



388609

CAS 6982

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>e09</u>
SUBCLASE <u>B</u>

PATENTE

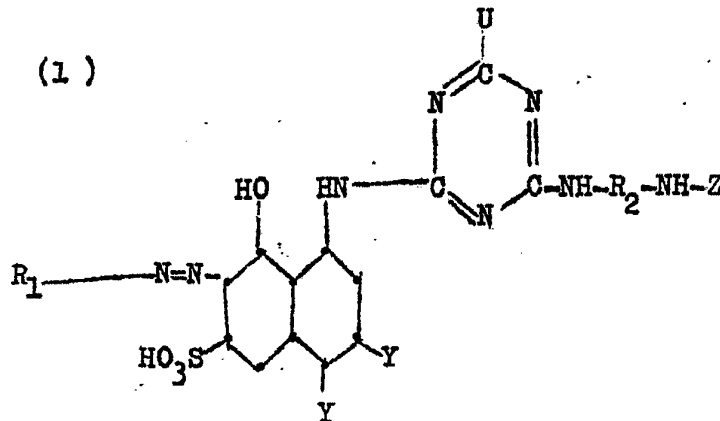
DE

INVENCIÓN

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE NUEVOS COMPUESTOS AZOICOS", a favor de la firma suiza CIBA-GEIGY AG, residente en BASILEA (Suiza).

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a nuevos y valiosos compuestos azoicos que corresponden a la fórmula





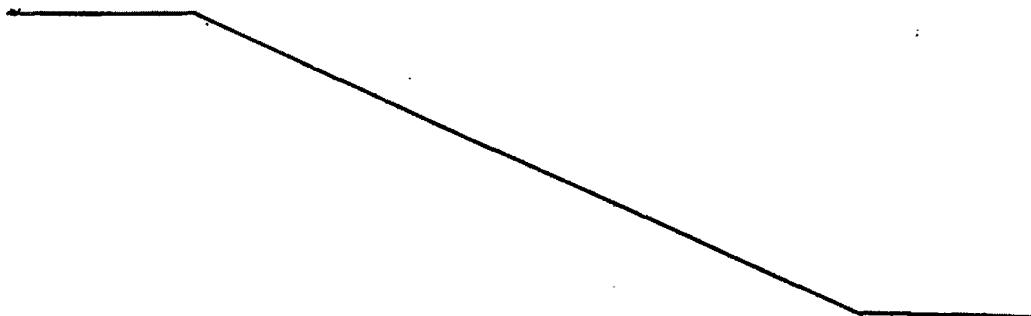
388609

en la que

- U significa un átomo de halógeno (en particular, un átomo de cloro o de bromo);
5. R_1 significa un radical orto-sulfobencénico o un radical beta-naftalínico que lleva en posición orto un grupo de ácido sulfónico;
- una Y significa un átomo de hidrógeno y la otra Y significa un grupo de ácido sulfónico;
10. R_2 significa un radical bencénico que lleva un grupo de ácido carboxílico o, con ventaja, uno o dos grupos de ácido sulfónico;
- y
15. Z significa un sustituyente fibrorreactivo monohalogentriacínico que contiene un radical alquílico o arílico ligado por medio de un átomo de oxígeno o de azufre.

A título de compuestos azoicos conformes a este invento cabe señalar sobre todo aquellos en los que Z significa un radical 2-alcoxi-4-cloro-1,3,5-triacínico.

20. Los compuestos azoicos conformes a este invento se obtienen condensando haluros de tricianógeno con ácido 1-amino-8-hidroxinaftalín-3,6 o 4,6-disulfónico, para formar compuestos de la fórmula

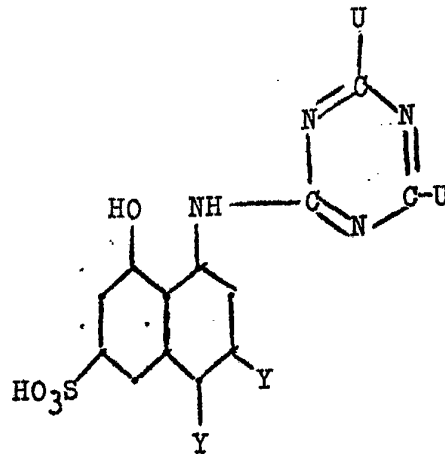


388609



5.

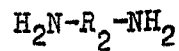
(2)



10.

en la que el significado de los símbolos U e Y se deduce de la fórmula (1) ya explicada, haciendo reaccionar estos últimos con aminas de la fórmula

(3)



en la que

R_2 significa un radical bencénico,

15.

condensando los productos de condensación obtenidos con dihalogentriacinas o trihalogentriacinas, cambiando en este último caso un átomo de halógeno por condensación con un alcohol o un mercaptano y, en una etapa cualquiera del procedimiento (aún antes o después de las condensaciones),

20.

formando compuestos azoicos por copulación con compuestos diazoicos derivados de aminas de la fórmula





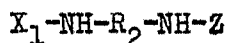
388609

(4) $R_1 - NH_2$,

en la que

R_1 tiene el significado que se expone en la explicación de la fórmula (1).

5. Los compuestos de la fórmula (1) conformes a este invento se obtienen asimismo si en el procedimiento que se ha expuesto se hace reaccionar, en lugar de una diamina de la fórmula (3), una diamina ya monoacilada con dihalogentriacina o trihalogentriacina. Otra variante de preparación consiste en condensar el ácido 1-amino-8-hidroxinaftalín-3,6 o 4,6-disulfónico con un compuesto de la fórmula
- 10.

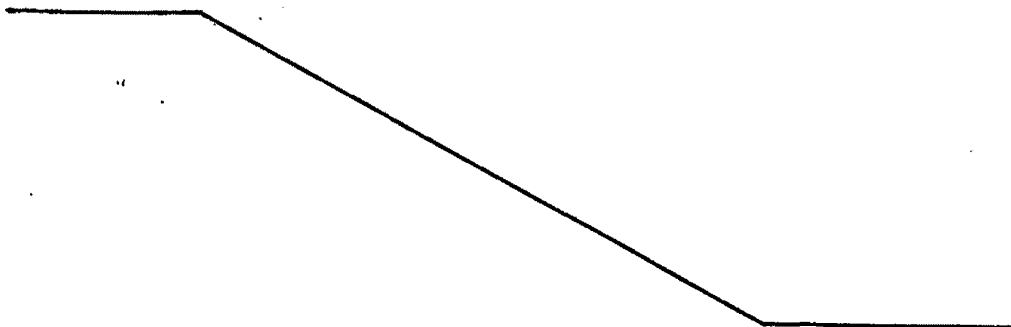


en la que

- R_2 representa un radical bencénico;
15. Z tiene el significado que se le asigna en la explicación de la fórmula (1);

y

- X_1 represente un grupo dihalogentriacínico, y, antes o después de la condensación, se copula con compuestos diazoicos derivados de aminas de la fórmula
- 20.





