruro del ácido alfa,beta-dicloropropionico	20-40º
403	cloruro del ácido alfa,beta-dibromopropionico	20-40º
404	cloruro del ácido alfa-cloroacrílico	20-40º
405	cloruro del ácido beta-cloroacrílico	20-40º
406	cloruro del ácido alfa,beta,beta-tricloroacrílico	20-40º
407	anhídrido del ácido cloromaleico	50-70º
408	cloruro del ácido beta-clorocrotónico	30-50º
409	cloruro del ácido propiólico	20-40º



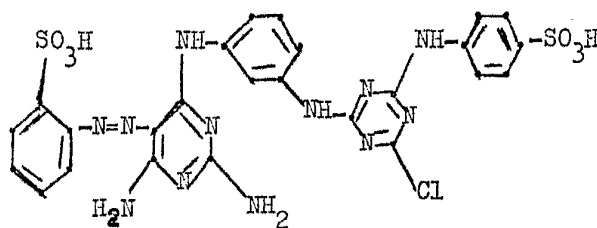
EJEMPLO 410



10.

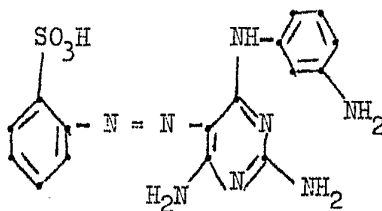
67 gramos del colorante de la fórmula

15.



obtenido mediante condensación del colorante aminoazoico
de la fórmula

20.



25.

con 2-(4'-sulfofenilamino)-4,6-dicloro-s-triacina se disuel-
ven a un valor de pH de 7 en 1000 cc de agua. A esta solu-



ción se adiciona a gotas a 25° 8 gramos de N,N-dimetilhidra-
cina, con lo cual se eleva el valor de pH a aproximadamente
9,5. Tras finalizar la reacción se regula de nuevo a un
pH de 7 la solución de colorante con ácido clorhídrico.

5. diluido, y el nuevo colorante precipita mediante adición
de cloruro sódico, se filtra, se lava con solución de clo-
ruro sódico y se seca a 40-50° en vacío. Representa un polvo
amarillo, que se disuelve en agua con color amarillo.

10. Se fulardea a 20° algodón con una solución acuosa
al 2% de este colorante, que todavía contiene 20 gramos de
carbonato sódico y 200 gramos de urea por litro, el género
impregnado se seca, luego se calienta durante 5 minutos
a 110° y a continuación se saponifica hirviendo durante 30
15. minutos, y así se obtiene una tinción amarilla fuertemente
teñida y pura.

20. Si se condensa el colorante aminomonoazoico del
ejemplo anterior con dosis equivalentes de 2,4,6-tricloro-
s-triacina, 2,4,6-tricloropirimidina, 2,4,5,6-tetracloropi-
rimidina, cloruro del ácido 2,4-dicloropirimidin-5-carboxí-
lico, cloruro del ácido 2,4-dicloropirimidin-6-carboxílico,
2-etilamino-4-N-cloroformil-N-etilamino-6-cloro-s-triacina
en lugar de 2-(4'-sulfofenilamino)-4,6-dicloro-s-triacina
y se hace reaccionar según las indicaciones del ejemplo an-
25. terior este compuesto con dosis equivalentes de



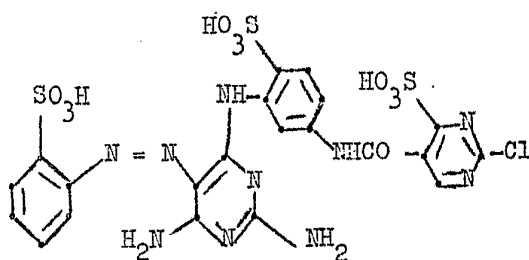
- (a) acetón-N,N-dimetilhidrazona,
- (b) trimetilamina,
- (c) N,N-dimetil-N-etilamina,
- (d) N,N-dimetil-N-beta-hidroxiotil-amina,
- 5. (e) N,N-dimetil-N-alilamina,
- (f) N,N-dimetil-N-bencilamina,
- (g) N,N-dimetil-N-ciclohexilamina,
- (h) N-metil-pirrolidina,
- (i) N-metil-morfolina,
- 10. (j) N,N-dimetil-hidracina,
- (k) N-aminopiperidina,
- (l) N-aminomorfolina,
- (m) piridina,
- (n) 3-metilpiridina o
- 15. (o) 1,4-diaza-biciclo[2.2.2]-octano,

se obtiene colorantes reactivos, que según el procedimiento de teñido usual para estos colorantes, por ejemplo los descritos en este ejemplo, dan tinciones amarillas sólidas a la humedad sobre fibras de celulosa o de poliamida.



EJEMPLO 411

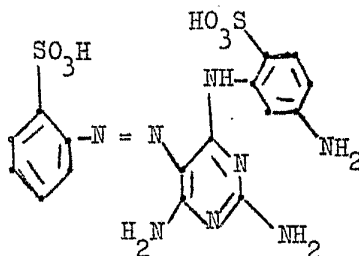
5.



10.

48 gramos del colorante de la fórmula

15.



20.

