

413816

PATENTE DE INVENCION

=====
ICI CASE Dd.24947-SPAIN.



fc 29-4-75

Int. Cl.²: C09B/106P

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR COLORANTES AZOICOS LIBRES
DE GRUPOS ACIDO CARBOXILICO Y ACIDO SULFONICO.

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

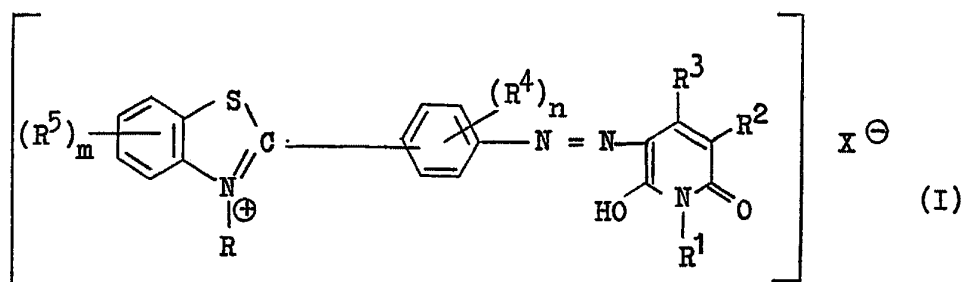
=====
Esta invención se relaciona con un procedimiento
para la producción de colorantes azóicos valiosos para te-
ñir materiales textiles poliméricos en forma de fibras, pe-
lículas, hilos, cintas o materiales tejidos y particular-
5. mente materiales textiles poliméricos que comprenden polí-



meros y copolímeros de acrilonitrilo y dicianoetileno y poliésteres y poliamidas modificados con ácidos.

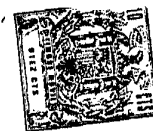
De acuerdo con la presente invención, se proporcionan colorantes azóicos libres de grupos ácido carboxílico o ácido sulfónico, de fórmula (I):

5.



- en la que R representa un radical alquilo o aralquilo opcionalmente sustituido, R¹ representa hidrógeno, un radical amino o amino sustituido o un radical alquilo, aralquilo, cicloalquilo o arilo, opcionalmente sustituido, R² puede representar hidrógeno, un radical alquilo, aralquilo, cicloalquilo o arilo, opcionalmente sustituido, un radical ciano, un radical nitro, halógeno, un radical amino o amino sustituido o un radical de fórmula COR⁶, COOR⁶, CONR⁶R⁷ ó SO₂NR⁶R⁷ en donde R⁶ y R⁷ representan independientemente hidrógeno o radicales alquilo, aralquilo, cicloalquilo, arilo o heterocíclicos, opcionalmente sustituidos, o tomados junto con el átomo de nitrógeno forman un anillo de 5 ó 6 miembros, R³ puede representar hidrógeno o un radical alquilo, aralquilo, cicloalquilo, arilo o heterocíclico, opcionalmente sustituido, o un radical hidroxilo, ciano, -COR⁶, COOR⁶ ó CONR⁶R⁷, o R² y R³, tomadas conjuntamente, pueden representar un anillo de 5, 6 ó 7 miembros, saturado o insaturado, fusionado al anillo piridona, R⁴ y R⁵ representan sustituyentes no ionógenos, X representa un anión y m y n son enteros de 1 a 3.

Los colorantes de la invención existen en diversas



formas tautoméricas posibles. Por conveniencia, los colorantes han sido formulados en una de estas formas, pero debe entenderse que la invención abarca a los colorantes en cualquiera de las posibles formas tautoméricas.

5. Ejemplos de R, incluyen: metilo, etilo, β -carbamidoetilo, β -hidroxietilo, bencilo, 4'-metilbencilo, α -cloro- β -hidroxipropilo.
- Ejemplos de R¹ incluyen: hidrógeno, amino, metilo, n-propilo, etilo, β -hidroxietilo, γ -metoxipropilo, isopropilo, fenilo, tolilo, anisilo, β -aminoetilo, n-butilo, isobutilo, laurilo, bencilo, o-nitrofenilo, p-nitrofenilo, p-aminofenilo, ciclohexilo, o-, m- y p-clorofenilo, 2',5'-diclorofenilo, α -naftilo.
10. Ejemplos de R² incluyen: hidrógeno, ciano, -CONH₂, carbondietilamida, carbetoxi, metilo, n-butilo, etilo, nitro, carbamoilamino, acilamino tal como acetilamino, benzoilamino y cloro.
15. Ejemplos de R³ incluyen: hidrógeno, metilo, etilo, fenilo, carbamoilo, carbetoxi, acetoxi, acetamido, dietilacetamido, ciano, p-hidroxifenilo, p-metoxifenilo e hidroxilo.
20. Ejemplos de R² y R³, tomados conjuntamente, cuya combinación se traduce en la formación de un anillo de 5, 6 ó 7 miembros, incluyen: trimetileno, tetrametileno, pentametileno y el grupo -CH=CH-CH=CH- que forma el núcleo isoquinolina con el anillo piridona.
25. Ejemplos de R⁴, incluyen: hidrógeno, metilo, cloro, metoxi y etoxi.
- Ejemplos de R⁵, incluyen: metilo, cloro, metoxi y etoxi.
30. Ejemplos de R⁶ y R⁷, incluyen: hidrógeno, metilo y