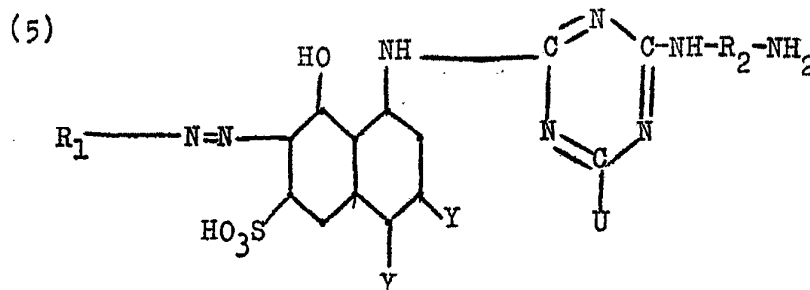
388609

(4) $R_1 - NH_2$

en la que

R_1 tiene el significado que se le asigna en la explicación de la fórmula (1).

5. También se obtienen los compuestos de la fórmula (1) conformes a este invento si se parte de compuestos azoicos de la fórmula



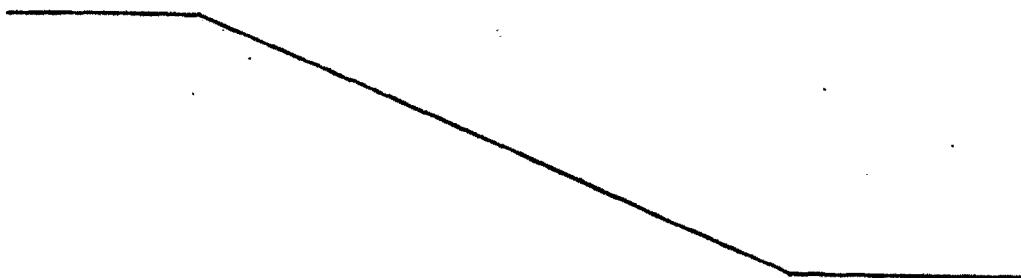
10.

en la que

R_1 , R_2 , U e Y tienen el mismo significado que se les asigna en la explicación de la fórmula (1), y se hacen reaccionar éstos con derivados de 2,4-dihalo-
gen-1,3,5-triacinas.

15.

Las condensaciones de este invento se realizan convenientemente con empleo de agentes aceptores de ácido (como carbonato sódico o hidróxido sódico) y en condiciones



388609



tales que en el producto final quedan todavía átomos de halógeno cambiables; es decir, por ejemplo, en disolventes orgánicos o, a temperaturas relativamente bajas, en medio acuoso.

5. En calidad de materias de partida de la fórmula (3) entran en cuenta particularmente los ácidos meta- o para-diaminobencen-carboxílicos o -sulfónicos que pueden ser substituídos por átomos de halógeno (como, por ejemplo, átomos de cloro o de bromo) o grupos alquílicos (como, por ejemplo, el grupo metílico, etílico o isopropílico).

10.

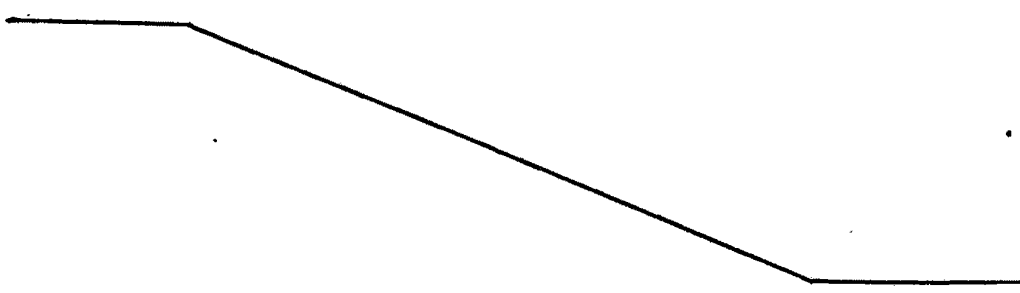
A título de ejemplos merecen mención:

15.

20.

- el ácido 1,4-diaminobencen-2-sulfónico,
- el ácido 1-N-metilamino-4-aminobencen-2-sulfónico,
- el ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico,
- el ácido 2,4-diaminotoluen-5-sulfónico,
- el ácido 1,4-diamino-2-clorobencen-6-sulfónico,
- el ácido 1,4-diaminobencen-2,5-disulfónico,
- el ácido 2,4-diaminotoluen-6-sulfónico,
- el ácido 1,3-diaminobencen-4,6-disulfónico,
- el ácido 2,6-diaminotoluen-4-sulfónico,
- el ácido 1,3-diamino-2,4,6-trimetilbencen-5-sulfónico y
- el ácido 1,4-diaminobencen-2-carboxílico.

En calidad de dihalogentriacinas y trihalogentriacinas entran en cuenta como materias de partida las siguien-



388609



tes, por ejemplo:

la 2,4,6-tricloro (o tribromo o trifluoro)-1,3,5-triacina

y

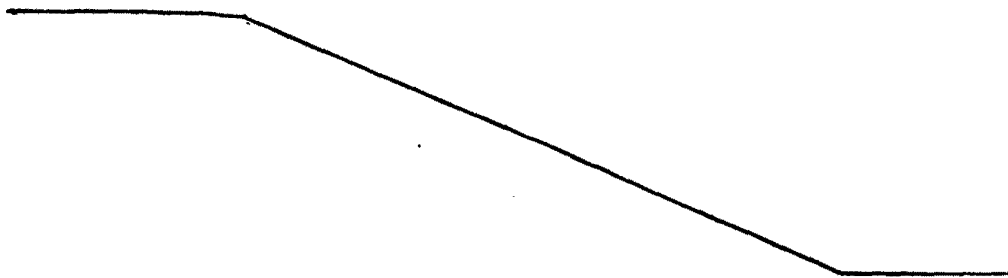
las 4,6-dicloro (o dibromo o difluoro)-1,3,5-triacinas

5. que están substituídas en la posición 2 por el radical de un compuesto alifático o aromático, mercáptico (ligado por el átomo de azufre) o respectivamente hidroxílico (ligado por el átomo de oxígeno).

10. En calidad de compuestos cuyos radicales pueden unirse en la posición 2 al núcleo triacínico por reacción con trihalogentriacinas cabe citar, por ejemplo, los siguientes:

15. Compuestos de mercapto o de hidroxilo alifáticos o aromáticos, como tioalcoholes, ácido tioglicólico, tiofenoles, alcoxialcanoles, alcohol metílico, etílico e isopropílico, ácido glicólico, fenol, cloro- o nitro-fenoles, ácidos fenol-carboxílicos y -sulfónicos, naftenos, ácidos naftensulfónicos, etc.