(obtenido mediante copulación de ácido 1-aminobencen-2-sulfónico diazoado con 2,6-diamino-4-(3'-amino-6'-sulfonilamino)-pirimidina) se disuelven hasta neutralidad en 1000 cc de agua. A esta solución de colorante se adiciona a gotas a 0-10° una solución de 23 gramos de cloruro del ácido 2,4-dicloropirimidin-5-carboxílico en 50 cc de acetona y simultáneamente se mantiene el valor de pH a 6 mediante adición de solución de carbonato sódico. La mezcla reaccional se agita hasta que no es perceptible ningún gru-

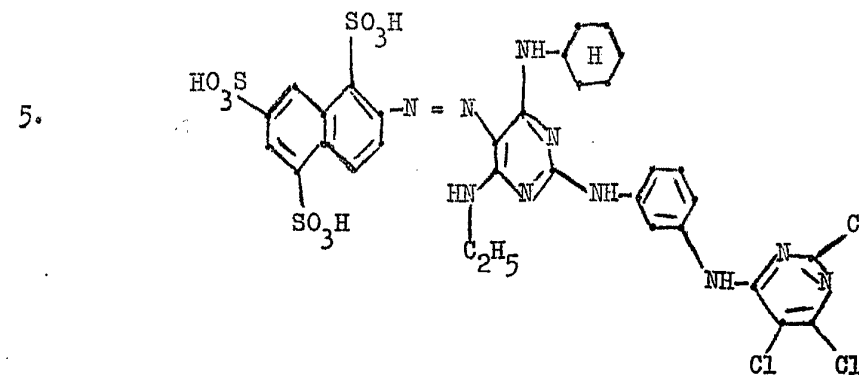
25.



- po amino diazocable, se adiciona a temperatura ambiente, 12,6 gramos de sulfito sódico y se agita hasta que el valor de pH queda invariable. El nuevo colorante formado precipita por sales con cloruro sódico, se filtra, se lava con solución de cloruro sódico y se seca a 40-50° en vacío.
5. Corresponde esencialmente a la primera de las fórmulas arriba indicadas, se disuelve en agua con color amarillo y tiñe algodón según el procedimiento usual para los colorantes reactivos en tonos amarillos sólidos a la humedad.
10. Si se utiliza en por lo demás igual forma de trabajo en lugar de los 23 gramos de cloruro del ácido 2,4-dicloropirimidin-5-carboxílico, igual dosis de cloruro del ácido 2,4-dicloropirimidin-6-carboxílico, se obtiene un colorante con propiedades de solidez similares, pero
15. con escasa reactividad.
- Además se obtiene otros colorantes de escasa reactividad al utilizar 19,6 gramos de sal sódica del ácido 1-hidroxibencen-4-sulfónico, 17,7 gramos de la sal sódica
20. de 1-mercapto-4-nitrobencono o 19,5 gramos de ácido 1-aminobencen-4-sulfónico en lugar de 12,6 gramos de sulfito sódico en por lo demás iguales condiciones reaccionales como las indicadas en el ejemplo anterior.



EJEMPLO 412



15.

20.

25.

38,3 gramos de ácido 2-naftilamin-1,5,7-trisulfónico se disuelven hasta neutralidad en 300 cc de agua y se diazoa a 0-5° con 25 cc de ácido clorhídrico al 30% y 6,9 gramos de nitrito sódico. La solución diazoica neutralizada a un valor de pH de 4,5 con carbonato sódico se deja luego afluir a una suspensión de 35,5 gramos de 2-(3'-nitrofenilamino)-4-ciclohexilamino-6-etilamino-pirimidina en 900 cc de agua y 20 gramos de bicarbonato sódico. Tras finalizar la copulación se eleva el valor de pH de la solución del colorante a 9 y luego se deja gotear cautelosamente a 70-80° una solución de 14 gramos de sulfuro sódico en 100 cc de agua. Se reduce a esta temperatura hasta que no es perceptible más compuesto nitro, la solución de colorante enfriada se trata con 40 gramos de bicarbonato sódico y se libera del azufre precipitado. El colorante precipita totalmente me-



5. diante adición de cloruro sódico, se filtra, se lava con solución de cloruro sódico y luego se disuelve de nuevo en 700 cc de agua. Tras adición de 20 gramos de 2,4,5,6-tetracloropirimidina se calienta a 80-90° y se condensa a esta temperatura hasta que no es perceptible más grupos amino libres.

10. El nuevo colorante precipita totalmente tras el enfriado mediante adición de cloruro sódico, se filtra, se lava con solución de cloruro sódico y se seca en vacío a 60-70°. Representa un polvo anaranjado amarillento, que se disuelve en agua con color amarillo y tiñe algodón, por ejemplo según el procedimiento descrito en el ejemplo 410, en tonos amarillos sólidos a la humedad.

15. Se obtiene colorantes con propiedades similares, cuando en el ejemplo anterior en igual forma de trabajo, se utiliza en lugar de 35,5 gramos de 2-(3'-nitrofenilamino)-4-ciclohexilamino-6-etilamino-pirimidina, igual dosis de 2-ciclohexilamino-4-(3'-nitrofenilamino)-6-etilamino-pirimidina o 2-etilamino-4-(3'-nitrofenilamino)-6-ciclohexilamino-pirimidina.

25. Los tres componentes de copulación isómeros de 3'-nitrofenilamino-ciclohexilamino-etilamino-pirimidina utilizados según el ejemplo 412 se preparan como sigue:



5. A) Se disuelve 82,8 gramos de m-nitroanilina en una mezcla de 750 gramos de agua y 750 cc de acetona. A continuación se adiciona a gotas 110 gramos de 2,4,6-tricloropirimidina, disuelta en 100 cc de acetona, junto con lejía de sosa 10 n acuosa de tal forma que en la solución obtenida el pH de la mezcla reaccional se encuentra entre 4 y 6. La mezcla reaccional se agita luego durante $2\frac{1}{2}$ horas, hasta que finaliza la reacción y precipita un producto de condensación, que se separa mediante filtración del líquido reaccional.

10.