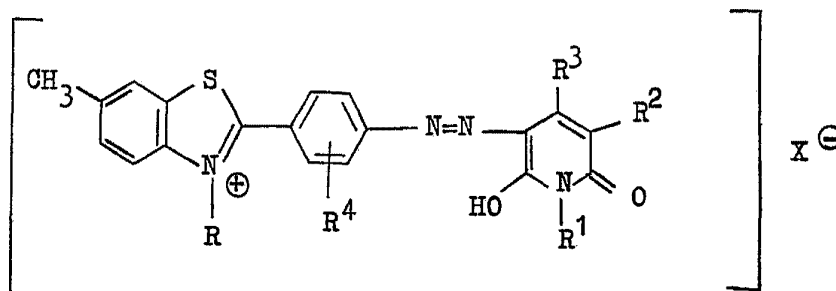
etilo.

Ejemplos del anión X, incluyen: los aniones cloruro, bromuro, yoduro, tetraclorozincato, bisulfato, nitrato, sulfato, sulfamato, fosfato o borato, o los aniones orgánicos tales como acetato, propionato, acetato, metosulfato, metilsulfato y p-tolilsulfonato. En aquellos casos en donde el anión es polivalente, los colorantes contendrán una proporción molar correspondiente de la parte catiónica del colorante.

5.

10.

Una clase preferida de colorantes de la invención, son los de fórmula:

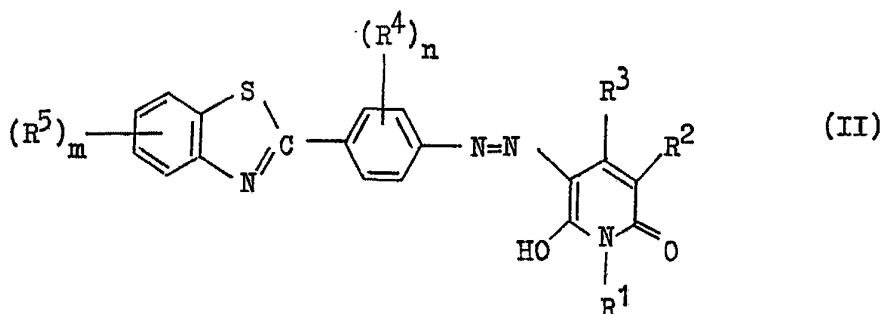


en la que R, R⁴ y X se definen como anteriormente, R¹ es un radical alquilo, arilo o aralquilo, opcionalmente sustituido, R² es hidrógeno, ciano o un radical alquilo opcionalmente sustituido y R³ es hidrógeno o un radical alquilo o arilo, opcionalmente sustituido.

15.

El procedimiento de la invención para preparar los colorantes azóicos solubles, comprende hacer reaccionar un colorante azóico insoluble de fórmula general:

20.





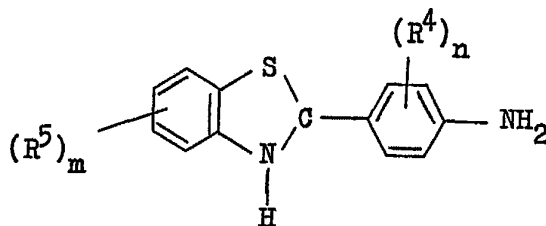
con un agente alquilante.

Como ejemplos de agentes alquilantes, pueden mencionarse los sulfatos de dialquilo, tales como sulfato de dietilo y sulfato de dimetilo, toluenosulfonatos de alquilo, tales como p-toluenosulfonato de metilo, haluros tales como bromuro de metilo, bromuro de etilo, yoduro de metilo, yoduro de etilo, cloruro o bromuro de bencilo, β -bromopropionamida.

- 5.
- 10.
- 15.
- La reacción de alquilación puede efectuarse en un disolvente orgánico inerte, tal como benceno, tolueno, xileno, clorobenceno, nitrobenceno, acetona, tetracloruro de carbono, tetracloroetano o β -etoxietanol, pero en ciertos casos es posible e incluso preferible utilizar un medio consistente en el agente alquilante o en agua o en un disolvente orgánico miscible con agua, tal como ácido acético. El agente de alquilación puede utilizarse en un considerable exceso, por ejemplo hasta 6 moles por cada mol de colorante. Las temperaturas adecuadas son las de 20 a 150°C.