20. En calidad de 4,6-dihalogen-1,3,5-triacinas que presentan en la posición 2 un grupo oxi esterificado entran en cuenta por ejemplo los productos de mono-condensación de cloruro de triclanógeno o bromuro de triclanógeno con los compuestos hidroxílicos siguientes:



388609

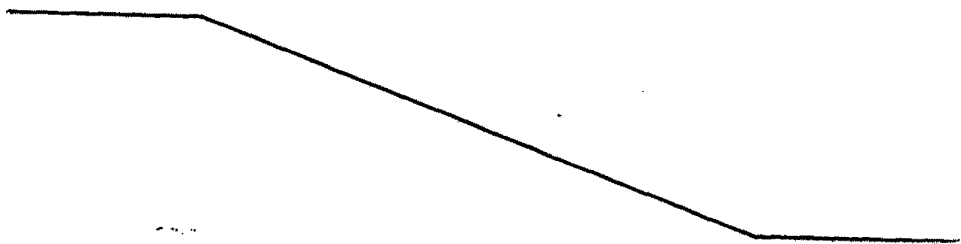


- fenol,
 - para-cresol,
 - orto-clorofenol,
 - metanol,
 - 5. etanol,
 - propanol-(1),
 - propanol-(2),
 - butanol-(1),
 - alcohol alílico,
 - 10. alcohol propargílico,
 - 2-metoxi- y 2-etoxi-etanol,
 - 3-(1-metil-etoxi)-propanol-(1),
 - 2-metil-propanol-(1),
 - pentanol-(1),
 - 15. 3-metil-butanol-(1),
 - 2-metil-butanol-(1),
 - hexanol-(1),
 - 2,2-dimetil-pentanol-(1),
 - 2-cloroetanol,
 - 20. 3-cloro-propanol-(1),
 - 2-butiloxi-etanol-(1),
 - 3-metoxi-butanol-(1),
 - 2-(2-metoxi-etoxi)-etanol-(1),
 - 2-etoxi-etoxi-metanol,
 - 25. 2-etilmercapto-etanol-(1),
 - 2-fenoxi-etanol-(1),
-

388609



- ciclohexilmetanol,
acetato de 2-hidroxietilo,
alcohol tetrahidrofurfurílico,
2-buten-1-ol,
5. ácido glicólico,
alcohol 1-metil-2-etoxi-etílico,
alcohol 1-metil-2-metoxi-etílico,
butanol-(2),
hexanol-(2),
10. 1,3-dietoxi-propenol-(2),
3-metil-butanol-(2),
ciclopentanol,
ciclohexanol,
2-metil-ciclohexanol,
15. 3-hidroxitetrahidrofurano,
alcohol bencílico,
pentanol-(3),
alcohol orto-hidroxibencílico,
alcohol para-metoxibencílico,
20. alcohol 3-fenil-alílico,
ácido fenol-2 o 4-sulfónico,
ácido fenol-2,4-disulfónico,
ácido fenol-2-carboxílico,
etc.
25. La introducción del sustituyente situado en la



388609



posición 2 del radical triacínico puede efectuarse también después de la condensación con la diamina de partida o después de la copulación según este invento para formar el compuesto azoico.

5. En calidad de componentes diazoicos de la fórmula (4) entran en cuenta, por ejemplo, los siguientes:

ácido 2-aminonaftalin-1-sulfónico

ácido 2-aminonaftalin-1,5-disulfónico,

ácido 2-aminonaftalin-1,5,7-trisulfónico,

10. ácido anilin-orto-sulfónico,

ácido 4-acetilaminoanilin-2-sulfónico,

ácido anilin-2,4 o 2,5-disulfónico,

ácido 4-metoxi- o 4-metil-anilin-2-sulfónico,

ácido 6-metilanilin-2,4-disulfónico,

15. ácido 2-metilanilin-4,6-disulfónico,

ácido 4-cloroanilin-2-sulfónico,

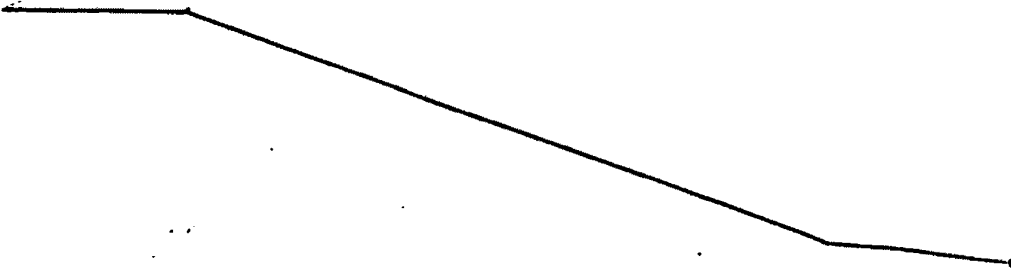
ácido 3-metil-4-cloroanilin-6-sulfónico,

ácido 3-carboxianilin-6-sulfónico y

ácido 2-aminonaftalin-3,6,8-trisulfónico.

20. La diazoación de estas aminas se realiza por métodos ya usuales, con ayuda, por ejemplo, de nitrito sódico y ácidos minerales; y la copulación se realiza igualmente por métodos ya conocidos, en medio acuoso alcalino.

En los compuestos de la fórmula (1) obtenidos por



388609



el procedimiento aquí expuesto, los átomos de halógeno móviles de uno u otro sustituyente fibrorreactivo pueden reemplazarse con facilidad, por ejemplo por reacción con aminas terciarias o con hidracinas (como la dimetilhidracina), con lo cual se originan compuestos fibrorreactivos cuyo sustituyente desdoblable está constituido por un grupo de amonio cuaternario o de hidracinio ligado a un átomo de carbono, en particular de un radical heterocíclico.

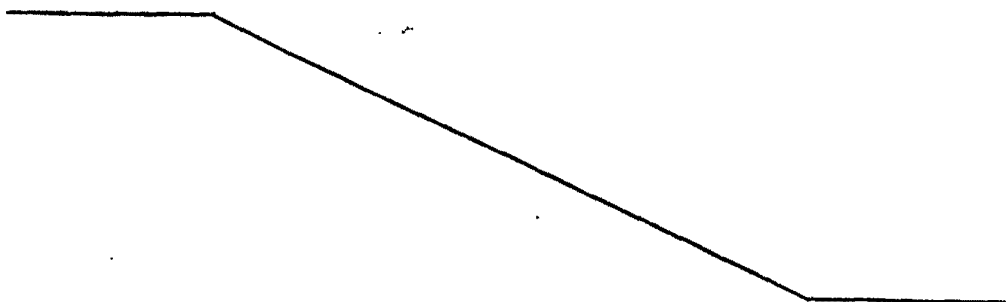
5.

10.

15.

20.

Los nuevos compuestos azoicos de la fórmula (1) conformes a este invento pueden emplearse como colorantes. Se los puede aislar y elaborar en preparados tintóreos secos utilizables. El aislamiento se efectúa preferentemente a las temperaturas más bajas que sea posible, por salificación y filtración. Los colorantes filtrados pueden secarse, eventualmente después de añadirles agentes de corte o encabezamiento y/o amortiguadores o tamponadores, por ejemplo después de añadirles una mezcla en partes iguales de fosfato monosódico y fosfato disódico; el secado se efectúa de preferencia a temperaturas no demasiado altas y con presión reducida. Mediante secado por pulverización de toda la mezcla de preparación es posible en ciertos casos producir los preparados secos según este invento directamente, es decir, sin aislamiento intermedio de los colorantes.



