

10



PATENTE DE INVENCION

ICI CASE Dd.26109-SPAIN.

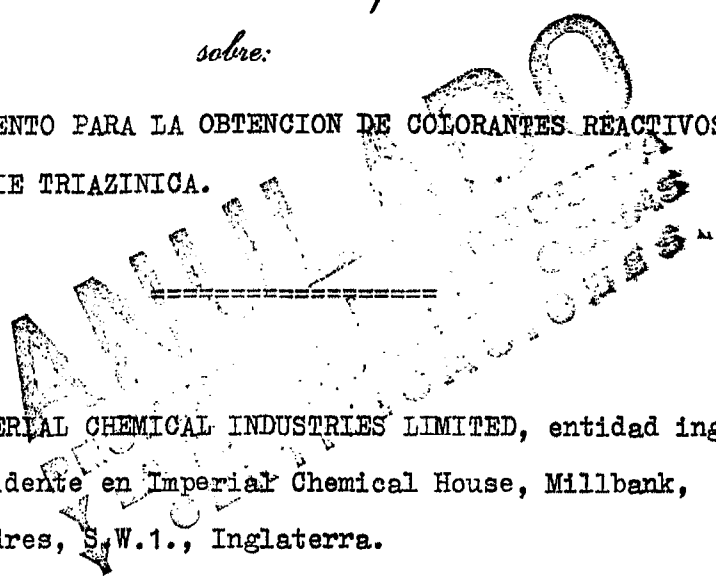
426182

C09B/D06P

# Memoria Descriptiva

sobre:

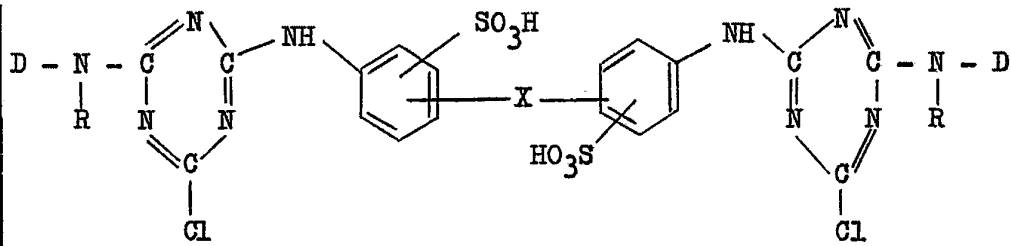
PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COLORANTES REACTIVOS DE LA SERIE TRIAZINICA.



*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 preparar nuevos colorantes reactivos de la serie triazínica, útiles para teñir materiales textiles celulósicos.

De acuerdo con la invención se proporcionan nuevos colorantes reactivos representados por la fórmula general:



(1)

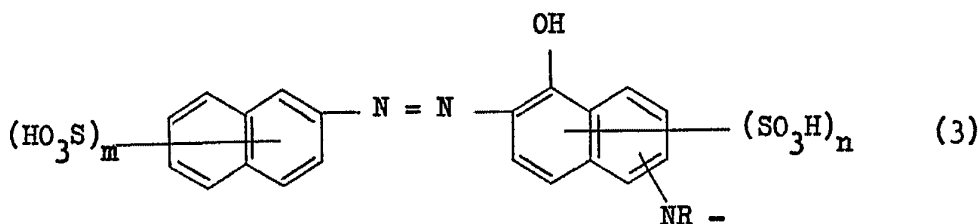
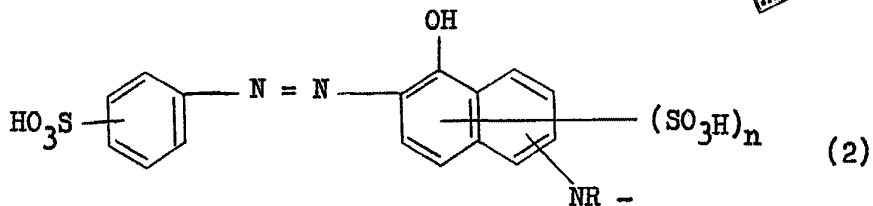
en la que R representa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo, X es O, CH<sub>2</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>, SO<sub>2</sub>, CO, NH, N=N ó S, cada anillo bencénico puede contener también un grupo metilo y D - N -



5 representa el radical de un compuesto monoazóico conteniendo el grupo NHR, el cual puede o no estar metalizado, y que contiene por lo menos un grupo ácido sulfónico.