El residuo consta de una mezcla de aproximadamente 75 % en peso de 4-(3'-nitrofenilamino)-2,6-dicloropirimidina y aproximadamente 25 % en peso de 2-(3'-nitrofenilamino)-4,6-dicloropirimidina; esta mezcla se disuelve en 2000 cc de 1,2-diclorobenceno calentado a 80°, después de lo cual tras el enfriado se separa por cristalización 112 gramos del isómero 4-(3'-nitrofenilamina) (punto de fusión 233°).

15.

El agua madre contiene solamente junto a dosis escasas en isómero 4-(3'-nitrofenilamino), el isómero 2-(3'-nitrofenilamino) como componente principal, que se deja aislar.

20.

B) 57 gramos de 4-(3'-nitrofenilamino)-2,6-dicloropirimidina, obtenida según el ejemplo A), se disuelven en 100 cc de dioxano, después de lo cual se adiciona 160 cc de agua para formar solución; la suspensión obtenida se trata con

25.



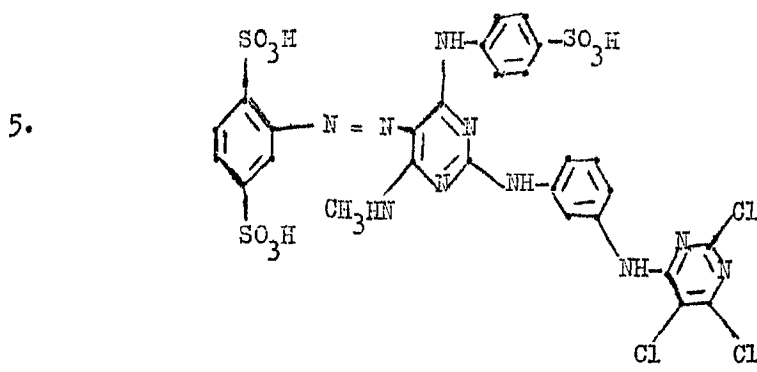
- 30 gramos de etilamina en 30 cc de agua y la mezcla reacional se calienta bajo agitación durante 24 horas a 85-90°. Se agita de nuevo hasta que la mezcla se ha enfriado a temperatura ambiente. Precipita 4-(3'-nitrofenilamino)-2-
5. etilamino-6-cloropirimidina técnicamente pura, se separa mediante filtración y se seca.
- C) 58 gramos de este producto se tratan con un exceso en ciclohexilamina no diluida por encima de la dosis estequiométrica requerida. La mezcla se calienta a 140-150° durante 2 horas bajo agitación en un recipiente cerrado. Se obtiene 4-(3'-nitrofonilamino)-2-etilamino-6-ciclohexilaminopirimidina de consistencia siruposa, que puede utilizarse directamente como componente de copulación para la preparación del colorante según el ejemplo 412.
10. 15.
- D) El agua madre obtenida según A) se concentra hasta sequedad, con lo cual se obtiene aproximadamente 25 gramos de 2-(3'-nitrofenilamino)-4,6-dicloropirimidina bruta. El
20. producto tiene un punto de fusión de 162-190°. Tras la recristalización del producto bruto en 500 cc de ligroina se separa por cristalización tras el enfriado el producto puro, mientras que permanece un pequeño residuo en isómeros 2-(3'-nitrofenilamino) y 4-(3'-nitrofenilamino) en el agua
25. madre-ligroina.
- E) Se repite luego la fase de procedimiento B), con



- lo cual se utiliza sin embargo como material de partida 57
gramos de 2-(3'-nitrofenilamino)-4,6-dicloropirimidina.
Tras el enfriado a temperatura ambiente precipita 40 gramos
de 2-(3'-nitrofenilamino)-4-etilamino-6-cloropirimidina
5. técnicamente pura, que se filtra y se seca.
- F) Con este producto intermedio se repite la fase de
procedimiento C), con lo cual se obtiene un producto siruposo
que consta de 2-(3'-nitrofenilamino)-4-etilamino-6-ciclo-
hexilamino-pirimidina, que se utiliza en el ejemplo 412
10. directamente como componente de copulación.
- G) Se repite la fase de procedimiento A) bajo uti-
lización de 59,4 gramos de ciclohexilamina en lugar de
82,8 gramos de m-nitroanilina; de la mezcla originada de
15. los dos isómeros se aísla como se ha descrito la 2-ciclo-
hexilamino-4,6-dicloropirimidina, después de lo cual se
repite las fases de procedimiento E) y F) bajo utilización
del isómero últimamente citado como material de partida
para la fase de procedimiento E). Se obtiene 2-ciclohexila-
20. mino-4-(3'-nitrofenilamino)-6-etilamino-pirimidina, que
puede utilizarse en el ejemplo 412 directamente como com-
ponente de copulación.



EJEMPLO 413



10.

63 gramos de 2-(3'-nitrofenilamino)-4-(4'-sulfofe
nilamino)-6-metilamino-pirimidina se disuelven como sal

sódica en 1500 cc de agua y a 90° se adiciona a gotas caute-
losamente a una mezcla intensamente agitada de 40 gramos

15.

de polvo de hierro y 12 cc de ácido acético en 400 cc de agua.

Tras finalizar la introducción se reduce todavía durante 2
horas. Se deja descender la temperatura a 70-80° y la mezcla
reaccional se trata cuidadosamente con carbonato sódico

20.

sólido hasta que una prueba sobre papel de fenolftaleína
se vuelve débilmente rosa. Después de 15 minutos se filtra
la mezcla de reducción, lo filtrado se trata con ácido clor-
hídrico hasta reacción ácido congo y la amina precipitada
se filtra, se lava con solución de cloruro sódico y luego
se seca en vacío a 60-70°.

25.

