

PATENTE DE INVENCION  
=====

ICI Case No. D20885.(1) -SPAIN.

SECRETARIA
INDUSTRIAL
MANUFACTURAS I.P.E.
Nº 09
CLASE B

*Memoria Descriptiva* 004485

*sobre:*

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE TINTES REACTIVOS"

=====



*Solicitante:* IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa, residente en: Imperial Chemical House, Millbank, Londres, S.W.1., Inglaterra.

=====

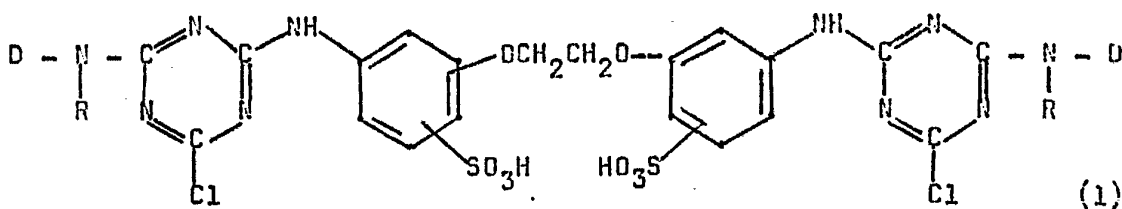
Este invento se refiere a un procedimiento para la obtención de nuevos tintes reactivos de la serie de la triazina, útiles para la coloración o teñido de géneros textiles de celulosa.

5.



La manufactura de tintes reactivos condensando tintes azóicos con haluros cianúricos y después condensando dos moles del derivado resultante dicloro-s-triazina con una variedad de diaminas se describen, por ejemplo, en la memoria descriptiva provisional de la patente británica número 854.432. El presente invento se basa en la observación de que se pueden obtener tintes reactivos con celulosa valiosos de una manera análoga utilizando ácido diamino difenoxi etano disulfónico como diamina de enlace.

Según el invento se obtienen nuevos tintes reactivos representados por fórmula general:



en la que R representa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo y  $\begin{array}{c} \text{D} - \text{N} - \\ | \\ \text{R} \end{array}$  representa el radical de un compuesto coloreado hidrosoluble que contiene un grupo -NHR.

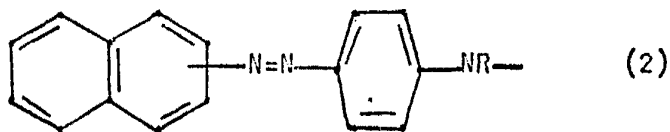
En la fórmula anterior, el radical D puede representar, por ejemplo, el radical de un compuesto coloreado hidrosoluble de la serie azóica, antraquinona o ftalozianina, v.g., un tinte mono- o di-azóico que puede o no estar metalizado.

Los grupos aminos en los anillos ilustrados del benceno pueden estar en posición meta- o para-

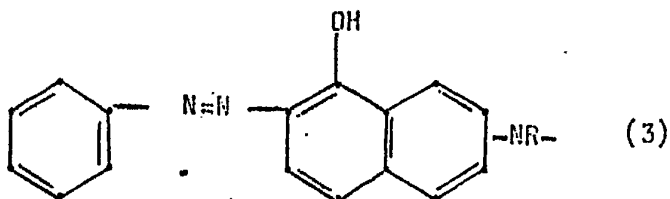
5. con relación a cada átomo de oxígeno; el grupo  $\text{SO}_3\text{H}$  en cada uno puede estar situado en cualquiera de los lugares restantes del núcleo. No obstante, es preferible en general que los grupos NH se encuentren en posición para a los átomos de oxígeno y que los grupos sulfónicos estén en posiciones orto con relación al átomo de oxígeno.

10. Así, una clase preferida de tintes es aquella en la que el grupo de enlaces es un radical de ácido difenoxietano-2,2-disulfónico 4,4'-divalente y D-NR- es el radical de un compuesto fenilazo naftaleno que contiene un grupo NHR y una pluralidad de grupos hidrosolubilizantes, V.G., DNR representa un radical de fórmula:

15.



20. en la que el núcleo de naftaleno contiene dos o, preferiblemente tres, grupos sulfónicos y el núcleo de benceno puede estar adicionalmente sustituido, v.g., por uno o más grupos metilo, metoxi, acetilamino y/o ureido; o un radical de fórmula:



30. en la que el núcleo de naftaleno contiene al menos uno, y preferiblemente dos, radicales sulfónicos y el núcleo de benceno puede estar sustituido, v.g., por uno o más radicales metilo, metoxi, acetilamino y/o sulfó-

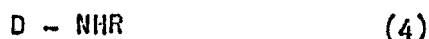
24 ABR 1969



nico.

- Dichos tintes se distinguen por su valía para ser utilizados en el teñido empleando métodos de agotamiento, que se caracterizan porque ofrecen un grado de fijación en una amplia gama de relaciones de líquido a géneros que no poseen los tintes reactivos disponibles en el mercado. Al mismo tiempo, los nuevos tintes proporcionan tonalidades con una resistencia a la luz muy buenas, mientras que los tintes conocidos anteriormente de estructura similar suelen ser deficientes en esta propiedad.
- 5.
- 10.

- El invento proporciona también un procedimiento para la manufactura de los nuevos tintes, que comprende el reaccionar cloruro cianúrico en cualquier orden, con una proporción molecular de un tinte hidrosoluble de fórmula general:
- 15.