- 20.
- Cuando la reacción se efectúa en disolventes orgánicos hidrófobos, el colorante alquilado es normalmente insoluble y puede aislarse por filtración. Si se desea, los colorantes alquilados pueden aislarse de la solución acuosa por precipitación en forma de una sal, tal como tetraclorozincato, obtenida añadiendo cloruro de zinc a la solución acuosa.

- 25.
- Los colorantes azóicos insolubles que pueden utilizarse como materiales de partida en el proceso de alquilación, pueden prepararse diazotando un 2-(aminofenil)-benzotiazol de fórmula general:

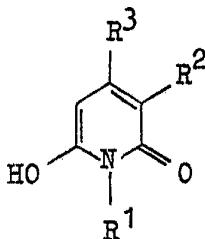


413816

- 6 -



y copulando el compuesto diazo resultante con un compuesto de fórmula:



en donde R¹, R², R³, R⁴, R⁵ y n se definen como anteriormente.

5. Como 2-(aminofenil)benzotiazoles que pueden ser utilizados como componentes diazo, se mencionan:

2-(4'-aminofenil)-6-metilbenzotiazol

2-(4'-amino-3'-metilfenil)-4,6-dimetilbenzotiazol

2-(2'-aminofenil)-4-metilbenzotiazol

10. 2-(4'-aminofenil)benzotiazol

2-(4'-aminofenil)-6-clorobenzotiazol

2-(4'-amino-3'-clorofenil)-6-metilbenzotiazol

2-(4'-amino-3'-metoxifenil)-6-etoxibenzotiazol

2-(2'-aminofenil)-6-metilbenzotiazol

15. 2-(3'-aminofenil)-6-metilbenzotiazol

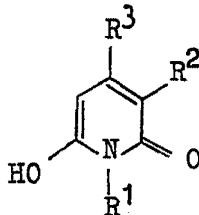
2-(4'-amino-3',5'-diclorofenil)-6-metilbenzotiazol

2-(4'-amino-3'-fenilmercapto)-6-metilbenzotiazol

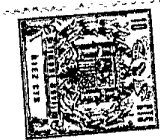
2-(2'-aminofenil)-5-metilbenzotiazol

2-(3'-aminofenil)-5-metilbenzotiazol

20. Como componentes de copulación de fórmula:



pueden emplearse, por ejemplo:



- 1-amino-4-metil-3-ciano-6-hidroxi-pirid-2-ona
- 1-metil-3-ciano-4-metil-6-hidroxi-pirid-2-ona
- 1-etil- " " " "
- 1- β -hidroxi-etil- " " " "
5. 1- γ -metoksi-propil- " " " "
- 1-fenil- " " " "
- 1-p-tolil- " " " "
- 1-p-anisil- " " " "
- 1-fenil-3-ciano-4-fenil-6-hidroxi-pirid-2-ona
10. 1-p-tolil- " " " "
- 1-p-anisil- " " " "
- 1-fenil-3-carbonamido-4-metil-6-hidroxi-pirid-2-ona
- " " -4-fenil- " "
- 1-fenil-3-carbetoxi-4-metil-6-hidroxi-pirid-2-ona
15. " " -4-fenil- " "
- 1:6-dihidroxi-3-carbonamido-4-metil-piridina
- 2:6-dihidroxi-3-carbetoxi-4-metil-piridina
- 2:6-dihidroxi-3-carbonamida-piridina
- 2:6-dihidroxi-3-carbonamida-4-fenil-piridina
20. 2:6-dihidroxi-3-carbetoxi-4-fenil-piridina
- 2:6-dihidroxi-3-ciano-4-carbetoxi-piridina
- 2:6-dihidroxi-3-ciano-4-carbamoil-piridina
- 2:6-dihidroxi-3-ciano-pirid-4-il-acetato de etilo
- 2:6-dihidroxi-3-ciano-pirid-4-il-acetamida
25. 2:6-dihidroxi-3-cianopirid-4-il-acetdi-etilamida.
- 2:6-dihidroxi-3:4-di(carbetoxi)piridina
- 2:6-dihidroxi-3-carbamoil-4-carbetoxi-piridina
- 2:6-dihidroxi-3:4-di(carbamoil)piridina
- 2:6-dihidroxi-piridina
30. 2:6-dihidroxi-4-metil-piridina