38 gramos de 2-(3'-aminofenilamino)-4-(4'-sulfofe

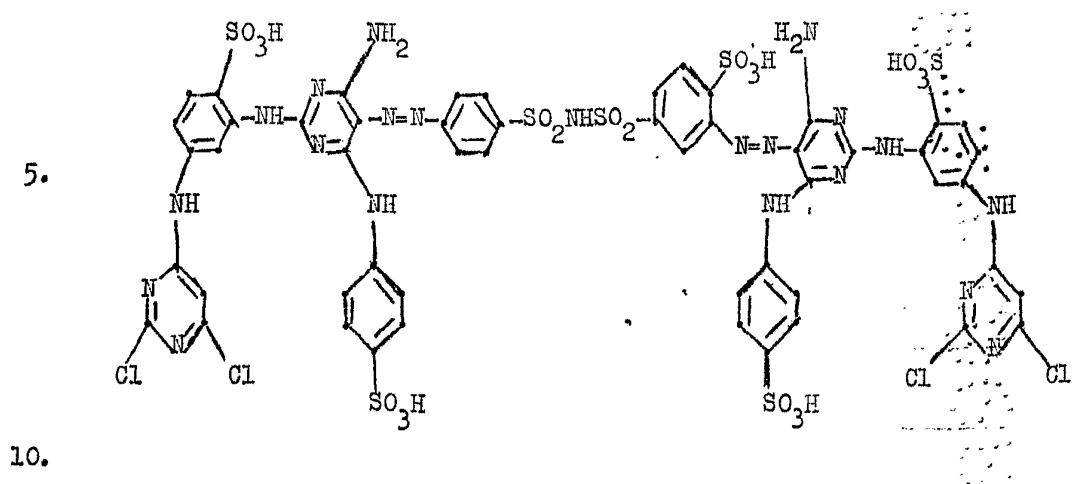


- nilamino)-6-metilamino-pirimidina se disuelven luego hasta neutralidad en 700 cc de agua como sal sódica. A 80-90° y a un valor de pH de 7-8 se adiciona luego 22 gramos de 2,4,5,6-tetracloropirimidina finamente pulverizada y se adiciona simultáneamente a gotas solución de carbonato sódico de forma que no se altere el valor de pH. La mezcla reaccional se agita hasta que no es perceptible ningún compuesto amino diazoable y luego se deja enfriar. La mezcla se trata en el curso de 15 minutos y a 20-30°, con 25,3 gramos de solución diazoica de ácido 1-aminobencen-2,5-disulfónico. Mediante adición a gotas de solución de carbonato sódico se mantiene el valor de pH de la mezcla reaccional durante la copulación entre 7 y 8. Tras finalizar la copulación se precipita totalmente el nuevo colorante mediante adición de cloruro sódico, se filtra y se lava con solución de cloruro sódico. Tras el secado representa un polvo amarillo, que se disuelve en agua con color amarillo.
- 5.
- 10.
- 15.

- Se obtienen colorantes con propiedades similares, cuando en el ejemplo anterior y por lo demás igual forma de trabajo se utiliza en lugar de 63 gramos de 2-(3'-nitrofenilamino)-4-(4'-sulfofenilamino)-6-metilamino-pirimidina, dosis iguales de 2-(4'-sulfofenilamino)-4-(3'-nitrofenilamino)-6-metilamino-pirimidina o 2-metilamino-4-(3'-nitrofenilamino)-6-(4'-sulfofenilamino)-pirimidina.
- 20.
- 25.



EJEMPLO 414



15.

20.

25.

20,3 gramos de ácido 3,4'-diaminodifenil-1,1'-disulfimid-4-sulfónico se disuelven hasta neutralidad en 400 cc de agua y se diazoa a 0-5° con 25 cc de ácido clorhídrico al 30% y 6,9 gramos de nitrito sódico. La suspensión diazoica ácido congo se regula a un valor de pH de 4,5 con solución de carbonato sódico y luego se cede a la solución de 56,7 gramos de 2-(6'-sulfo-3'-(2'',6''-dicloropirimidil-4''-amino)-fenilamino)-4-(4'-sulfonilamino)-6-amino-pirimidina en 1000 cc de agua (como sal sódica). Mediante adición a gotas simultánea de solución de carbonato sódico se cuida de que el valor de pH de la mezcla reaccional no bajo por debajo de 8. Tras finalizar la copulación se lleva el colorante a precipitación mediante adición de cloruro sódico. Tras el socado en vacío a 60-70°, el colorante representa un polvo amarillo, que se disuelve en agua con color amarillo. Con este colo-



rante se tiñe algodón, por ejemplo según el procedimiento descrito en el ejemplo 410, en tonos amarillos de buena solidez a la humedad. Se obtiene colorantes reactivos amarillos con propiedades similares, cuando en igual forma de trabajo se utiliza en lugar de los componentes citados en el ejemplo precedente, las dosis equivalentes de cada uno de los componentes tetraazoicos y de copulación relacionados en la siguiente Tabla XX.