- y con media proporción molecular de un ácido diamino difenoxi etano disulfónico.
- 20.

- El procedimiento anterior puede llevarse a la práctica convenientemente agitando una suspensión del cloruro cianúrico en un medio acuoso con el tinte de la fórmula:  $D - NHR$  a una temperatura de 0 a 20°C. hasta que un átomo de cloro del cloruro cianúrico haya sido reemplazado por el radical del tinte, añadiendo después la diamina y continuando la reacción a una temperatura ligeramente superior, normalmente del orden de 30 a 50°C hasta que un segundo átomo de halógeno en el núcleo de la triazina haya reac-
- 25.
- 30.

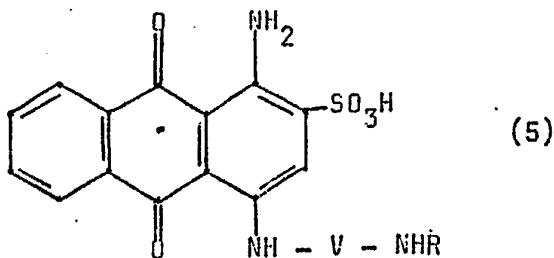


- cionado con cada grupo amino. Alternativamente, se puede hacer reaccionar el cloruro cianúrico primero con la diamina a la temperatura inferior para formar un derivado de dicloro triazina y después con el tinte a la temperatura superior. Las condensaciones se llevan a cabo preferiblemente a un pH de 4 a 7, añadiendo un agente aceptor de ácido para neutralizar el ácido clorhídrico a medida que se desprende durante la reacción. Cuando la reacción es completa se pueden aislar los nuevos tintes reactivos empleando las técnicas normales adoptadas para el aislamiento de tintes reactivos hidrosolubles, por ejemplo, purificando con sal y filtrando, o deshidratando por aspersion la mezcla de la reacción en la que se ha formado el tinte. Si así se desea, se pueden añadir estabilizadores, por ejemplo hidrógeno fosfatos de metal alcalino.

Como ejemplos de ácidos diaminodifenoxietano disulfónico que se pueden emplear, se mencionan: 4,4'-diamino-difenoxietano-2,2'-disulfónico y 4,4'-diaminodifenoxietano-3,3'-disulfónico.

Como ejemplos de tintes hidrosolubles de fórmula (4) que se pueden utilizar se mencionan las clases que siguen:

(i) Compuestos de antraquinona:



30.

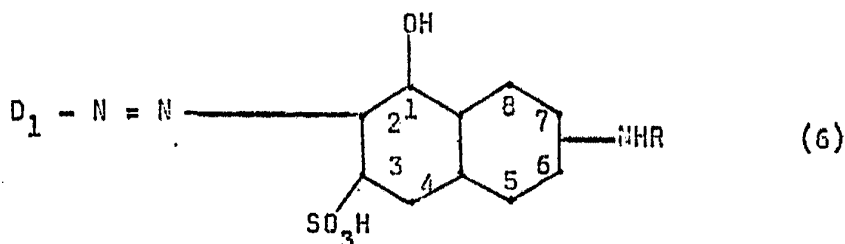


en la que el núcleo de antraquinona puede contener un radical sulfónico en la posición 5-, 6-, 7- u 8- y V representa un grupo de enlace que es preferiblemente un radical divalente de la serie del benceno, por ejemplo radicales de fenileno, defenileno o estilbena 4,4'-divalente o azobenceno. Es preferible que V contenga un radical sulfónico por cada anillo de benceno presente. R tiene el significado anteriormente.

5.

10.

(ii) Compuestos monoazóicos de fórmula:



15.

en la que  $D_1$  representa un radical mono- o di-cíclico arilo libre de grupos azóicos y grupos  $NHR$ , el grupo  $-NHR$  va preferiblemente enlazado a la posición 6-, 7- u 8- del núcleo de naftaleno, y que puede contener un radical sulfónico en la posición 5- ó 6- del núcleo de naftaleno.

29.

$D_1$  puede representar un radical de la serie de naftaleno o benceno libre de sustituyentes azóicos, por ejemplo un radical de estilbena, difenilo benciazoli/fenilo o difenilamina. Asimismo, en esta clase se han de considerar los tintes relacionados con los anteriores en los que el grupo  $NHR$ , en lugar de ir enlazado al núcleo de naftaleno, va enlazado a un grupo bencioilamino o anilino que va enlazado a la posición 6-, 7- u 8- del núcleo de nafta-

25.

30.



leno.

Se obtienen tintes particularmente va-  
 liosos a partir de aquellos en los que  $D_1$  represen-  
 ta un radical fenilo o naftilo, especialmente aque-  
 llos que contienen un grupo  $-SO_3H$  en posición orto  
 al enlace azóico; el radical fenilo puede estar sus-  
 tituido adicionalmente por ejemplo por átomos de ha-  
 lógeno como es el cloro, radicales alquilo como es  
 el metilo, grupos acilamino tal como el acetilamino  
 y radicales alcoxi como es el metoxi.

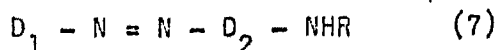
5.

10.

(iii) Compuestos disazóicos de la fórmu-  
 la (6) en la que  $D_1$  representa un radical de la se-  
 rie del azobenceno, azonaftaleno o fenilazo-nafta-  
 leno y el núcleo de naftaleno está sustituido por  
 el grupo NHR y a discreción por radicales sulfóni-  
 cos como en la clase (ii).