- 2:6-dihidroxi-iso-nicotinato de etilo
- 2:6-dihidroxi-iso-nicotinamida
- dietilamida de ácido 2:6-dihidroxi-iso-nicotínico
- 2:6-dihidroxi-4-cianopiridina
5. 2:6-dihidroxi-4-fenilpiridina
- 2:6-dihidroxi-4-(p-hidroxifenil)piridina
- 2:6-dihidroxi-4-(p-metoxifenil)piridina
- 3-ciano-4-metil-2,6-dihidroxi-4-piridina
- 4-metil-2,6-dihidroxi-4-piridina
10. 2,4,6-trihidroxi-4-piridina
- 3-ciano-2,4,6-trihidroxi-4-piridina
- 1-etil-3,4-dimetil-6-hidroxi-4-pirid-2-ona
- 1-β-hidroxi-1-etil-3-n-butil-4-metil-6-hidroxi-4-pirid-3-ona
- 1-β-amino-1-etil-3,4-dietil-6-hidroxi-4-pirid-2-ona
15. 1-etil-3,4-trimetileno-6-hidroxi-4-pirid-2-ona
- 1-metil-5-carbonamino-3,4-tetrametileno-6-hidroxi-4-pirid-2-ona
- 1-n-propil-3,4-pentametileno-6-hidroxi-4-pirid-2-ona
- 1-iso-butil-4-metil-3-nitro-6-hidroxi-4-pirid-2-ona
- 1-lauril-4-metil-3-nitro-6-hidroxi-4-pirid-2-ona
20. 4-carboxi-3-nitro-2,6-dihidroxi-4-piridina
- 4-aminocarbonil-3-nitro-2,6-dihidroxi-4-piridina
- 4-etoxycarbonil-3-nitro-2,6-dihidroxi-4-piridina
- 1-etil-4-metil-3-nitro-6-hidroxi-4-pirid-2-ona
- 1,4-dimetil-3-nitro-6-hidroxi-4-pirid-2-ona
25. 1-etil-4-fenil-3-nitro-6-hidroxi-4-pirid-2-ona
- 1-fenil-4-metil-3-nitro-6-hidroxi-4-pirid-2-ona
- 1-bencil-4-metil-3-nitro-6-hidroxi-4-pirid-2-ona
- 1-(4'-nitrofenil)-4-metil-3-nitro-6-hidroxi-4-pirid-2-ona
- 1-(4'-aminofenil)-4-metil-3-nitro-6-hidroxi-4-pirid-2-ona
30. 1-ciclohexil-4-metil-3-nitro-6-hidroxi-4-pirid-2-ona



- 4-metil-3-nitro-2,6-dihidroxipiridina
- 1-n-propil-4-metil-3-nitro-6-hidroxipirid-2-ona
- 1-isopropil-4-metil-3-nitro-6-hidroxipirid-2-ona
- 1-(3'-clorofenil)-4-etil-3-nitro-6-hidroxipirid-2-ona
5. 1-(4'-metilfenil)-4-fenil-3-nitro-6-hidroxipirid-2-ona
- 1-(3',5'-diclorofenil)-4-metil-nitro-6-hidroxipirid-2-ona
- 1- α '-naftil-4-(4'-metoxifenil)-3-nitro-6-hidroxipirid-2-ona
- 1-(4'-metoxifenil)-4-fenil-3-nitro-6-hidroxipirid-2-ona
- 1- γ -metoxipropil-4-metil-3-nitro-6-hidroxipirid-2-ona
10. 1-metil-4-fenil-3-nitro-6-hidroxipirid-2-ona
- 1-n-butil-4-metil-3-nitro-6-hidroxipirid-2-ona
- 3-amino-1-etil-4-metil-6-hidroxipirid-2-ona
- 1-etil-4-metil-3-acetilamino-6-hidroxipirid-2-ona
- 1,4-dimetil-3-acetilamino-6-hidroxipirid-2-ona
15. 1-etil-4-fenil-3-acetilamino-6-hidroxipirid-2-ona
- 1-fenil-4-metil-3-acetilamino-6-hidroxipirid-2-ona
- 1-bencil-4-metil-3-benzoilamino-6-hidroxipirid-2-ona
- 4-metil-3-(4'-metilfenil sulfonil)amino-2,6-dihidroxipiridina
- 1-etil-4-metil-3-cloro-6-hidroxipirid-2-ona
20. 1-fenil-4-metil-3-cloro-6-hidroxipirid-2-ona
- 1-(4'-metilfenil)-4-etil-3-cloro-6-hidroxipirid-2-ona
- 1-(2'-clorofenil)-4-fenil-3-cloro-6-hidroxipirid-2-ona
- Los agentes de copulación, en los cuales R^2 y R^3 , tomados conjuntamente, forman un anillo cíclico fusionado al anillo piridona, incluyen isoquinolina-1,3-dioles u homoftalimidias, por ejemplo:
25. 2-etilisoquinolina-1,3-diol
- isoquinolina-1,3-diol
- hidrocloruro de 2- γ -dimetilaminopropilisoquinolina-1,3-diol
30. 2- β -hidroxi-etilisoquinolina-1,3-diol