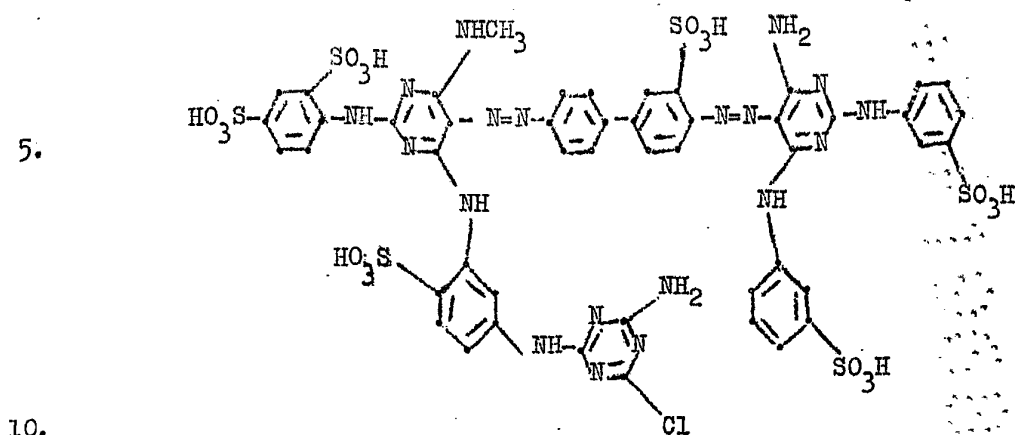


TABLA XX

Ejem- plo Nº	Componente tetraazoico	Componente de copulación
415	2,3'-diaminodifenil-1,1'-disulfimida	2- $\sqrt{6}$ '-sulfo-3'-(2'',5'',6''-tricloropirimidil-4''-amino)-fenilamino/ $\sqrt{4}$ -(2',4'-disulfofenilamino)-6-metilamino pirimidina
416	3,3'-diaminodifenilsulfona	"
417	4,4'-diaminodifenilmetano	"
418	4,4'-diaminodifenilcetona	"
419	ácido 3,3'-diaminodifenil-1,1'-disulfimid-4'-sulfónico	2- $\sqrt{3}$ '-(2'',5'',6''-tricloropirimidil-4''-amino)-fenilamino/ $\sqrt{4}$ -(2',5'-disulfofenilamino)-6-aminopirimidina
420	2,3'-diamino-4-clorodifenil-1,1'-disulfimida	"
421	sulfuro 2,2'-diamino-4,4'-diclorodifenílico	"
422	sulfóxido 2,2'-diamino-4,4'-diclorodifenílico	"
423	ácido 4,4'-diaminodifenil-3-sulfónico	"



EJEMPLO 424



30,6 gramos de ácido 4-acetilamino-4'-aminodifenil-3'-sulfónico se disuelven como sal sódica en 500 cc de agua y se diazoa a 0-5° con 25 cc de ácido clorhídrico al 30% y 6,9 gramos de nitrito sódico. La suspensión diazoica neutralizada con solución de carbonato sódico a un valor de pH de 4,5 se adiciona en forma de porciones a una solución de 43 gramos de 2-(3'-sulfofenilamino)-4-(3'-sulfofenilamino)-6-amino-pirimidina en 800 cc de agua bajo adición simultánea de 20 gramos de carbonato sódico. Tras finalizar la copulación se trata la mezcla de copulación con sosa cáustica hasta que se origina una solución alcalina al 5% y se calienta a 70-80° hasta saponificación total del colorante acetilamino. Tras el enfriado se neutraliza la mezcla reaccional con ácido clorhídrico. El colorante precipita mediante adición

15.

20.

25.



de cloruro sódico, se filtra, se lava con solución de cloruro sódico y se seca en vacío a 60-70°.

5. 35,6 gramos del colorante aminomonoazoico así obtenido se disuelven hasta neutralidad en 900 cc de agua, se trata con 3,5 gramos de nitrito sódico, después de lo cual la solución amarilla obtenida se adiciona a gotas a 15 cc de ácido clorhídrico 10 n en 200 cc de agua. La mezcla diazoica ácido congo, amarilla se adiciona luego cuidadosamente a una suspensión neutra de 33,7 gramos de 2-(2',4'-disulfofenilamino)-4-(6'-sulfo-3'-(4"-cloro-6"-amino-1",3",5"-triacinil-2"-amino)-fenilamino)-6-metilamino-pirimidina en 500 cc de agua y se copula bajo adición de carbonato sódico a un valor de pH de 8. El nuevo colorante precipita totalmente mediante adición de cloruro sódico, se filtra, se lava con solución de cloruro sódico y se seca en vacío a 60°. Representa un polvo amarillo, que se disuelve en agua con color amarillo y tiñe algodón según el procedimiento descrito en el ejemplo 410, en tonos amarillos sólidos a la humedad.
- 10.
- 15.
20. Se obtiene otros colorantes diazopirimidínicos amarillos con propiedades similares cuando en el ejemplo anterior y en igual forma de trabajo, se utiliza en lugar de los componentes allí citados, dosis equivalentes de cada uno de los componentes diazoicos, primero y segundo componentes de copulación relacionados en la siguiente Tabla XXI.
- 25.