15.

(iv) Compuestos mono- o di-azóicos de  
 fórmula:

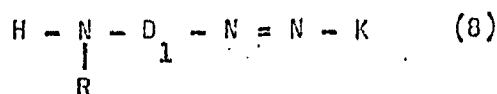


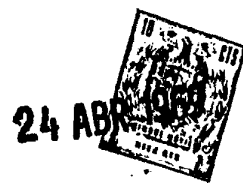
20.

en la que  $D_1$  representa un radical según se ha de-  
 finido para la clase (ii) o la clase (iii) y  $D_2$  es  
 un radical 1:4-fenileno o un radical sulfo-1:4-naf-  
 tileno o un radical estilbena; el núcleo de benceno  
 en  $D_1$  y  $D_2$  puede contener sustituyentes adicionales  
 como son los átomos de halógeno, o grupos alquilo,  
 alcoxi, ácido carboxílico y acilamino.

25.

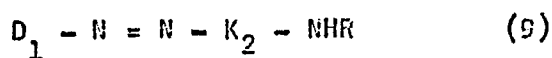
(v) Compuestos mono- o di-azóicos de fórmu-  
 mula:





- en la que  $D_1$  representa un radical de arileno que puede ser un radical de la serie azobenceno, azonaf-taleno o fenilazonaftaleno, o, preferiblemente, un radical arileno como máximo dicíclico de la serie del benceno o naftaleno, y K representa un radical de un ácido naftolsulfónico o el radical de un compuesto de cetometileno enolizado o enolizable (como es un acetoacetarilido o una 5-pirazolona) que tiene el grupo OH *o*- al grupo azóico.  $D_1$  representa pre-feriblemente un radical de la serie del benceno que contiene un radical sulfónico.
- 5.
- 10.

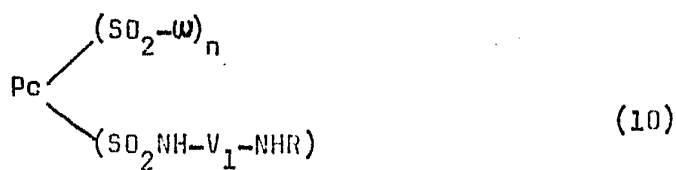
(vi) Compuestos mono- o di-azóicos de fórmula:



- 15.
- 20.
- en la que  $D_1$  representa un radical de los tipos de- finidos para  $D_1$  en las clases (ii) y (iii) anterior- mente y  $K_2$  representa el radical de un compuesto de cetometileno enolizable como puede ser un acetoace- tarilido o una 5-pirazolona) que tiene el grupo -OH en posición alfa al grupo azóico.

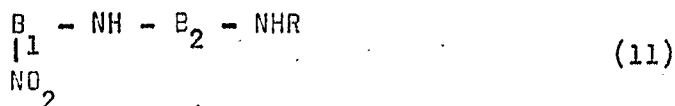
- (vii) Complejo 1:1-metálico, especialmen- te el complejo de cobre, complejo de aquellos tintes de las fórmulas 6, 8 y 9 (en las que  $D_1$ , K y  $K_2$  tienen todos los significados respectivos mencionados) que contengan un grupo metalizable (por ejemplo, un hi- droxi, alcoxi inferior o ácido carboxílico) en la posición orto- al grupo azóico en  $D_1$ .
- 25.

(viii) Compuestos de ftaleocianina de fór- mula:



5. en la que Pc representa el núcleo de ftalocianina preferiblemente de ftalocianina de cobre,  $\omega$  representa un grupo hidroxilo y/o un grupo amino sustituido o sin sustituir,  $V_1$  representa un grupo de enlace, preferiblemente un grupo de enlace alifático cicloalifático o aromático, n representa 1, 2 ó 2.
- 10.

(ix) Tintes nitro de fórmula:



15. en la que  $B_1$  y  $B_2$  representan núcleos arilos monocíclicos, estando el grupo nitro en  $B_1$  en la posición orto al grupo NH.

Como ejemplos de compuestos de las clases

(i) a (ix) se pueden mencionar los que siguen:

23. En la Clase (i)

Acido 1-amino-4-(4-aminoanilino)antraquinona-2,2'-disulfónico.

Acido 1-amino-4-(4'-metilaminoanilino)antraquinona-2:3'-disulfónico.

25. Acido 1-amino-4-(3'-amino-2':4':6'-trimetilamino)antraquinona-2,5'-disulfónico.

En la clase (ii)