388609

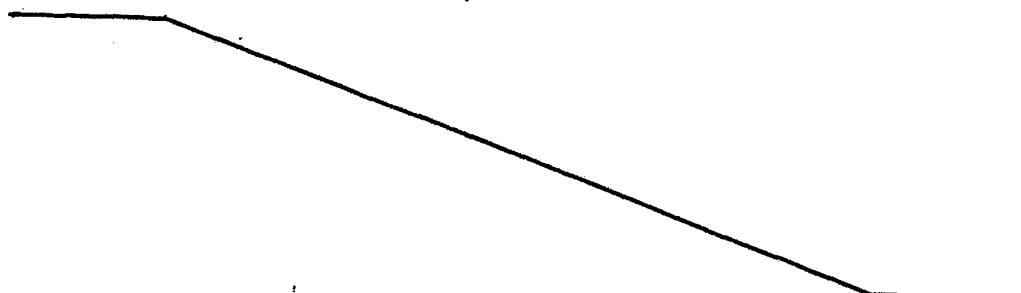


Los nuevos colorantes conformes a este invento sirven para teñir y estampar los más diversos materiales, como seda, cuero, lana, fibras de superpoliamida y superpoliuretanos, pero en particular los materiales celulósicos

5. de estructura fibrosa, como lino, celulosa natural, celulosa regenerada y, sobre todo, algodón. Se prestan particularmente para teñir la celulosa por el procedimiento del fular, según el cual se impregna el género con soluciones de colorantes acuosas, y eventualmente también salinas, y se fijan los colorantes al género para teñir, por medio de un tratamiento alcalino y de preferencia en caliente.
10. Este procedimiento y los métodos de estampación dan tinturas y estampados que se distinguen normalmente por buena solidez a la luz, alto grado de fijación y, sobre todo, sobresalientes propiedades de solidez a la humedad y fácil eliminación de las porciones de colorante no fijadas.
- 15.

20. Con los nuevos colorantes se obtienen pastas de estampar más estables que con los productos más próximamente comparables; además, proporcionan tinturas más sólidas, especialmente en atmósfera ácida.

En los ejemplos que siguen, mientras no se advierta otra cosa, las partes significan partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso; las temperaturas están expresadas en grados centígrados.

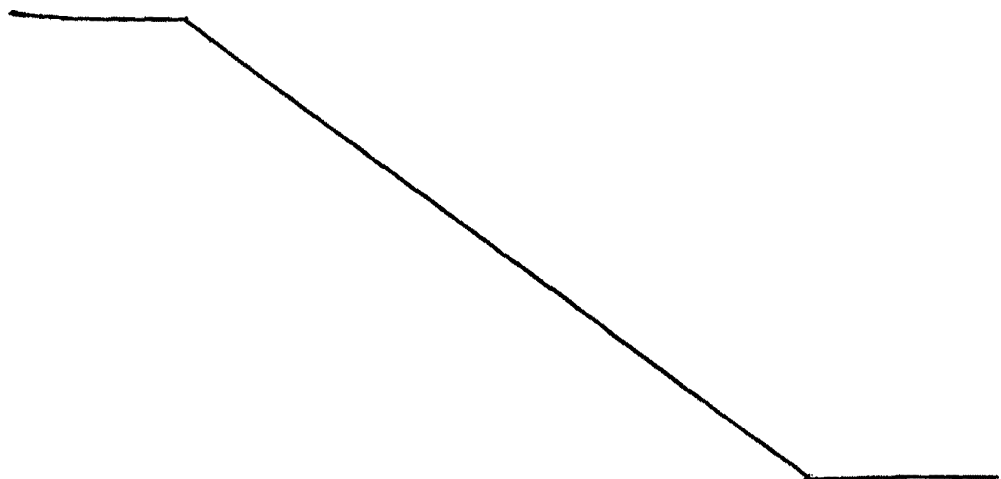


388609

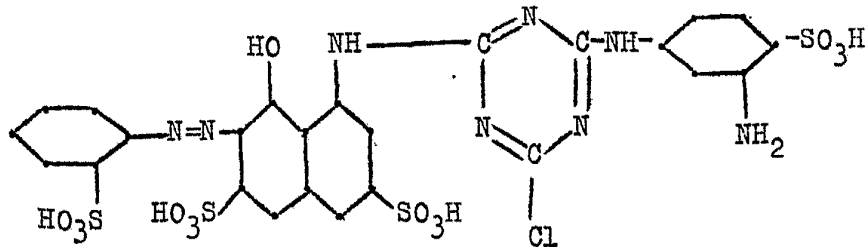


Ejemplo 1

- A una suspensión fina de 185 partes de cloruro de tricloroetano en 1200 partes de agua helada se añade una solución neutra y helada de 319 partes de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalín-3,6-disulfónico en 1700 partes de agua.
5. Se instilan en el curso de una hora alrededor de 100 partes de lejía sódica 10-n, con lo que el pH de la mezcla reaccional se mantiene alrededor de 2,5. Después de la acilación completa del grupo amínico, la solución obtenida
10. se trata con una solución neutra de 188 partes de ácido meta-fenilendiaminosulfónico en 1600 partes de agua y durante la condensación se mantiene el pH entre 3,5 y 4,0 por instilación de lejía sódica 10-n. La segunda condensación queda terminada al cabo de unas 2 horas. A continuación se neutraliza con lejía sódica 10-n el componente
15. de copulación así obtenido y, después de agregar 150 partes de bicarbonato sódico, se hace afluir el compuesto diazoico, preparado de la manera ordinaria a partir de 173 partes de ácido ortanílico. La copulación queda terminada
20. al cabo de una hora aproximadamente y se separa entonces por filtración el colorante precipitado, de la fórmula



388600



5.

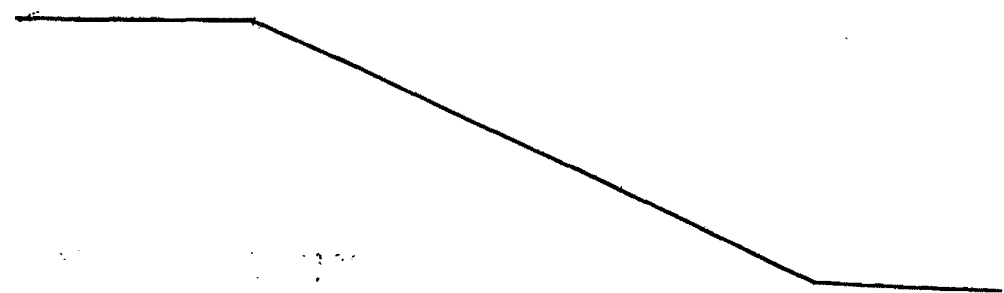
Una suspensión neutra de 80,25 partes del colorante anterior en 500 partes de agua se trata con 23 partes de isopropoxidiclorotriacina y se calienta la mezcla reaccional a unos 45°. Se origina una solución límpida, y durante la condensación se mantiene el pH entre 6,5 y 7,0 por instilación de unas 50 partes de lejía sódica 2-n. Efectuada la acilación, se evapora en vacío, hasta sequedad, la solución de colorante obtenida.