413816

- 10 -



- 2-β-acetilaminoetilisoquinolina-1,3-diol
2-fenilisoquinolina-1,3-diol
2-4'-metilfenilisoquinolina-1,3-diol
2-aminoisoquinolina-1,3-diol
5. 2-fenilaminoisoquinolina-1,3-diol
2-3'-clorofenilisoquinolina-1,3-diol
1-o-clorofenil-3-ciano-4-metil-6-hidroxi-pirid-2-ona
1-p-clorofenil-3-ciano-4-metil-6-hidroxi-pirid-2-ona
1-m-anisil-3-ciano-4-metil-6-hidroxi-pirid-2-ona
10. 1-β-aminoetil-3-ciano-4-metil-6-hidroxi-pirid-2-ona
1-etil-4-metil-6-hidroxi-pirid-2-ona
1-propil-4-metil-6-hidroxi-pirid-2-ona
1-n-butil-4-metil-6-hidroxi-pirid-2-ona
1-fenil-4-metil-6-hidroxi-pirid-2-ona
15. 1-2'-clorofenil-4-metil-6-hidroxi-pirid-2-ona
1-2'-metilfenil-4-metil-6-hidroxi-pirid-2-ona
1-4'-metilfenil-4-metil-6-hidroxi-pirid-2-ona
1-β-aminoetil-4-metil-6-hidroxi-pirid-2-ona
- Según otro método de preparación, los colorantes de
20. la invención en los cuales R representa un grupo de fórmula
-CH(X)-CH₂-CONH₂ en donde X es alquilo inferior o hidrógeno,
por ejemplo el grupo carbonamidoetilo, pueden prepararse por
reacción de un colorante azóico insoluble de fórmula II con
un compuesto de fórmula CH(X)=CH-CONH₂ en presencia de un áci-
25. do, por ejemplo ácido orgánico o mineral o una mezcla de ambos.
El método se describe en la Patente de USA No. 3.132.132.
Los compuestos de la fórmula anterior incluyen acrilamida y
metacrilamida. Por el término "alquilo inferior" se quiere dar
a entender un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de carbono.
30. Los colorantes de la presente invención pueden apli-



413816

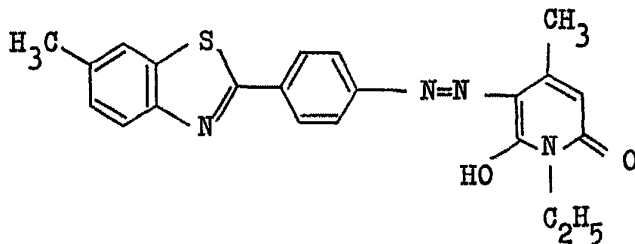
cairse a materiales textiles poliméricos a partir de un baño acuoso. Los presentes colorantes proporcionan valiosas tonalidades brillantes de elevada resistencia tintórea y poseen características de teñido rápido.

- 5. En particular, los colorantes de la invención son valiosos para teñir materiales de poliacrilonitrilo y pueden aplicarse a materiales de poliacrilonitrilo a partir de baños de teñido ácidos, neutros o ligeramente alcalinos (es decir, pH de 3 a 8) a temperaturas entre 40 y 120°C, con preferencia entre 80 y 120°C, o mediante técnicas de estampación utilizando pastas espesadas de estampación. Se obtienen tejidos de buenas propiedades de solidez al lavado y a la luz.

- 10. La invención se ilustra, pero no se limita, por los siguientes ejemplos, en los cuales todas las partes y porcentajes se expresan en peso a menos que se especifique lo contrario.

EJEMPLO 1

Se suspenden 4,2 partes de un colorante de fórmula:



- 20. en 78 partes de monoclorobenceno a 110°C y se añaden 3,4 partes de sulfato de dimetilo. La mezcla se calienta a 100-110°C, durante 18 horas, y se filtra el colorante precipitado. Este se purifica redisolviéndolo en 200 partes de agua caliente, filtrándolo en caliente y salificando el filtrado.

- 25. Cuando se aplica a fibras de poliacrilonitrilo, a partir de un baño de teñido neutro o ligeramente ácido, el co-

413816

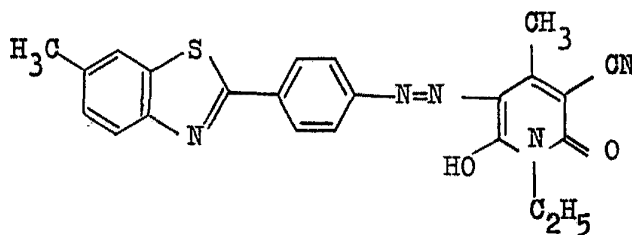
- 12 -



lorente produce una tonalidad amarillo verdosa muy brillante con buenas propiedades de solidez.