Acido 6-amino-1-hidroxi-2-(2'-sulfofenilazo)naftaleno-3-sulfónico,

30. Acido 8-amino-1-hidroxi-2-(2'-sulfofenilazo)



- naftaleno-3:6-disulfónico.
- Acido 7-amino-2-(2':5'-disulfofenilazo)-  
-1-hidroxinaftaleno-3-sulfónico.
- Acido 7-metilamino-2-(2'-sulfofenilazo)-  
-1-hidroxinaftaleno-3-sulfónico.
5. Acido 7-metilamino-2-(4'-metoxi-2'-sulfo-  
fenilazo)-1-hidroxinaftaleno-3-sulfónico.
- Acido 8-(3'-aminobencilamino)-1-hidroxi-  
-2-2(2'-sulfofenilazo)naftaleno-3:6-disul-  
fónico.
10. Acido 8-amino-1-hidroxi-2:2'-azonaftaleno-  
-1':3:5'-6-tetrasulfónico.
- Acido 6-amino-1-hidroxi-2-(4'-acetilamino-  
-2'-sulfofenilazo)naftaleno-3-sulfónico.
15. Acido 6-metilamino-1-hidroxi-2-(4'-metoxi-2'-  
-sulfofenilazo)naftaleno-3-sulfónico.
- Acido 8-amino-1-hidroxi-2-fenilazonaftale-  
no-3:6-disulfónico.
- Acido 8-amino-1-hidroxi-2:2'-azonaftaleno-  
-1':3:6-trisulfónico,
20. Acido 6-amino-1-hidroxi-2-(4'-metoxi-2'-sul-  
fofenilazo)naftaleno-3-sulfónico.
- Acido 8-amino-1-hidroxi-2:2'-azonaftaleno-  
-1':3:5'-trisulfónico.
25. Acido 6-amino-1-hidroxi-2:2'-azonaftaleno-  
-1',3,5'-trisulfónico.
- Acido 6-metilapino -1-hidroxi-2:2'-azonaf-  
taleno-1':3:5'-trisulfónico.
- Acido 7-amino-1-hidroxi-2:2'-azonaftaleno-  
-1':3-disulfónico.
- 30.



Acido 8-amino-1-hidroxi-2-(4'-hidroxi-3'-  
-carboxifenilazo)naftaleno-3:6-disulfónico.

Acido 6-amino-1-hidroxi-2-(4'-hidroxi-3'-  
-carboxifenilazo)-naftaleno-3:5-disulfónico.

5. En la Clase (iii)

Acido 8-amino-1-hidroxi-2- $\sqrt{4'}$ -(2''-sulfofe-  
nilazo)-2'-metoxi-5'-metilfenilazo $\sqrt{7}$ naftaleno-3:6-disul-  
fónico

10. 4:4'-di(8''-amino-1''-hidroxi-3''':6''-disul-  
fo-2''-naftilazo)-3:3'-dimetoxidifenilo.

Acido 6-amino-1-hidroxi-2- $\sqrt{4'}$ -(2''-sulfenila-  
zo)-2'-metoxi-5'-metilfenilazo $\sqrt{7}$ naftaleno-3:5-disulfóni-  
co.

En la Clase (iv)

15. Acido 2-(4'-amino-2'-metilfenilazo)naftaleno-  
-4:8-disulfónico,

Acido 2-(4'-amino-2'-acetilaminofenilazo)naf-  
taleno-5:7-disulfónico.

20. Acido 2-(4'-amino-2'-ureidofenilazo)naftale-  
no-3:6:8-trisulfónico,

Acido 4-nitro-4'-(4''-metilaminofenilazo)stil-  
beno-2:2'-disulfónico,

Acido 4-nitro-4'-(4''-amino-2''-metil-5''-me-  
toxifenilazo)estilbeno-2:2'-disulfónico.

25. Acido 2-(4'-amino-2'-acetilaminofenilazo)-naf-  
taleno-4:8-disulfónico,

Acido 4-amino-2-metilazobenceno-2':5'-disul-  
fónico,

30. Acido 4- $\sqrt{4'}$ -(2', 5''-disulfofenilazo)-2',  
5'-dimetilfenilazo $\sqrt{7}$ -1-naftilamina-8-sulfónico.

24 APR 1959

Acido 4- $\sqrt{4}$ '-(2'',5'',7''-trisulfonaft-1-ilazo)-  
-2',5'-dimetilfenilazo $\sqrt{7}$ -1-naftilamina-6-sulfónico.

Acido 4- $\sqrt{4}$ '-(2'',5'',7''-trisulfonat-1-ila-  
zo)2',5'-dimetilfenilazo $\sqrt{7}$ -1-naftilamina-7-sulfónico.

5.

Acido 4- $\sqrt{4}$ '-(2'',5'',7''-trisulfonaft-1-ila-  
zo)-naft-1-ilazo $\sqrt{7}$ -1-naftilamina-6-sulfónico.

Acido 4- $\sqrt{4}$ '-(2'',5''-disulfofenilazo)-6'-sul-  
fonaft-1-ilazo $\sqrt{7}$ -1-1-naftilamina-8-sulfónico,

10.

Acido 4- $\sqrt{4}$ '-(4''-sulfofenilazo)-2'-sulfofeni-  
lazo $\sqrt{7}$ -1-naftilamina-6-sulfónico.

En la clase (v)

1-(2',5'-dicloro-4'-sulfofenil)-3-metil-4-  
-(3''-amino-4''-sulfofenilazo)-5-pirazolona.

15.

1-(4'-sulfofenil)-3-carboxi-4-(4''-amino-3''-  
-sulfofenilazo)-5-pirazolona.

1-(2'-metil-5'-sulfofenil)-3-metil-4-(4''-  
-amino-3''-sulfofenilazo)-5-pirazolona.

1-(2'-sulfofenil)-3-metil-4-(3''-amino-4''-  
-sulfofenilazo)-pirazolona.

20.

Acido 4-amino-4'-(3''-metil-1''-fenil-4''-  
-pirazol-5''-onilazo)stilbeno-2:2'-disulfónico.

Acido 4-amino-4'-(2''-hidroxi-3''; 6''-disul-  
fo-1''-naftilazo)stilbeno-2:2'-disulfónico.