10.

Con el colorante así obtenido puede estamparse el algodón con tonos rojos.

15.

Se obtienen colorantes semejantes si, a tenor de las indicaciones de este ejemplo, se emplean los componentes diazoicos de la columna I, los componentes de copulación de la columna II, las diaminas de la columna III y las alcóxidiclorotriacinas de la columna IV.



388609



I	II	III	IV
ácido 1-aminoben- cen-2-sulfónico	ácido 1-amino- 8-hidroxi-naf- talin-3,6-disul- fónico	ácido 1,3-diami- nobencen-4-sul- fónico	2-metoxi-4,6- dicloro-1,3,5- triacina
"	"	"	2-etoxi-4,6- dicloro-1,3,5- triacina
"	"	"	2-propiloxi- 4,6-dicloro- 1,3,5-triacina
"	"	"	2-beta-etoxie- toxi-4,6-diclo- ro-1,3,5-tria- cina
"	"	"	2-ciclohexilo- xi-4,6-dicloro- 1,3,5-triacina
"	"	"	2-fenoxi-4,6- dicloro-1,3,5- triacina
ácido 1-aminoben- cen-2,4-disulfó- nico	"	ácido 1,4-dia- minobencen-2- sulfónico	2-isopropoxi- 4,6-dicloro-1,3, 5-triacina
ácido 1-aminoben- cen-2,5-disulfó- nico	ácido 1-amino- 8-hidroxi-naf- talin-4,6-di- sulfónico	"	"
ácido 1-amino-2- metil-bencen-4,6- disulfónico	ácido 1-amino- 8-hidroxi-naf- talin-3,6-di- sulfónico	ácido 1,3-dia- minobencen-4- sulfónico	"



388609

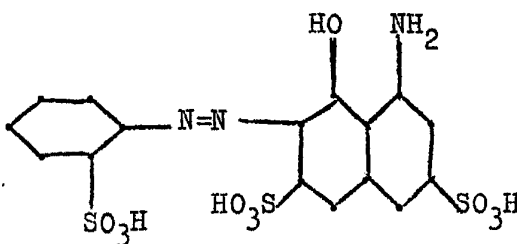
I	II	III	IV
ácido 1-amino-4-metil-bencen-6-sulfónico	ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico	ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico	2-isopropoxi-4,6-dicloro-1,3,5-triacina
ácido 1-amino-4-cloro-bencen-6-sulfónico	"	ácido 1,3-diamino-4-metil-bencen-6-sulfónico	2-isopropoxi-4,6-dicloro-1,3,5-triacina
ácido 1-amino-4-metoxibencen-6-sulfónico	"	ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico	"
ácido 1-amino-3-metil-4-clorobencen-6-sulfónico	ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-4,6-disulfónico	"	"
ácido 1-amino-3-carboxi-bencen-6-sulfónico	"	"	"
ácido 2-amino-naftalin-1,5-disulfónico	"	ácido 1,3-diamino-2,4,6-trimetilbencen-5-sulfónico	"
ácido 2-amino-naftalin-3,6,8-trisulfónico	"	ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico	"
ácido 2-amino-naftalin-1,5,7-trisulfónico	"	"	"
ácido 1-aminobencen-2-sulfónico	"	ácido 1,4-diaminobencen-2,5-disulfónico	"

388609

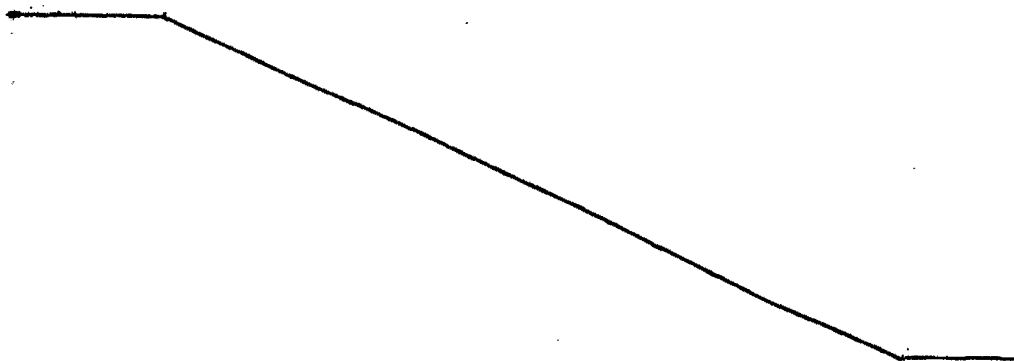


Ejemplo 2

5. Agitando enérgicamente, se trata con 218 partes de isopropoxidiclorotriacina una solución neutra y helada de 188 partes de ácido meta-fenilendiaminosulfónico en 2000 partes de agua. Se mantiene el pH entre 5 y 7 durante la condensación instilando lejía sódica 10-n y a continuación la solución obtenida del ácido meta-fenilendiaminosulfónico acilado se trata con 185 partes de cloruro de triclorógeno. Se aumenta la temperatura hasta 40° y se mantiene el pH entre 6 y 7 durante la condensación por instilación de lejía sódica 10-n. Terminada la condensación, el producto intermediario obtenido se condensa todavía con 503 partes del colorante aminoazoico de la fórmula
- 10.
- 15.



De esta manera se obtiene un colorante que tinte el algodón en tonos rojos azulados.

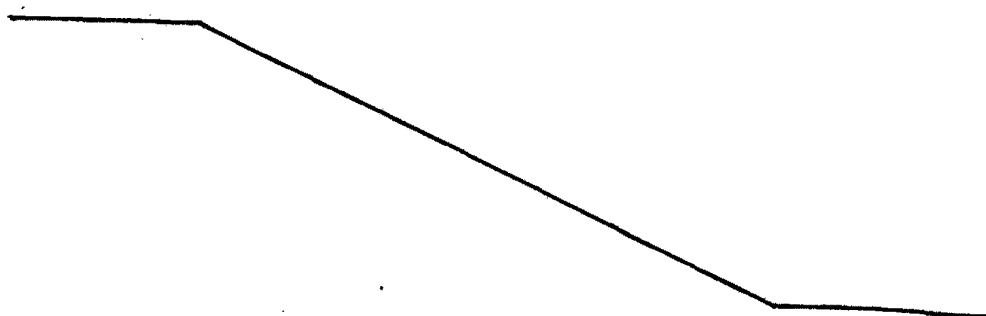


388609



Ejemplo 3

- Se hacen reaccionar, siguiendo las indicaciones del Ejemplo 1, 319 partes de ácido 1-amino-3-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico con 185 partes de cloruro de tricloronógeno. Tan pronto como no son ya perceptibles grupos
5. amínicos libres, se añade a la solución obtenida el compuesto diazoico preparado a base de 173 partes de ácido ortanílico y se hace afluir despacio a la mezcla de copulación lejía sódica 10-n para que el pH suba hasta 7 en el curso de algunas horas.
10. Entre tanto se trata con 218 partes de isopropoxi-diclorotriacina, mientras se agita enérgicamente, una solución neutra y helada de 188 partes de ácido meta-fenilendiaminosulfónico en 2000 partes de agua. Mediante instilación de lejía sódica 10-n se mantiene el pH de la solución
15. entre 5 y 7 durante la condensación. La solución obtenida del ácido meta-fenilendiaminosulfónico acilado se vierte luego en la solución del colorante diclorotriacínico que se ha descrito antes, se calienta la mezcla reaccional hasta temperatura de 40 a 50° y se mantiene el pH
20. entre 6 y 7 durante la condensación por instilación de lejía sódica 10-n. Terminada la condensación, se precipita por salificación el colorante originado, se le separa por filtración y se le seca.