EJEMPLO 2

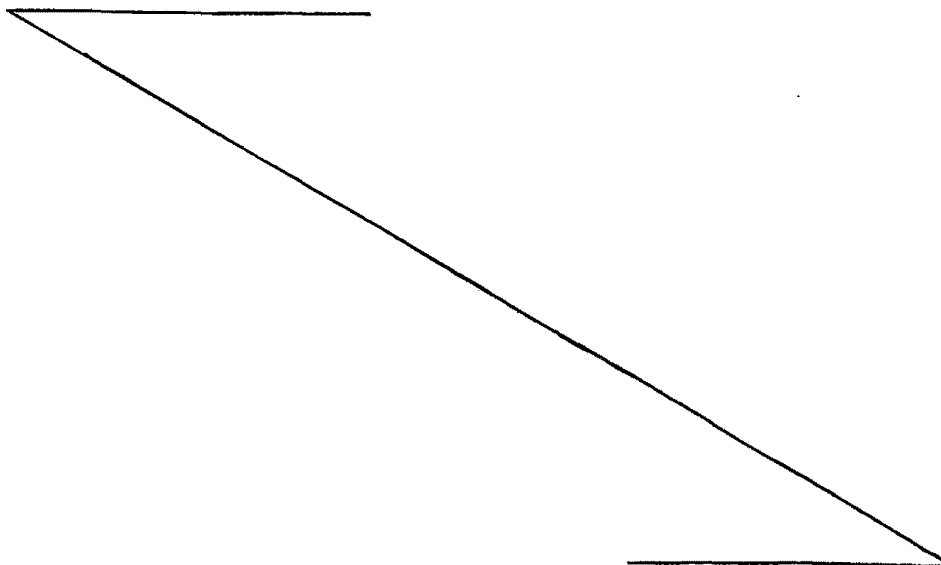
Se hacen reaccionar 4,3 partes de un colorante de fórmula:



con sulfato de dimetilo, de forma análoga a la descrita en el ejemplo 1.

El colorante producido, cuando se aplica a fibras de poliacrilonitrilo, a partir de baños de teñido neutros o debilmente ácidos, rinde una tonalidad amarillo verdosa (algo más roja que la obtenida con el colorante descrito en el ejemplo 1) con buenas propiedades de solidez.

Los siguientes colorantes similares se obtienen de modo análogo al indicado en el ejemplo 1, utilizando los reactivos mostrados.

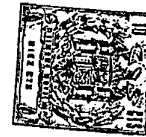




Ejemplo	Colorante insoluble en agua	Agente alquilante	Tonalidad sobre poliacrilonitrilo
3		Sulfato de dimetilo	Amarillo-verdoso
4		Sulfato de dimetilo	Amarillo-verdoso
5		Sulfato de dietilo	Amarillo-verdoso
6		Sulfato de dietilo	Amarillo-verdoso
7		Sulfato de dimetilo	Amarillo-verdoso
8		Sulfato de dimetilo	Amarillo-verdoso

413816

- 14 -



EJEMPLOS 9 - 64

Pueden prepararse colorantes similares por el mismo procedimiento, utilizando los materiales de partida indicados en la siguiente tabla. La tabla proporciona también la tonalidad obtenida cuando los colorantes son aplicados a poli-

5. acrilonitrilo.

Ejemplo	Componente diazo	Componente de copulación	Agente alquilante	Tonalidad sobre poliacrilonitrilo
9	2-(4'-aminofenil)-6-metilbenzotiazol	1- β -aminoetil-4-metil-3-ciano-6-hidroxipirid-2-ona	Sulfato de dimetilo	Amarillo-verdoso
10	"	1-n-butil-4-metil-3-ciano-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
11	"	1-n-propil-4-metil-3-ciano-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
12	"	1-fenil-4-metil-3-ciano-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
13	"	1-2'-clorofenil-4-metil-3-ciano-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
14	"	1-4'-clorofenil-4-metil-3-ciano-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
15	"	1-4'-metilfenil-4-metil-3-ciano-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
16	"	1-4'-metoxifenil-4-metil-3-ciano-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
17	"	1-2'-metilfenil-4-metil-3-ciano-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
18	"	1-amino-4-metil-3-ciano-6-hidroxipirid-2-ona	"	"



Ejemplo	Componente diazo	Componente de copulación	Agente alquilante	Tonalidad sobre poliacrilonitrilo
19	2-(4'-aminofenil)-6-metilbenzotiazol	1-2'-etilhexil-4-metil-3-ciano-6-hidroxipirid-2-ona	Sulfato de dimetilo	Amarillo-verdoso
20	"	1-bencil-4-metil-3-ciano-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
21	"	1-4'-nitrofenil-4-metil-3-ciano-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
22	"	1- α -naftil-4-metil-3-ciano-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
23	"	1-fenil-4-metil-3-ciano-6-hidroxipirid-2-ona	Sulfato de dietilo	"
24	2-(4'-amino-3'-metilfenil)-6-metilbenzotiazol	1-n-butyl-4-metil-3-ciano-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
25	"	1-etil-4-metil-3-ciano-6-hidroxipirid-2-ona	Sulfato de dimetilo	"
26	2-(4'-aminofenil)-benzotiazol	"	"	"
27	2-(4'-aminofenil)-6-clorobenzotiazol	"	"	"
28	2-(4'-aminofenil)-4-metilbenzotiazol	"	"	"
29	2-(4'-amino-3'-clorofenil)-6-metilbenzotiazol	1-etil-4-metil-3-ciano-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
30	2-(4'-amino-3'-metoxifenil)-6-etoxibenzotiazol	1-etil-3-ciano-4-metil-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
31	2-(4'-aminofenil)-6-metilbenzotiazol	1-n-propil-4-metil-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
32	"	1-n-butyl-4-metil-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
33	"	1-fenil-4-metil-6-hidroxipirid-2-ona	"	"