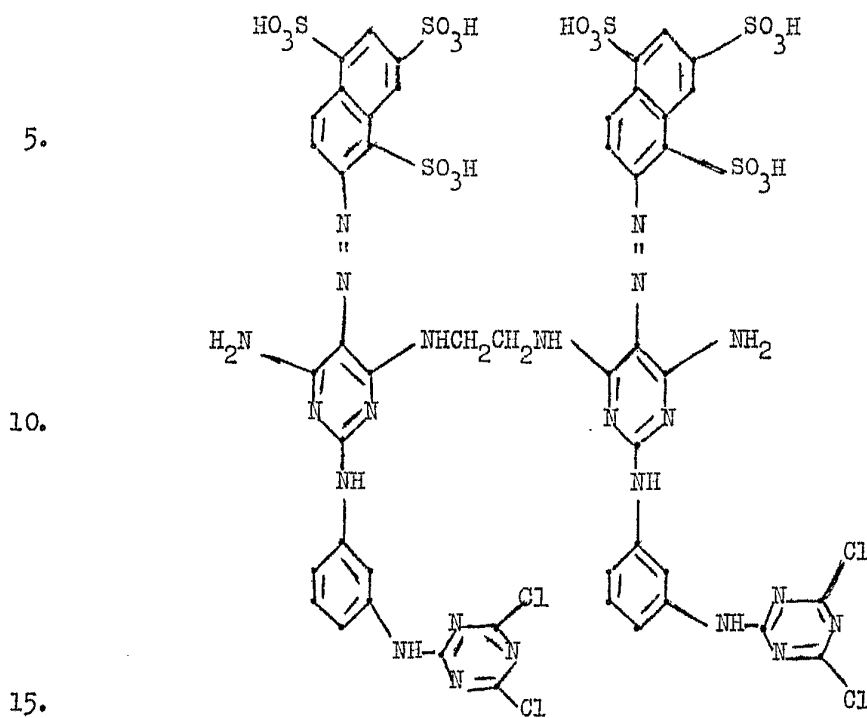


TABLA XXI

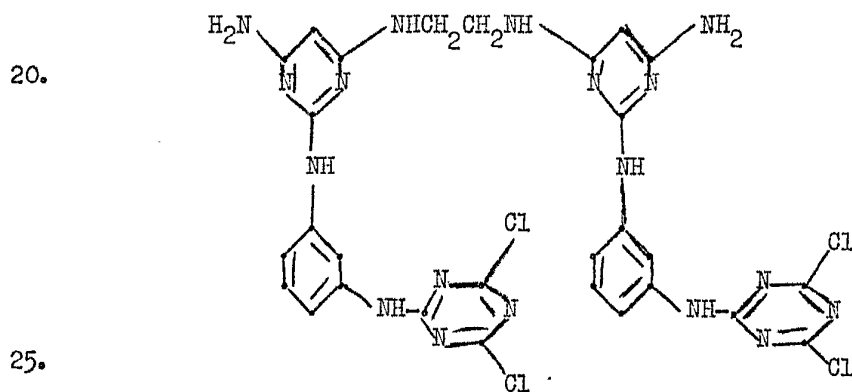
Ejem- plo Nº	Componente diazoico	Primer componente de copulación	Segundo componente de copulación
5. 425	ácido 3-acetilamino-3'-aminodifenil-1,1'-disulfimid-4'-sulfónico	2-(4'-sulfofenilamino) -4-(4'-sulfofenilamino) -6-aminopirimidina	2-(2',4'-disulfofenilamino)-4- $\sqrt{3}$ '-(2'',5'',6''-tricloro pirimidil-4''-amino)-fenilamino-6-aminopirimidina
10. 426	ácido 4-acetilamino-4'-aminodifenil-3'-sulfónico	"	"
427	"	"	2-(2',4'-disulfofenilamino)-4- $\sqrt{3}$ '-(4'',6''-diclorotriacilil-2''-amino)-fenilamino-6-aminopirimidina
15. 428	"	2-(3'-sulfofenilamino) -4-(3'-sulfofenilamino) -6-(3'-sulfofenilamino)-pirimidina	2- $\sqrt{4}$ '-(2'',6''-dicloro pirimidil-4''-amino)-fenilamino-4-(4'-sulfofenilamino)-6-metilaminopirimidina
20. 429	ácido 3-acetilamino-3'-aminodifenil-1,1'-disulfimid-4'-sulfónico	"	"



EJEMPLO 430



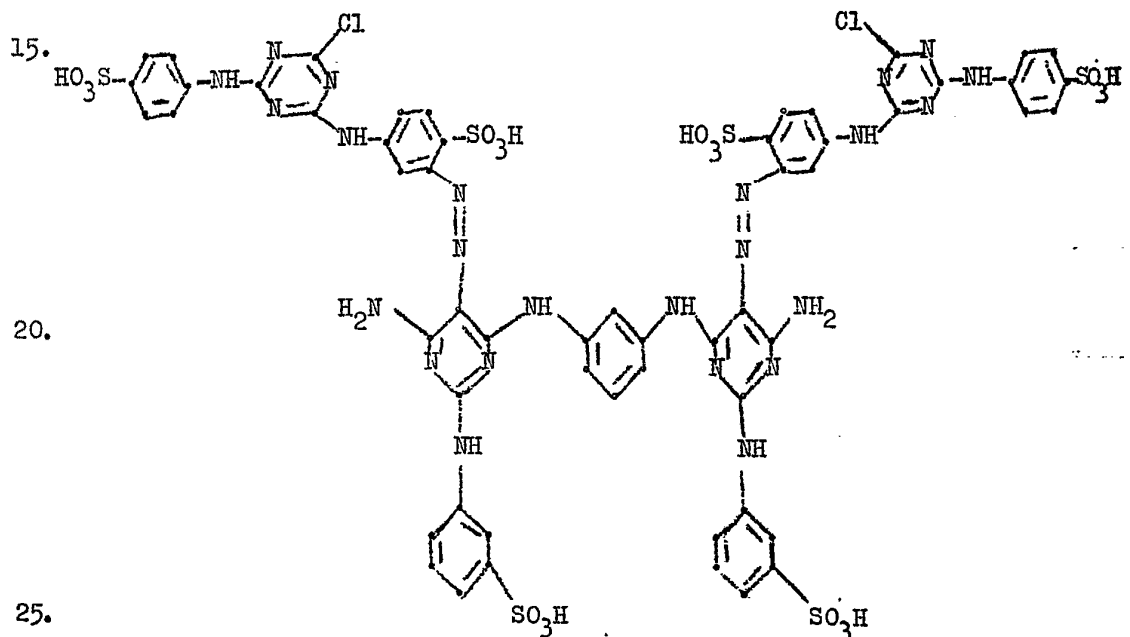
37,7 gramos del compuesto de la fórmula





- se disuelven en 500 cc de acetona y se trata con 500 cc de agua y 20 gramos de bicarbonato sódico. A esta mezcla reaccional se deja afluir una solución de 38,3 gramos de ácido 2-naftilamin-1,5,7-trisulfónico diazoado y la mezcla se agita hasta que finaliza la copulación. Mediante adición de cloruro sódico precipita el colorante formado, se filtra y se lava con solución de cloruro sódico. Tras el secado en vacío a 40-50° se obtiene un polvo amarillo parduzco, que se disuelve en agua con color amarillo y tinte algodón, según el procedimiento descrito en el Ejemplo 410, en tonos amarillos sólidos a la humedad.
- 5.
- 10.