388609



El producto así obtenido tiñe el algodón en matices rojos azulados.

5. Si para la acilación del ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico se emplea, en lugar del cloruro de triclanógeno, una cantidad equivalente de bromuro de triclanógeno, se obtiene un colorante semejante.

10. Se consiguen colorantes semejantes si, a tenor de las indicaciones de este ejemplo, se emplean los componentes diazoicos de la columna I, los componentes de copulación de la columna II, las diaminas de la columna III y las alcoxidiclorotriacinas de la columna IV.

I	II	III	IV
ácido 1-amino-4-metil-bencen-6-sulfónico	ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico	ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico	2-isopropoxi-4,6-dicloro-1,3,5-triacina
"	"	"	2-beta-etoxietoxi-4,6-dicloro-1,3,5-triacina
ácido 1-amino-bencen-2-sulfónico	ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-4,6-disulfónico	"	2-isopropoxi-4,6-dicloro-1,3,5-triacina
ácido 2-amino-naftalin-1,5-disulfónico	ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico	ácido 1,3-diamino-4-metilbencen-6-sulfónico	2-metoxi-4,6-dicloro-1,3,5-triacina

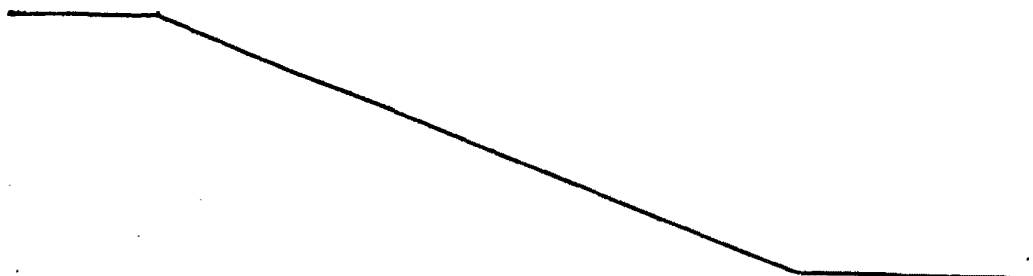
388609



	I	II	III	IV
	ácido 2-amino-naf- talin-1,5,7-tri- sulfónico	ácido 1-amino-8- hidroxinaftalin- 3,6-disulfónico	ácido 1,3-diami- nobencen-4-sul- fónico	2-metoxi-4,6- dicloro-1,3, 5-triacina
	ácido 2-amino-naf- talin-3,6,8-tri- sulfónico	"	ácido 1,4-diami- nobencen-2-sul- fónico	2-isopropo- xi-4,6-diclo- ro-1,3,5-tria- cina
	ácido 1-amino-4- metoxi-bencen-6- sulfónico	"	ácido 1,3-diami- nobencen-4-sulfó- nico	"
5.	ácido 1-aminoben- cen-2-sulfónico	"	ácido 1,3-diami- nobencen-4,6-di- sulfónico	"
	"	"	"	2-feniltio- 4,6-dicloro- 1,3,5-tria- cina
10.	"	"	ácido 1,4-diami- nobencen-2-car- boxílico	2-isopropo- xi-4,6-di- cloro-1,3,5- triacina

Ejemplo 4

Se hacen reaccionar según las indicaciones del
Ejemplo 1, 319 partes de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,
15. 6-disulfónico con 185 partes de cloruro de tricianógeno.
La solución obtenida se hace reaccionar luego con el pro-
ducto de condensación de 188 partes de ácido meta-fenilen-



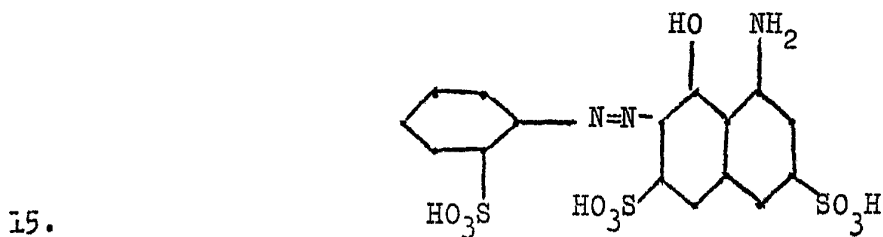
388609



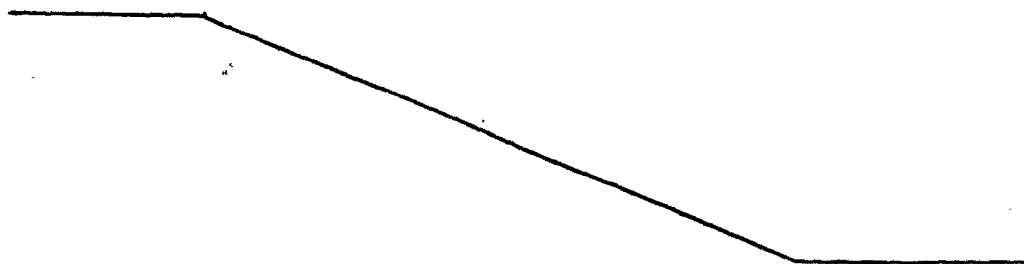
5. diaminosulfónico y 218 partes de isopropoxidiclorotriacina. Copulando a continuación el componente de copulación así obtenido con el componente diazoico preparado a base de 173 partes de ácido ortanílico, se obtiene, después de la amortiguación, un colorante que tiñe el algodón en tonos rojos azulados.

Ejemplo 5

10. Se hacen reaccionar con 185 partes de cloruro de tricianógeno 503 partes del colorante aminoazoico de la fórmula



20. obtenido de manera conocida por copulación, alcalinizada con bicarbonato, de ácido ortanílico con ácido l-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico. El colorante diclorotriacínico así obtenido se condensa a continuación, siguiendo las indicaciones del Ejemplo 4, con el producto de monocondensación de 188 partes de ácido meta-fenilendiaminosulfónico y 218 partes de isopropoxidiclorotriacina.



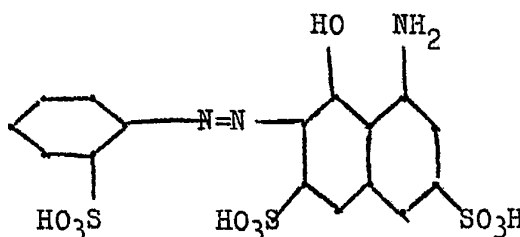
388609



De esta manera se obtiene un colorante que es idéntico al producto del Ejemplo 3.