25.

Acido 8-acetilamino-1-hidroxi-2-2(3'-amino-  
-4'-sulfofenilazo)naftaleno-3:6-disulfónico.

Acido 7-(3'-sulfofenilamino)-1-hidroxi-2-  
-(amino'-2'-carboxifenilazo)-naftaleno-3-sulfónico.

Acido 8-fenilamino-1-hidroxi-2-(4'-amino-  
-2'-sulfofenilazo)naftaleno-3:6-disulfónico.

30.

Acido 6-acetilamino-1-hidroxi-2-)5'-amino-



-2'-sulfofenilazo)naftaleno-3-3sulfónico.

Acido 6-ureido-1-hidroxi-2-(5'-amino-2'-sulfofenilazo)-naftaleno-3-sulfónico.

5. Acido 8-benzoilamino-1-hidroxi-2-(5'-amino-2'-sulfofenilazo)-naftaleno-3:6-disulfónico.

1-(4':8'-disulfonaft-2'-il)-3-metil-4-(5''-amino-2''-sulfofenilazo)-5-pirazolona.

1-(2'-sulfofenil)-3-carboxi-4-(5''-amino-2''-sulfofenilazo)-5-pirazolona.

10. 1-(2':5'-dicloro-4'-sulfofenil)-3-metil-4-(5''-amino-2''-sulfofenilazo)-5-pirazolona.

En la Clase (vi)

1-(3'-aminofenil)-3-metil-4-(2':5'-disulfofenilazo)-5-pirazolona.

15. 1-(3'-aminofenil)-3-carboxi-4-(2'-carboxi-4'-sulfofenilazo)-5-pirazolona.

Acido 4-amino-4'- $\sqrt{3}$ ''-metil-4''(2''':5'''-disulfofenilazo)-1''-pirazol-5''-onil $\sqrt{7}$ stilbeno-2:2'-disulfónico.

20. 1-(3'-aminofenil)-3-carboxi-4- $\sqrt{4}$ ''-(2''':5'''-disulfofenilazo)-2''-metoxi-5''-metilfenilazo $\sqrt{7}$ -5-pirazolona.

En la Clase (vii)

25. El complejo de cobre de ácido 8-amino-1-hidroxi-2-(2'-hidroxi-5'-sulfofenilazo)naftaleno-3:6-disulfónico.

El complejo de cobre de ácido 6-amino-1-hidroxi-2-(2'-hidroxi-5'-sulfofenilazo)naftaleno-3-sulfónico.

30. El complejo de cobre de ácido 6-amino-1-



hidroxi-2-(2'-hidroxi-5'-sulfofenilazo)naftaleno-3:6-disulfónico.

- 5. El complejo de cobre de ácido 8-amino-1-hidroxi-2-(2'-hidroxi-3'-cloro-5'-sulfofenilazo)naftaleno-3:6-disulfónico.

El complejo de cobre de ácido 8-amino-1-hidroxi-2-(2'-sulfofenilazo)-2'-metoxi-5'-metilfenilazo/naftaleno-3:6-disulfónico.

- 10. El complejo de cobre de ácido 6-amino-1-hidroxi-2-(2''-5''-disulfofenilazo)-2'-metoxi-5'-metilfenilazo/naftaleno-3, disulfónico.

El complejo de cobre de 1-(3'-amino-4'-sulfofenil)-3-metil-4-(2'''-5'''-disulfofenilazo)-2''-metoxi-5''-metilfenilazo/5-pirazolona.

- 15. El complejo de cobre de ácido 7-(4'-amino-3'-sulfoanilino)-1-hidroxi-2-(2'''-5'''-disulfofenilazo)-2''-metoxi-5''-metilfenilazo/naftaleno-3-sulfónico.

- 20. El complejo de cobre de ácido 6-(4'-amino-3'-sulfoanilino)-1-hidroxi-2-(2''-carboxifenilazo)naftaleno-3-sulfónico.

En la Clase (viii)

- 25. Acido 3-(3'-amino-4'-sulfofenil)sulfamil cobre ftalocianinetri-3-sulfónico.

Acido 4-(3'-amino-4'-sulfofenil)sulfamil cobre ftalocianina -tri-4-sulfónico.

Acido 3-(3' o 4'-amiofenil)sulfamil cobre ftalocianina-3-sulfonamida-di-3-sulfónico.

- 30. En la clase (ix)



Acido 4-amino-2'-nitro-difenilamina-3:4'-  
-disulfónico.

5. Los nuevos tintes reactivos son valiosos para teñir géneros textiles de celulosa, por ejemplo géneros textiles que comprendan algodón natural o regenerado, para teñir dichos géneros, los nuevos tintes se aplican preferiblemente mediante procesos de estampado o preferiblemente teñido, en el género textil de celulosa junto con un tratamiento con un agente aceptor de ácido, v.g, sosa caústica, carbonato, fosfato, silicato o bicarbonato de sodio que se pueden aplicar en el género textil de celulosa antes, durante o después de la aplicación del tintes, cuando se aplican de este modo los nuevos tintes reaccionan con la celulosa y producen tonalidades que poseen una excelente resistencia al lavado.
- 10.
- 15.

El invento puede ilustrarse por medio del ejemplo que sigue en el que las partes se dan en peso pero su alcance no queda limitado a dicho ejemplo.