EJEMPLO 431



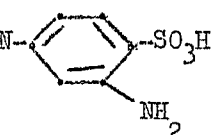
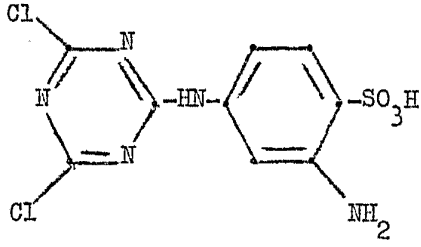
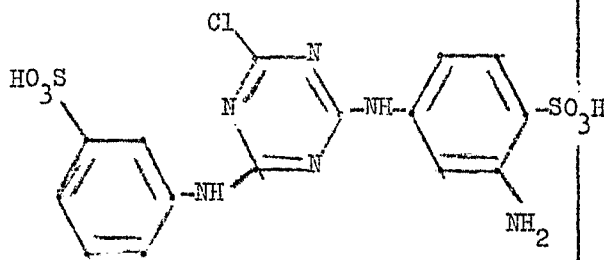
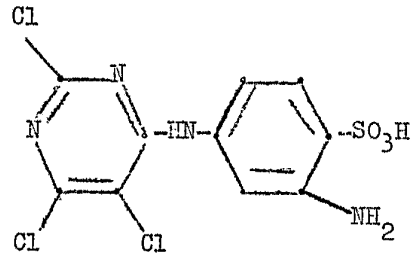


- 47,2 gramos de ácido 1-amino-3- $\overline{4}$ '-(4"-sulfofenilamino)-6'-cloro-1',3',5'-triacinil-2'-amino $\overline{7}$ -bencen-6-sulfónico se agitan en 300 cc de agua, 300 gramos de hielo y 25 cc de ácido clorhídrico al 30% y se diazoa a 0-5° con 6,9 gramos de nitrito sódico. La suspensión diazoica ácido congo se regula a un valor de pH de 4,5 con solución de carbonato sódico y luego se adiciona en forma de porciones a 31,8 gramos de la sal sódica de 1,3-bis- $\overline{2}$ '-(3"-sulfofenilamino)-4'-amino-pirimidil-(6')-amino $\overline{7}$ -benceno y 20 gramos de carbonato sódico en 700 cc de agua. Tras finalizar la copulación, el colorante precipita mediante adición de cloruro sódico, se filtra y se lava con solución de cloruro sódico. Representa, tras el secado en vacío a 60-70°, un polvo anaranjado amarillento, que se disuelve en agua con color amarillo y tiñe algodón en tonos amarillos sólidos a la humedad.
- 5.
- 10.
- 15.

- Se obtienen colorantes con propiedades similares, cuando en igual forma de trabajo que en el ejemplo anterior, se utiliza en lugar de los componentes allí citados, las dosis equivalentes de cada uno de los componentes diazoicos y dos veces los componentes de copulación copulables relacionados en la siguiente tabla XXII.
- 20.



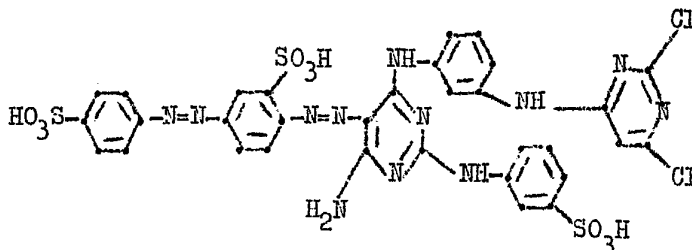
TABLA XXII

Ejem- plo N°	Componente diazoico	Componente de copulación
5. 432	$\text{CH}_2\text{BrCHBrCOHN-}$ 	1,3-bis- $\sqrt{2}$ '-(4''-sulfofenilamino)-4'-aminopirimidil-(6')-amino/-benceno.
10. 433		"
15. 434		1,2-bis- $\sqrt{2}$ '-(2'',5''-disulfofenilamino)-4'-amino-pirimidil-(6')-amino/-etano
20. 435		"



EJEMPLO 436

5.



10.

35,7 gramos de ácido 4-aminoazobencen-3,4'-disulfónico se disuelven en 500 cc de agua hasta la neutralidad y se diazoa a 0-5° con 25 cc de ácido clorhídrico al 30% y 6,9 gramos de nitrito sódico. Luego la suspensión diazoica obtenida se cede a temperatura ambiente a una suspensión acuosa de 51,9 gramos de 2-(3'-sulfofenilamino)-4-(3'-(2'',6''-dicloropirimidil-4''-amino)-fenilamino)-6-amino-pirimidina y 30 gramos de carbonato sódico. De la mezcla de copulación precipita parcialmente el colorante. Precipita totalmente mediante adición de cloruro sódico, se filtra, se lava con solución de cloruro sódico y se seca. Tiñe algodón y lana celulósica en tonos rojo amarillentos de buena solidez a la humedad.

20.

Se obtienen colorantes diazoicos con propiedades similares, cuando en el Ejemplo anterior y en igual forma de trabajo se utiliza en lugar de los componentes allí citados, las dosis equivalentes de cada uno de los componentes aminoazoicos y componentes de copulación relacionados en la siguiente Tabla XXIII.