Ejemplo 6

5. Se hacen reaccionar con 185 partes de cloruro de tricloroetano 503 partes del colorante aminoazoico de la fórmula

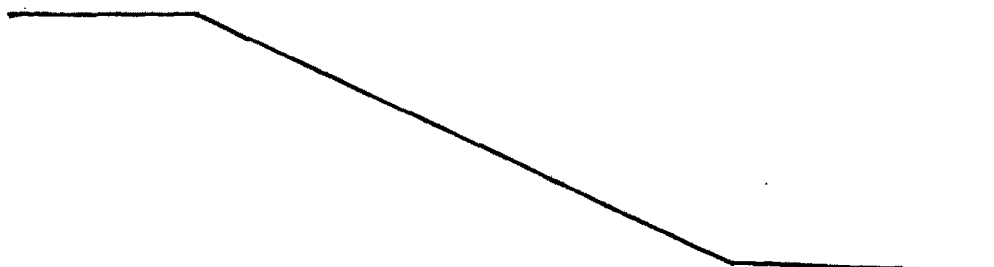


10.

15. y el colorante diclorotriacético así obtenido se condensa a continuación con 188 partes de ácido meta-fenilendiaminosulfónico y se hace reaccionar luego, a temperatura de 40 a 60°, con 218 partes de isopropoxidiclorotriacina. El colorante preparado de este modo es idéntico al colorante del Ejemplo 1.

Prescripción tintórea

Se disuelven en 100 partes de agua 2 partes de colorante con adición de 0,5 partes de sodio metanitrobenzensul-



388609



fónico. Con la solución obtenida se impregna un tejido de algodón de manera que aumente en el 75 % de su peso, y luego se le seca.

5. A continuación se impregna el tejido con una solución, caliente a 20°, que contiene por litro 5 gramos de hidróxido sódico y 300 gramos de cloruro sódico, se exprime hasta el 75 % de aumento de peso, se vaporiza la tintura durante 20 a 30 segundos a temperatura de 100 a 101°, se la enjuaga, se la enjabona durante un cuarto de hora en una solución hirviente al 0,3 % de un detergente desionizado, se vuelve a enjuagar y se seca.
- 10.

Receta para estampar

15. Con agitación rápida, se deslíen 2 partes de colorante en 100 partes de un espesamiento generatriz que contiene 45 partes de espesante de alginato sódico al 5 %, 32 partes de agua, 20 partes de urea, 1 parte de sodio meta-nitro-bencensulfónico y 2 partes de bicarbonato sódico.

20. Con la pasta de estampar así obtenida se estampa en una estampadora de rodillos un tejido de algodón y el género estampado que se obtiene se vaporiza durante 1 a 2 minutos a 100°, con vapor saturado. Luego se aclara perfectamente en agua fría y agua caliente el tejido estampado, con lo cual se pueden eliminar muy fácilmente de las fibras las porciones no fijadas químicamente, y a continuación se
25. le seca.
-

388609



REIVINDICACIONES

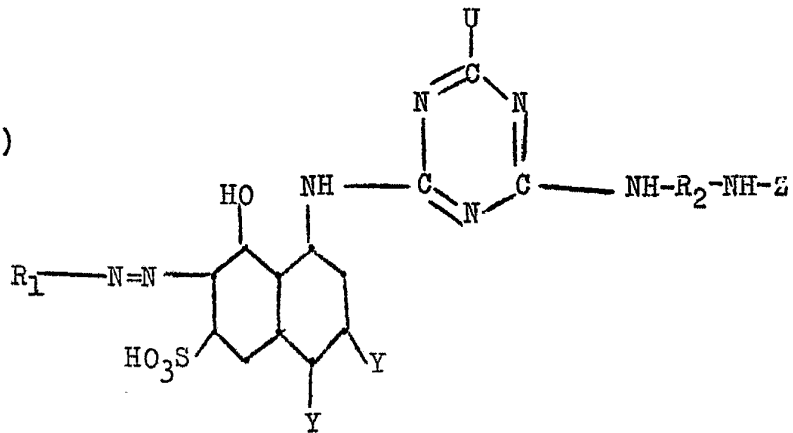
Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patentes suizas núms. 2802/70 del 26 de Febrero de 1.970 y 1819/71 del 8 de Febrero de 1.971

5.

1. Procedimiento para la preparación de nuevos compuestos azoicos de la fórmula

10.

(1)



en la que

15.

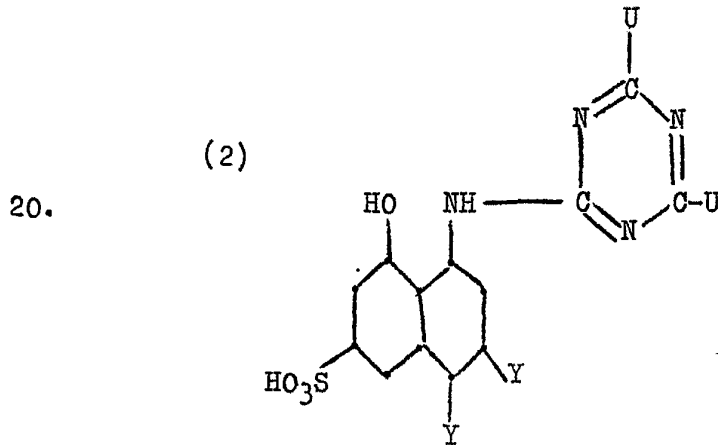
U significa un átomo de halógeno (en particular, un átomo de cloro o de bromo);

cmf

388609



5. R_1 significa un radical orto-sulfobencénico o un radical beta-naftalínico que lleva en posición orto un grupo de ácido sulfónico;
- una Y significa un átomo de hidrógeno y la otra Y significa un grupo de ácido sulfónico;
- R_2 significa un radical bencénico que lleva un grupo COOH o, de preferencia, uno o dos grupos de ácido sulfónico;
- y
10. Z significa un sustituyente monohalogentriacínico que contiene un radical alquílico o arílico ligado por medio de un átomo de oxígeno o de azufre,
15. caracterizado por condensarse haluros de triclanógeno con ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6 o 4,6-disulfónico, para formar compuestos de la fórmula

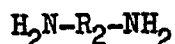


MCE

388609



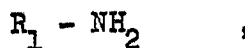
en la que el significado de los símbolos
de
U e Y se deduce de la fórmula (1) ya explicada,
hacerse reaccionar estos últimos con aminas de la fórmula



5. en la que

R_2 significa un radical bencénico,
condensarse los productos de condensación obtenidos con
dihalogenotriacinas o trihalogenotriacinas, cambiarse en es-
te último caso un átomo de halógeno por condensación con
10. un alcohol o un mercaptano y, en una fase cualquiera del
procedimiento (aún antes o después de las condensaciones),
formarse compuestos azoicos por copulación con compuestos
diazoicos derivados de aminas de la fórmula

15.