413816

- 16 -



Ejemplo	Componente diazo	Componente de copulación	Agente alquilante	Tonalidad sobre poliacrilonitrilo
34	2-(4'-aminofenil)-6-metilbenzotiazol	1-2'-clorofenil-4-metil-6-hidroxipirid-2-ona	Sulfato de dimetilo	Amarillo-verdoso
35	"	1-4'-clorofenil-4-metil-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
36	"	1-2'-metilfenil-4-metil-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
37	"	1-β-aminoetil-4-metil-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
38	"	1-metil-3-cloro-4-metil-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
39	"	1-etil-3-nitro-4-metil-6-hidroxipirid-2-ona	"	Amarillo
40	"	1-metil-3-carbonamido-4-metil-6-hidroxipirid-2-ona	"	Amarillo-verdoso
41	"	1-metil-3-butil-4-metil-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
42	"	1-etil-3-butil-4-metil-6-hidroxipirid-2-ona	p-toluenosulfonato de metilo	"
43	"	1-etil-3,4-trimetileno-6-hidroxipirid-2-ona	Sulfato de dietilo	"
44	"	1-metil-3,4-tetrametileno-5-carbonamido-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
45	"	1-n-propil-3,4-pentametileno-6-hidroxipirid-2-ona	Sulfato de dimetilo	"



Ejemplo	Componente diazo	Componente de copulación	Agente alquilante	Tonalidad sobre poliacrilonitrilo
46	2-(4'-aminofenil)-6-metilbenzotiazol	Isoquinolina-1,3-diol	Sulfato de dimetilo	Amarillo-verdoso
47	"	2-etilisoquinolina-1,3-diol	"	"
48	"	2-(β -hidroxi-etil)isoquinolina-1,3-diol	"	"
49	2-(4'-aminofenil)-6-metilbenzotiazol	2-fenilisoquinolina-1,3-diol	"	"
50	"	1-etil-3-acetilamino-4-metil-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
51	"	1-etil-3-amino-4-metil-6-hidroxipirid-2-ona	"	Amarillo
52	2-(2'-aminofenil)-5-metilbenzotiazol	1-etil-3-ciano-4-metil-6-hidroxipirid-2-ona	"	Amarillo-verdoso
53	2-(2'-aminofenil)-6-metilbenzotiazol	"	"	"
54	2-(2'-aminofenil)-4-metilbenzotiazol	"	"	"
55	2-(4'-amino-3'-metilfenil)-4,6-dimetilbenzotiazol	"	"	"
56	2-(4'-aminofenil)-6-metilbenzotiazol	1-fenil-3-carbetoxi-4-metil-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
57	"	1-fenil-3-carbetoxi-4-fenil-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
58	"	1-fenil-3-carbonamido-4-fenil-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
59	2-(4'-aminofenil)-6-metilbenzotiazol	1-fenil-3-ciano-4-fenil-6-hidroxipirid-2-ona	"	"

413816

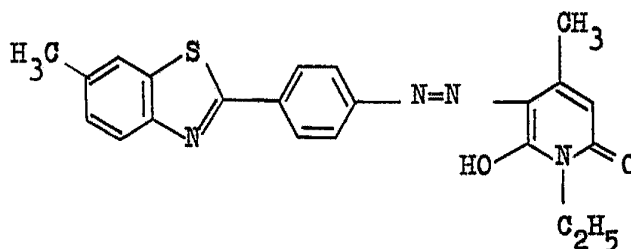
- 18 -



Ejemplo	Componente diazo	Componente de copulación	Agente alquilante	Tonalidad sobre poliacrilato
60	2-(4'-aminofenil)-6-metilbenzotiazol	2,6-dihidroxi-3-carbonamido-4-metilpiridina	Sulfato de dimetilo	Amarillo-verdoso
61	2-(4'-aminofenil)-6-metilbenzotiazol	2,6-dihidroxi-3-ciano-4-metilpiridina	"	"
62	"	2,6-hidroxi-3-carboxi-4-metilpiridina	"	"
63	"	2,6-dihidroxi-4-metilpiridina	"	"
64	"	2,6-dihidroxi-iso-nicotinamida	"	"