25.



TABLA XXIII

Ejem- plo No	Compuesto aminoazoico	Componento de copulación	Tono de color
437			amarillo rojizo
438	"		"
439			"
440			"



EJEMPLO 441

5. En un baño de color, que contiene en 5000 cc de agua, un gramo del colorante obtenido según el ejemplo 1, 5 gramos de sulfato sódico y 3 cc de ácido acético al 40% se introduce a 50°, 100 gramos de lana bien humectada previamente, se lleva el baño a ebullición en el término de 15 minutos y se hierve todavía durante 1 hora. Se obtiene una tinción de la lana, amarilla muy pura, bajo agotamiento total del baño, que se caracteriza por buena solidez a la luz y
10. solidez sobresaliente a la humedad.

EJEMPLO 442

15. En un baño de color, que contiene en 5000 cc de agua, 1 gramos del colorante obtenido según el ejemplo 188 y 33 cc de ácido fórmico al 85%, se introduce a 40°, 100 gramos de género de punto de banlon^R. Bajo buena agitación se lleva el baño a ebullición en el término de 30 minutos y se tiñe durante 1 hora a temperatura de ebullición. El
20. género teñido se enjuaga luego cuidadosamente y se seca. Se obtiene una tinción amarilla brillante pura, que está fuertemente teñida, es totalmente homogénea y sobre todo no presenta listas, y que muestra a 50° una buena solidez a la luz, al agua, al sudor, al roce y al lavado.



EJEMPLO 443

5. En un baño de color, que contiene en 5000 cc. de
agua, 1 gramo del colorante obtenido según el Ejemplo 265,
2 gramos de un producto reaccional altamente hidroxietilado
de una poliamida y óxido de estireno, así como 3 gramos de
sulfato amónico, se introduce a 40°, 100 gramos de tejido
de perlon. Bajo buena agitación se calienta el baño en el
término de 30 minutos en un recipiente cerrado a 120° y se
10. tiñe durante una hora a esta temperatura. Tras el enfriado
se enjuaga el género teñido primero con agua caliente y
luego con agua fría y se seca. De esta forma se obtiene una
tinción intensamente teñida, totalmente homogénea, rojo es-
carlata brillante, con muy buena solidez a la luz, al roce,
15. al agua, al sudor y al lavado.



REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente suiza nº 316/67 del del 9.1.67.

5. 1. Procedimiento para la preparación de colorantes azopirimidínicos acuosolubles, caracterizado porque se copula compuestos diazoicos o bien tetraazoicos de monoaminas o bien diaminas aromáticas con 1 equivalente de un compuesto 2,4,6-triamino-pirimidínico eventualmente sustituido, copulable en posición 5, o bien 2 equivalentes iguales o diferentes de tales compuestos 2,4,6-triaminopirimidínicos o un equivalente de uno de tales compuestos 2,4,6-triaminopirimidínicos y un equivalente de cualquier otro componente de copulación y, cuando los componentes de copulación muestran grupos amino diazoables, los colorantes amino-azo-pirimidínicos obtenidos se diazoan eventualmente a continuación y se diazoa de nuevo con un componente de copulación cualesquiera, para lo cual los componentes de copulación se eligen de forma
10. que el colorante final muestre por lo menos un grupo acuosoluble, formador de sal, que disocia ácido en agua y por lo menos tres anillos no condensados entre sí.
- 15.
- 20.



2. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque se copula el compuesto diazoico de una arilamina carbocíclica o heterocíclica que muestra eventualmente un grupo arilazo, con un compuesto 2,4,6-triaminopirimidínico, eventualmente sustituido ulteriormente, copulable en posición 5, que contiene en el nitrógeno por lo menos un grupo amino del núcleo pirimidínico de una radical arílico.

3. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque el compuesto tetraazoico de un compuesto diaminodifenílico, cuyos núcleos de benceno están enlazados directamente o sobre un miembro de puente, se copula con dos equivalentes iguales de compuestos 2,4,6-triaminopirimidínicos, eventualmente sustituidos, copulables en posición 5, que contienen en el nitrógeno por lo menos un grupo amino del anillo pirimidínico de un radical sulfoarílico.

4. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque dos equivalentes iguales o diferentes entre sí de compuestos diazoicos de arilamina carbocíclicas o heterocíclicas se copulan con un componente de copulación, que muestra dos agrupaciones 2,4,6-triaminopirimidínicas, eventualmente sustituidas, copulables en posición 5.



5. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque el compuesto diazoico de una arilamina carbocíclica o heterocíclica se copula con un compuesto 2,4,6-triaminopirimidínico copulable en posición 5,
5. que muestra en un nitrógeno de amina un grupo aminoarílico diazoable, el compuesto aminoazoico obtenido se diazoa de nuevo y se hace reaccionar con un componente de copulación que copula en posición orto a un grupo hidroxílico o amino.
10. 6. Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque un colorante azopirimidínico que contiene un grupo amino acilable se hace reaccionar con un agente de acilación, que muestra en el radical acílico por lo menos un radical desdoblable como anión
15. bajo las condiciones del teñido o un enlace múltiple apto para reacción, como un enlace de carbono doble o triple.
20. 7. Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque un colorante azopirimidínico, que en un núcleo bencénico contiene por lo menos un átomo de hidrógeno sustituible, se hace reaccionar con una N-metilolamida de ácido carboxílico o con un derivado apto para reacción de este compuesto metilol.
8. Procedimiento para la preparación de colorantes azopirimidínicos acuosolubles.

= 200 =



Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 200 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 8 de Enero de 1968

O.A.

JAIMÉ ISERIS
S. E.

Firmado: JOSE RODRIGUEZ