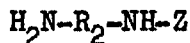


en la que

R_1 tiene el mismo significado que se le asigna
en la explicación de la fórmula (1).

20.

2. Procedimiento según la reivindicación 1,
caracterizado por hacerse reaccionar compuestos de la fór-
mula (2) con compuestos de la fórmula



m/e

388609



en la que

Z y R₂ tienen el significado que se les asigna en la explicación de la fórmula (1),

para formar compuestos de la fórmula (1) expuesta en la reivindicación 1.

5.

3.- Procedimiento para la preparación de compuestos de la fórmula indicada en la reivindicación 1, caracterizado por condensarse ácido-amino-8-hidroxinaftalín-3,6 o 4,6-disulfónico con un compuesto de la fórmula

10.



en la que

R₂ representa un radical bencénico;

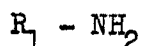
Z toma el significado que se le asigna en la explicación de la fórmula (1);

15.

y

X₁ representa un grupo dihalogentriacínico, y, antes o después de la condensación, copularse con compuestos diazoicos derivados de aminas de la fórmula

20.



en la que

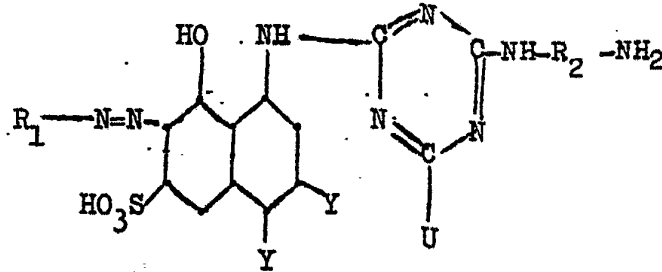
R₁ tiene el significado que se le asigna en la explicación de la fórmula (1).

25.

4.-Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por condensarse, en la relación de 1:1 aproximadamente, compuestos de la fórmula

mE

388609

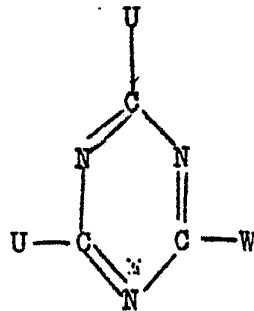


5.

en la que

R_1 , R_2 , U e Y tienen el significado que se ha expuesto en la reivindicación 1, con compuestos de la fórmula

10.



15.

en la que ambos símbolos

U significan átomos de halógeno (en particular, átomos de cloro o de bromo) y

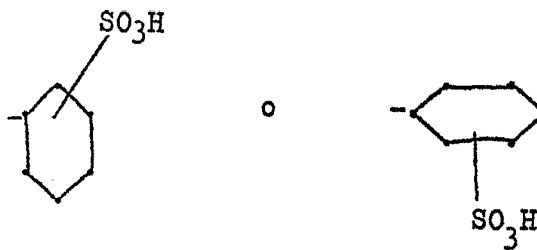
W significa un radical alquílico o arílico ligado por medio de un átomo de oxígeno o de azufre.

20.

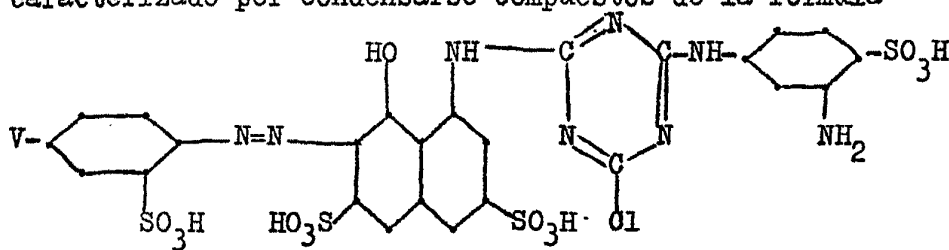
5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado por emplearse compuestos de la fórmula indicada en los que W significa un grupo alcoílico o alcoxialcoílico con 1 a 6 átomos de carbono y R_2 correspond

m/e

388609



5. 6.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado por condensarse compuestos de la fórmula



10.

en la que

V es un átomo de hidrógeno o un radical alquí-
lico de peso molecular bajo,

15.

con 4,6-dicloro-1,3,5-triacinas que contienen en la posición
2 un radical alquílico de peso molecular bajo ligado por
medio de un átomo de oxígeno.

20.

7.- Procedimiento según la reivindicación 6,
caracterizado por condensarse compuestos de la fórmula indi-
cada en dicha reivindicación en los que V es un átomo de
hidrógeno o un grupo metílico con 4,6-dicloro-1,3,5,-triaci-
nas que contienen en la posición 2 un radical metoxílico,
etoxílico, propiloxílico o isopropoxílico.

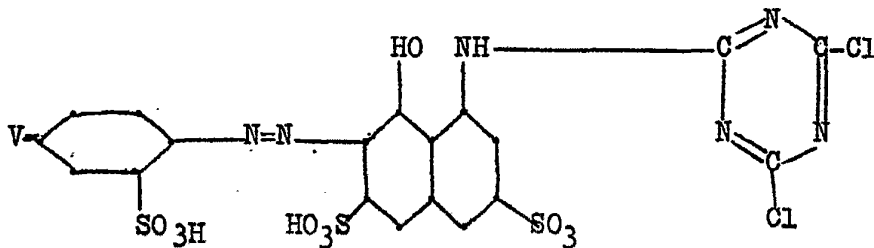
MGE

388609



8.- Procedimiento para la preparación de compuestos de la fórmula (1), caracterizado por condensarse un compuesto de la fórmula

5.



10.

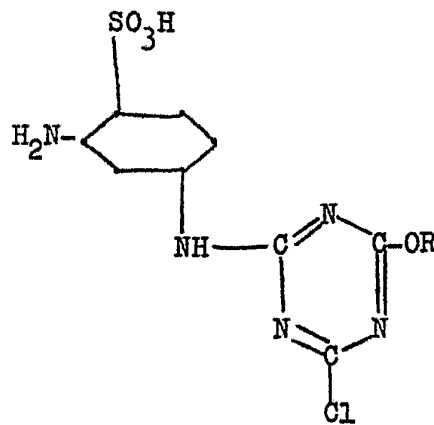
en la que

V es un átomo de hidrógeno o un radical alquí-
lico de peso molecular bajo,

15.

con un compuesto de la fórmula

20.



25.

en la que

mGe

388609



R es un radical alquílico de peso molecular bajo.

5. 9.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado por emplearse compuestos de las fórmulas indicadas en dicha reivindicación en los que V significa un átomo de hidrógeno o un grupo metílico y R significa un grupo metílico, etílico, propílico o isopropílico.

10. 10.- Procedimiento según las reivindicaciones 3 a 5, caracterizado por prepararse compuestos azoicos en los que R_1 significa un radical orto-sulfobencénico.

11.- Procedimiento para la preparación de nuevos compuestos azoicos.

15. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de 31 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras

Madrid, a 25 de Febrero de 1971

p.a. JAIME ISERN

p.p.

Firmado: JOSE F. NIETO

mlm.

mlm