20. Ejemplo 1

- Se virvió una solución de 3,9 partes de cloruro cianúrico en 25 partes de acetona en una solución refrigerada por hielo de 12,2 partes de 6-(1',5'-disulfonaft-2'-ilazo)-2-metilamino-5-naftol-7-sulfonato trisódico en 500 partes de agua seguido por 20 partes de una solución de hidróxido de sodio N que se añadió según era necesario para, mantener neutra la solución. Se añadió una solución de 4-5 partes de la sal 4,4'-diaminodifeniloxietano-2,2'-disulfonato disódico en 100 partes de agua y se calentó la mezcla a 30°C mien-
- 25.
- 30.



5. tras se añadian 24 partes de solución de hidróxido de sodio N para mantener la solución neutra. Se añadieron 140 partes de cloruro sódico y se filtró y deshidrató el precipitado. El tinte así obtenido era un polvo color naranja; en el análisis se averiguó que contenía 2,5 átomos de cloro enlazado orgánicamente por molécula.

10. El tinte así obtenido, cuando se aplicó en géneros textiles celulósicos en presencia de un agente aceptor de ácido produjo tonalidades color naranja rojizo de excelente resistencia a la luz y a los tratamientos en húmedo.

15. La fijación del tinte anterior se midió en algodón y géneros de rayón de viscosa tiñendo en unas relaciones de 5:1 y 20:1 de líquido a géneros a 90°C como sigue:

20. Una cantidad de tinte correspondiente a  $\frac{1}{2000}$  mol se disolvió en agua y se compuso el volumen apropiado para un teñido 5:1 ó 20:1. Se añadió sal común en la proporción de 60 gr/l y se calentó la solución a 80°C. El género (una madeja de 5 gramos en el caso de teñido 20:1 del algodón, pieza de género en los otros tres casos) se añadió y se tiñó por espacio de 30 minutos a 80°C. Se añadió carbonato sódico en la proporción de 20 gr/l y se continuó tiñendo durante 25. una hora a 80°C. Se sacó el género del líquido de tinte y se lavó en agua (20:1, líquido a géneros) a 80°C por espacio de 30 minutos.

30. Se midieron las cantidades relativas de tinte en el líquido de tinte fresco, líquido de tin-



te agotado y agua de lavado a  $\lambda_{max}$  mediante un espectrofotómetro de absorción y se obtuvieron las cantidades siguientes de fijación:

Género	Relación de líquidos a géneros	
	5:1	20:1
5. Algodón	83%	75%
Rayón de viscosa	92%	89%

Tintes similares empleando una cantidad de tinte correspondiente a  $\frac{1}{600}$  mol y sal en la proporción de 100 gramos por litro dieron los resultados siguientes:

	5:1	20:1
Algodón	83%	73%
Rayón de viscosa	96%	91%

15. La tabla que sigue expone ejemplos adicionales de tintes del invento que pueden obtenerse cuando las 12,2 partes de 6-(1',5'-disulfonaft-2'-ilazo)-2-metilamino-5-naftol-7-sulfonato trisódico utilizado en el ejemplo 1 se reemplaza por la cantidad equivalente del tinte indicado en la columna II de la tabla. La columna III da la tonalidad obtenida cuando el tinte se aplica en géneros textiles celulósicos en presencia de un agente aglutinante de ácido.

	I	II	III
25. Ejemplo 2	2-(4'-amino-2'-ureido-fenilazo)naftaleno3:6:8-trisulfonato trisódico.		Amarillo
Ejemplo 3	Sal trisódica de 1-(4'-sulfofenil)-4-(5''-amino-2''-sulfofenilazo)-		Amarillo verdoso

30.



	I	II	III
		3-carboxi-5-pirazolona.	
5.	Ejemplo 4	Sal disódica de 1-(2':5'-dicloro-4'-sulfofenil)-4-(5''-amino-2''-sulfofenilazo)-3-metil-5-pirazolona.	Amarillo verdoso
	Ejemplo 5	7-fenilazo-1-amino-8-naftol-3,6-disulfonato disódico.	Azul-rojo
10.	Ejemplo 6	7-(2'-sulfofenilazo)-1-amino-8-naftol-3,6-disulfonato trisódico.	"
	Ejemplo 7	4- $\overline{4}$ '-(2'':5'':disulfofenilazo)-2',5'-dimetilfenilazo-1-naftilamina-8-sulfonato trisódico.	Naranja
15.	Ejemplo 8	Complejo de cobre de 7-(2'-hidroxi-3'-cloro-5'-sulfofenilazo)-1-amino-8-naftol-3,6-disulfonato trisódico.	Púrpura
20.	Ejemplo 9	Complejo de cobre de 6-(2'-hidroxi-3'-5'-disulfofenilazo)-2-metilamino-5-naftol-7-sulfonato trisódico.	Rubina
25.	Ejemplo 10	Complejo de cobre de 6-(2'-hidroxi-3':5'-disulfofenilazo)-2-amino-5-naftol-1,7-disulfonato trisódico.	Rubina
	Ejemplo 11	1-amino-4-(4'-aminoanilino) antraquinona-2,3'-disulfonato disódico.	Azúl-verde <sup>so</sup>
30.	Ejemplo 12	1-amino-4-(4'-metilamino-anilino) antraquinona-2,3'-disulfonato disódico.	Azúl