Los grupos amino de los anillos bencénicos mostrados, pueden estar en posición meta o para con respecto al símbolo X y al grupo SO<sub>3</sub>H, y en el caso de que esté presente un grupo metilo en cada uno de los anillos bencénicos, dicho grupo metilo puede estar situado en cualquiera de las restantes posiciones de los núcleos. Sin embargo, es preferible, en general, que los grupos NH estén en posición para y que los grupos ácido sulfónico se encuentren en posición orto, con respecto al átomo o grupo representado por X.

Una clase preferida de colorantes es aquella en la cual el grupo de enlace entre los grupos NH es un radical de ácido 4,4'-divalente-difeniletano-2,2'-disulfónico y D-NR es el radical de un compuesto fenilazo-naftol o naftilazo-naftol conteniendo un grupo NHR y hasta 5 grupos SO<sub>3</sub>H, por ejemplo DNR representa un radical de fórmula:



en donde n es 1 ó 2 y m es 1, 2 ó 3.

Otra clase preferida de colorantes es aquella en la cual el grupo de enlace entre los grupos NH es un radical de sulfuro de 4,4'-divalente-2,2'-disulfodifenilo y D-NR es el radical de un compuesto fenilazo-naftol o naftilazo-naftol conteniendo un grupo NHR y hasta 5 grupos SO<sub>3</sub>H, por ejemplo, según se ha definido en las fórmulas (2) y (3) anteriores.

Un colorante particularmente preferido posee la fórmula (1) en la cual el grupo de enlace entre los grupos NH es un radical de sulfuro de 4,4'-divalente-2,2'-disulfodifenilo, R es un hidrógeno y D es el radical ácido 6-(1-hidroxí-2:2'-azonaftaleno-3,1',5'-trisulfónico).

Dichos colorantes se distinguen por su utilidad a la hora de teñir por métodos de agotamiento, en los cuales ofrecen un elevado grado de fijación sobre una amplia gama de relaciones de licor-a-artículos, de modo que son posibles las tonalidades muy fuertes.

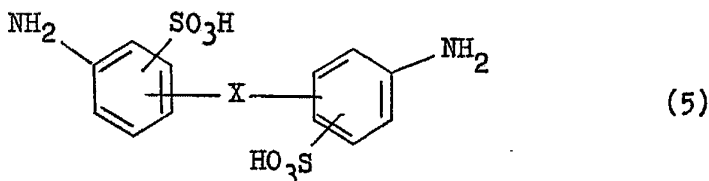


El procedimiento de la invención para la obtención de los nuevos colorantes reactivos, comprende hacer reaccionar cloruro cianúrico, en cualquier orden, con una proporción molecular de un compuesto aminoazóico, soluble en agua, de fórmula:

5



y con media proporción molecular de una diamina de fórmula:



10

en cuyas fórmulas los símbolos D, R y X se definen como anteriormente y en donde cada anillo bencénico puede contener también un grupo metilo.

15

El procedimiento anterior puede efectuarse convenientemente agitando una suspensión del cloruro cianúrico en un medio acuoso con el compuesto aminoazóico de fórmula (4) a una temperatura de 0 a 20°C hasta que ha sido reemplazado un átomo de cloro del cloruro cianúrico por el radical del compuesto, añadiendo a continuación la diamina y continuando la reacción a una temperatura ligeramente más elevada, normalmente del orden de 30 a 50°C, hasta que ha reaccionado un segundo átomo de halógeno del núcleo triazina con cada grupo amino. Alternativamente, el cloruro cianúrico puede hacerse reaccionar primeramente con las diaminas, a la temperatura inferior, para formar un derivado bis-(diclorotriazina) y a continuación con el compuesto aminoazóico, a la temperatura superior. Las condensaciones se efectúan preferiblemente a un

20

25

pH de 4 a 7, añadiendo un agente aceptor de ácido para neutra-



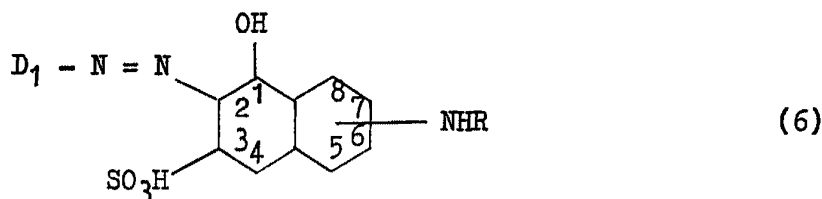
lizar el ácido clorhídrico a medida que éste se libera durante la reacción. Una vez completa la reacción, los nuevos colorantes reactivos pueden ser aislados mediante las técnicas usuales adaptadas al aislamiento de colorantes reactivos solubles en agua, por ejemplo, salificando y filtrando, o secando por aspersión la mezcla de reacción en la cual se ha formado el colorante. Si se desea, pueden añadirse estabilizadores, por ejemplo hidrogenofosfatos de metales alcalinos.