EJEMPLO 65

Se disuelven 4 partes de un colorante de fórmula:



5. en 36 partes de ácido acético y se añaden 7,1 partes de acrilamida. Se añaden 1,2 partes de ácido clorhídrico al 30 % y la mezcla se agita y calienta a 90° durante 18 horas y se vierte en 400 partes de agua. La mezcla se filtra y el residuo se extracta con 400 partes de agua hirviendo. El filtrado y el extracto acuoso, combinados, se tratan con cloruro sódico y cloruro de zinc y el colorante precipitado se separa, se lava con un poco de salmuera al 10 % y se seca.
- 10.



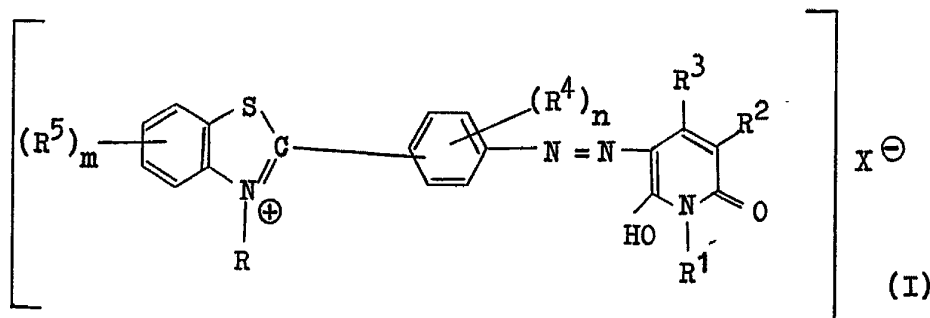
Quando se tiñe fibra de poliacrilonitrilo, a partir de baños de teñido neutros o debilmente ácidos, se obtiene una tonalidad amarillo-verdosa brillante con buena solidez a la luz.

5.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse 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 con el nº 17.583/72 de 17 de abril de 1.972, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR COLORANTES AZOICOS LIBRES DE GRUPOS ACIDO CARBOXILICO Y ACIDO SULFONICO; caracterizándose por lo siguiente:

1.- Procedimiento para preparar colorantes azóicos libres de grupos ácido carboxílico y ácido sulfónico, de fórmula (I),



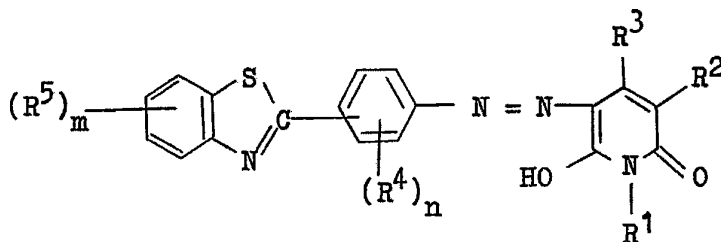
en la que R representa un radical alquilo o aralquilo opcionalmente sustituido, R¹ representa hidrógeno, un radical amino o amino sustituido o un radical alquilo, aralquilo, cicloalqui

25.

me



- lo o arilo, opcionalmente sustituido, R^2 puede representar hidrógeno, un radical alquilo, aralquilo, cicloalquilo o arilo, opcionalmente sustituido, un radical ciano, un radical nitro, halógeno, un radical amino o amino sustituido o un radical de fórmula COR^6 , $COOR^6$, $CONR^6R^7$ ó $SO_2NR^6R^7$ en donde R^6 y R^7 representan independientemente hidrógeno o radicales alquilo, aralquilo, cicloalquilo, arilo o heterocíclicos, opcionalmente sustituidos, o tomados junto con el átomo de nitrógeno forman un anillo de 5 ó 6 miembros, R^3 puede representar hidrógeno o un radical alquilo, aralquilo, cicloalquilo, arilo o heterocíclico, opcionalmente sustituido, o un radical hidroxilo, ciano, $-COR^6$, $COOR^6$ ó $CONR^6R^7$, o R^2 y R^3 , tomadas conjuntamente, pueden representar un anillo de 5, 6 ó 7 miembros, saturado o insaturado, fusionado al anillo piridona, R^4 y R^5 representan sustituyentes no ionógenos, X representa un anión y m y n son enteros de 1 a 3, caracterizado porque comprende alquilar un colorante azóico insoluble de fórmula:



- en la que R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , R^5 , m y n se definen como anteriormente.

2.- Procedimiento para preparar colorantes azóicos libres de grupos ácido carboxílico y ácido sulfónico, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

ME



413816

Esta Memoria consta de 21 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 17 ABR. 1973

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

J. GOMEZ ACEBO Y MUDET
p. p. Firmados L. Gasta Fernández

Handwritten initials or mark.