	I	II	III
	Ejemplo 13	1-amino-4-(3'-amino-anilino) antraquinona -2,4'-disulfonato disódico.	Azúl
5.	Ejemplo 14	1-amino-4-(3'-amino-2',4',6'-trimetileamino)antraquinona-2,5'-disulfonato.	Azúl-rojizo
	Ejemplo 15	6-amino-1-hidroxi-2(2'-sulfofenilazo)naftaleno-3-sulfonato di sódico.	Naranja
10.	Ejemplo 16	6-amino-1-hidroxi-2(2',5'-disulfofenilazo)-naftaleno-3-sulfonato trisódico.	Naranja
	Ejemplo 17	6-metilamino-1-hidroxi-2-(2'-sulfofenilazo)-naftaleno-3-sulfonato disódico.	Naranja
15.	Ejemplo 18	7-metilamino-2-(4'-metoxi-2'-sulfofenilazo)-1-naftol-3-sulfónato disódico.	Rojo
	Ejemplo 19	8-(3'-aminobenzoilamino)-2-(2'-sulfofenilazo)-1-naftol-3,6-disulfonato trisódico.	Azúl-rojo
20.	Ejemplo 20	8-amino-1-hidroxi-2,2'-azonaftaleno-1',3,5-, 6-tetrasulfonato trisódico.	Azúl-rojo
25.	Ejemplo 21	8-amino-1-hidroxi-2,2'-azonaftaleno-1,3, 6-trisulfonato trisódico.	Azúl-rojo
	Ejemplo 22	6-amino-2-(4'-metoxi-2'-sulfofenilazo)-1-naftol-3-sulfonato disódico	Escarlata
30.	Ejemplo 23	6-metilamino-2-4'metoxi-2'-sulfofenilazo)-1-naftol-3-sulfonato disódico	Escarlata



I	II	III
	nilazo)-1-naftol-3-sulfonato disódico.	Escarlata
5.	Ejemplo 24 6-amino-1-hidroxi-2,2'-azonaf-taleno-1',3,5'-trisulfonato trisódico.	Naranja-roji- zo
	Ejemplo 25 7-amino-1-hidroxi-2,2'-azonaf-taleno-1',3,5'-trisulfonato trisódico.	Rojo
10.	Ejemplo 26 6-amino-1-hidroxi-2,2'-azonaf-taleno-1',3,5,5'-tetrasulfona-to trisódico.	Naranja-roji- zo
15.	Ejemplo 27 8-amino-2- $\sqrt{4}$ '-(2''-sulfofenilazo)-2'-metoxi-5'-metilfenilazo $\sqrt{7}$ -1-naftol-3,6-3,6-disulfonato trisódico.	Azúl marino
	Ejemplo 28 2-(4'-amino-2'-metil-fenilazo) naftaleno-4,8-disulfonato.	Amarillo
20.	Ejemplo 29 2-(4'-amino-2'-acetil-aminofe-nilazo)naftaleno-5,7-disulfo-nato disódico.	Amarillo
	Ejemplo 30 4-nitro-4'-(4''-metilaminofeni-lazo)stilbeno-2,2-disulfonato disódico.	Amarillo
25.	Ejemplo 31 4- $\sqrt{4}$ '-(2'',5'',7''-trisulfona-tonaft-1-ilazo)2:5'-dimetilfenilazo $\sqrt{4}$ -naftilamina-6-sulfonato trisódico.	Amarillo-ma- rrón
30.	Ejemplo 32 4- $\sqrt{4}$ '-(4''-sulfofenilazo)-2'-sul	



I

II

III

- fofenilazo-7-1-naftilamina-6- Naranja-marrón  
sulfonato trisódico.
5. Ejemplo 33 Sal trisódica de 1-(4'-sulfo  
fenil)-3-carboxi-4-(4''-ami-  
no-3''-sulfofenilazo)-5-pira-  
zolona.
10. Ejemplo 34 8-acetilamino-2-(3'-amino-4'-  
-sulfofenilazo)-1-naftol-3,6-  
-disulfonato trisódico. Rojo
- Ejemplo 35 8-fenilamino-2-(4'-amino-2'-  
-sulfofenilazo)-1-naftol- 3,6-  
-disulfonato trisódico. Azúl
15. Ejemplo 36 6-ureido-2-(5'-amino-2'-sulfo-  
fenilazo)-1-1-naftol-3-sulfona-  
to disódico. Naranja
- Ejemplo 37 8-benzoilamino-2-(5'-amino-2'-  
-sulfofenilazo)-1-naftol-3,6-  
-disulfonato trisódico. Azúl-rojo
20. Ejemplo 38 Sal trisódica de 1-(4',8'-di-  
sulfoneft-2'-il)-3-metil-4-  
-(5''-amino-2''-sulfofenilazo)  
-5-pirazolona. Amarillo
25. Ejemplo 39 Sal trisódica de 1-(2'-metil-3'  
-amino-5'-sulfofenil)-3-carbo-  
xi-4-2''-sulfofenilazo-7-5-pira-  
zolona. Amarillo
30. Ejemplo 40 Complejo de cobre de 6-amino-2-  
-(2'-hidroxi-5'-sulfofenilazo)-  
-1-naftol-3,5-disulfonato trisó

24 ABR 1968



I

III

dico.