Como ejemplos de diaminas que pueden ser empleadas, se mencionan:

- Sulfuro de 4:4'-diamino-2:2'-disulfodifenilo
- 4:4'-diamino-2:3'-disulfodifenilamina
- 4:4'-diamino-2:2'-disulfodifeniletano
- 4:4'-diamino-3:3'-disulfodifenilsulfona
- 3:3'-diamino-4:4'-disulfodifenilsulfona
- 4:4'-diamino-3:3'-disulfobenzofenona
- 4:4'-diamino-2:2'-disulfodifeniléter
- 4:4'-diamino-3:3'-dimetil-6:6'-disulfodifenilmetano
- 2:2'-diamino-5:5'-dimetil-6:6'-disulfodifenilmetano, y
- 4:4'-diamino-3:3'-disulfoazobenceno.

Como ejemplos de compuestos aminoazóicos solubles en agua de fórmula (4) que pueden ser empleados, se mencionan las siguientes clases:

(i) Compuestos monoazóicos de fórmula:



en la que  $D_1$  representa un radical arilo mono- ó di-cíclico que está libre de grupos azóico y grupos NHR, estando preferi-



blemente unido. el grupo -NHR a la posición 6, 7 u 8 del núcleo naftaleno y que pueden contener un grupo ácido sulfónico en la posición 5 ó 6 del núcleo naftaleno.

5 D<sub>1</sub> puede representar un radical de la serie naftalénica o bencénica que está libre de sustituyentes azóicos, por ejemplo un radical estilbeno, difenilo, benzotiazolil/fenilo o difenilamina. Asimismo, en esta clase han de considerarse los colorantes relacionados en los cuales el grupo NHR, en lugar de estar unido al núcleo naftalénico, lo está a un grupo benzotiazolilamina o anilina el cual está enlazado a la posición 6, 7 u 10 8 del núcleo naftaleno.

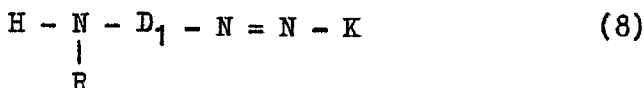
Colorantes particularmente valiosos pueden obtenerse a partir de aquellos en los cuales D<sub>1</sub> representa un radical fenilo o naftilo sulfonado, en especial aquellos que contienen un grupo -SO<sub>3</sub>H en posición orto con respecto al enlace azóico; el radical fenilo puede estar sustituido adicionalmente, por ejemplo, por átomos de halógeno tales como cloro, radicales alquilo tal como metilo, grupos acilamino tal como acetilamino y radicales alcoxi tal como metoxi.

20 (ii) Compuestos monoazóicos de fórmula:



en la que D<sub>1</sub> representa un radical según se ha definido para la clase (i) y D<sub>2</sub> es un radical 1:4-fenileno o sulfo-1:4-naftileno; los núcleos bencénicos de D<sub>1</sub> y D<sub>2</sub> pueden contener otros 25 sustituyentes, tales como átomos de halógeno o grupos alquilo, alcoxi, ácido carboxílico y acilamino.

(iii) Compuestos monoazóicos de fórmula:





5 en la que  $D_1$  representa un radical arileno como máximo dicíclico de la serie bencénica o naftalénica y K representa el radical de un ácido naftolsulfónico o el radical de un compuesto ceto-metileno enolizado o enolizable (tal como una acetoacetarilida o una 5-pirazolona) que tiene el grupo OH en posición orto con respecto al grupo azóico.  $D_1$  representa preferiblemente un radical de la serie bencénica que contiene un grupo ácido sulfónico.

(iv) Compuestos monoazóicos de fórmula:



en la que  $D_1$  representa un radical de los tipos definidos para  $D_1$  en la clase (i) anterior y  $K_2$  representa el radical de un compuesto cetometileno enolizable (tal como una acetoacetarilida o una 5-pirazolona) que tiene el grupo OH en posición alfa con respecto al grupo azóico.