- 5. Ejemplo 41 Complejo de cobre de 6-metila- Azúl-marino  
mino-2-[4'-(2'',5''-disulfofe-  
nilazo)-2'-metoxi-5'-metilfeni-  
lazo]-1-naftol-3-sulfonato tri-  
sódico.
- 10. Ejemplo 42 Complejo de cobre de 8-amino- Azúl  
-1,2'-dihidroxi-1',2'-azonafta-  
leno-3,4',6'-trisulfonato trisó-  
dico.
- 15. Ejemplo 43 Complejo de cobre 8-amino-1,1'- Azúl  
-dihidroxi-2,2'-azonaftaleno-3,4',  
6,8'-tetrasulfonato trisódico.
- Ejemplo 44 Complejo de cobre de 8-amino-2- Azúl  
-(2'-hidroxi-3'-sulfo-5'-amino-  
fenilazo)-1-naftol-5,7-disulfona-  
to trisódico.
- 20. Ejemplo 45 Complejo de cobre de 8-amino-2- Azúl  
-(2'-hidroxi-4'-sulfo-6'-amino-  
naft-1'-ilazo)-1-naftol-5,7-di-  
sulfonato trisódico.
- 25. Ejemplo 46 Complejo de cobre de 6-(4'-amino- Púrpura  
-3'-sulfofenilemino)-2-(2''-hi-  
droxi-3''-nitro-5''-sulfofeni-  
lazo)-1-naftol-3-sulfonato tri-  
sódico.
- Ejemplo 47 4-amino-2'-nitrodifenilamino-3,4' Amarillo  
-disulfonato disódico.
- 30. Ejemplo 48 8-amino-7-(2'-5'-disulfenilazo) Azúl-marino  
-2-(5''-amino-2''-sulfofenilazo)-



I

II

III

1-naftol-3,6-disulfonato pen-  
tasódico.

5. Ejemplo 49 2-amino-1-(4'-amino-2',5'-  
-disulfofenilazo)-8-naftol-  
-6-sulfonato trisódico. Azúl

Ejemplo 50 3-(3'-amino-4'-sulfofenil)sul- Turquesa  
famil cobre ftalocianina-tri-  
sulfonato trisódico.

10. La fijación del tinte del ejemplo 2 anterior,  
medida según se ha descrito en el ejemplo 1, fué:

A M/2000:

	5:1	20:1
Algodón	94%	89%
15. Rayón de viscosa	97%	96%

A M/500

	5:1	20:1
Algodón	92%	80%
Rayón	97%	95%

20. Ejemplo 51

Se virtió una solución de 3,7 partes de clo-  
ruro cianúrico en 30 partes de acetona en una solución  
refrigerada por hielo de 4,5 partes de 4,4'-diaminodi-  
fenoxietano-3,3'-disulfonato disódico en 100 partes  
25. de agua. Ulteriormente se añadieron 20 partes de una  
solución de hidróxido de sodio N para neutralizar la  
acidez generada. Se añadió una solución de 9,3 partes  
de 2-(4'-amino-2'-metilfenilazo)naftaleno-4,8-disul-  
fonato disódico en 200 partes de agua y se agitó la  
30. mezcla y se calentó por espacio de 20 horas a 35°C



mientras se añadían 20 partes de una solución de hidróxido de sodio N para mantener neutra la solución. Después se añadieron 100 partes de cloruro de potasio y se filtró el precipitado y se deshidrató a 50°C.

5. El tinte así obtenido era un polvo amarillo que, cuando se aplicaba en géneros textiles celulósicos en presencia de agentes aglutinantes de ácido, producía tonalidades amarillas de excelente resistencia a la luz y a los tratamientos en húmedo.

10.

-N O T A-

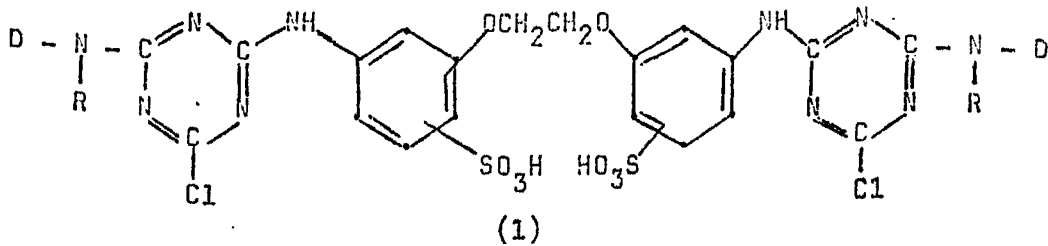
Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en Inglaterra nº 11184/68 de 7 de marzo de 1968 accigiéndose, por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE TINTES REACTIVOS", caracterizándose por lo siguiente:

20.

1ª.- Procedimiento para la obtención de tintes reactivos, representados por la fórmula general:

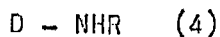
25.

24 ABR 1969



en la que R representa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo, y  $D - \underset{\begin{array}{c} | \\ R \end{array}}{N} -$  representa el radical de un compuesto de color hidrosoluble que contiene un grupo

10. -NHR, caracterizado porque comprende el reaccionar cloruro cianúrico, en cualquier orden, con una proporción molecular del tinte hidrosoluble de fórmula:



15. y con media proporción molecular de un ácido diamino-difenoxietano disulfónico.

2a.- "Procedimiento para la obtención de tintes reactivos", tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

20. Esta memoria consta de 25 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

26 ABR. 1969

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

\* GOMEZ ACEBO Y MODEY  
64 de Francisco R. Hernández Ruiz