15 (v) Compuestos complejos metálicos 1:1, en especial el complejo de cobre, de aquellos colorantes de fórmulas (6), (8) y (9) (en donde  $D_1$ , K y  $K_2$  tienen todos los significados respectivos ya establecidos) que contienen un grupo metalizable (por ejemplo, un grupo hidroxilo, alcoxi inferior o ácido carboxílico) en posición orto con respecto al grupo azóico de  $D_1$ .

Como ejemplos de compuestos de las clases (i) a

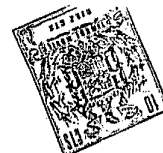
(v) pueden mencionarse los siguientes:

25 En la clase (i)

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

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,
- Acido 7-metilamino-2-(4'-metoxi-2'-sulfofenilazo)-1-hidroxi-naftaleno-3-sulfónico,
- Acido 8-(3'-aminobenzoilamino)-1-hidroxi-2-(2'-sulfofenilazo)-naftaleno-3:6-disulfónico,
- Acido 8-amino-1-hidroxi-2:2'-azonaftaleno-1':3:5':6-tetrasulfónico,
- 5 Acido 6-amino-1-hidroxi-2-(4'-acetilamino-2'-sulfofenilazo)-naftaleno-3-sulfónico,
- Acido 6-metilamino-1-hidroxi-2-(4'-metoxi-2'-sulfofenilazo)-naftaleno-3-sulfónico,
- Acido 8-amino-1-hidroxi-2-fenilazonaftaleno-3:6-disulfónico,
- Acido 8-amino-1-hidroxi-2:2'-azonaftaleno-1':3:6-trisulfónico,
- Acido 6-amino-1-hidroxi-2-(4'-metoxi-2'-sulfofenilazo)naftaleno-3-sulfónico,
- 10 Acido 8-amino-1-hidroxi-2:2'-azonaftaleno-1':3:5'-trisulfónico,
- Acido 6-amino-1-hidroxi-2:2'-azonaftaleno-1',3,5'-trisulfónico,
- Acido 6-metilamino-1-hidroxi-2:2'-azonaftaleno-1':3:5'-trisulfónico,
- Acido 7-amino-1-hidroxi-2:2'-azonaftaleno-1':3-disulfónico,
- Acido 8-amino-1-hidroxi-2-(4'-hidroxi-3'-carboxifenilazo)naftaleno-3:6-disulfónico,
- 15 Acido 6-amino-1-hidroxi-2-(4'-hidroxi-3'-carboxifenilazo)naftaleno-3:5-disulfónico,
- En la clase (ii)
- Acido 2-(4'-amino-2'-metilfenilazo)naftaleno-4:8-disulfónico,
- Acido 2-(4'-amino-2'-acetilaminofenilazo)naftaleno-5:7-disulfónico,
- Acido 2-(4'-amino-2'-ureidofenilazo)naftaleno-3:6:8-trisulfónico,
- 20 Acido 4-nitro-4'-(4''-metilaminofenilazo)etilbeno-2:2'-disulfónico,
- Acido 4-nitro-4'-(4''-amino-2''-metil-5''-metoxifenilazo)etilbeno-2:2'-disulfónico,
- Acido 2-(4'-amino-2'-acetilaminofenilazo)naftaleno-4:8-disulfónico,



Acido 4-amino-2-metilazobenceno-2':5'-disulfónico,

En la clase (iii)

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

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

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

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

Acido 4-amino-4'-(3"-metil-1"-fenil-4"-pirazol-5"-onilazo)estilbeno-2:2'-disulfónico,

Acido 4-amino-4'-(2"-hidroxi-3",6"-disulfo-1"-naftilazo)estilbeno-2:2'-disulfónico,

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

10 Acido 7-(3'-sulfofenilamino)-1-hidroxi-2-(4'-amino-2'-carboxifenilazo)-naftaleno-3-sulfónico,

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

Acido 6-acetilamino-1-hidroxi-2-(5'-amino-2'-sulfofenilazo)-naftaleno-3-sulfónico,

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

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

15 1-(4':8'-disulfonaft-2'-il)3-metil-4-(4"-amino-2"-sulfofenilazo)-5-pirazolona,

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

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

En la clase (iv)

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

20 1-(3'-aminofenil)-3-carboxi-4-(2'-carboxi-4'-sulfofenilazo)-5-pirazolona,

Acido 4-amino-4'-/3"-metil-4"--(2":5"-disulfofenilazo)-1"-pirazol-5"-onil/estilbeno-2:2'-disulfónico.



En la clase (v)

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

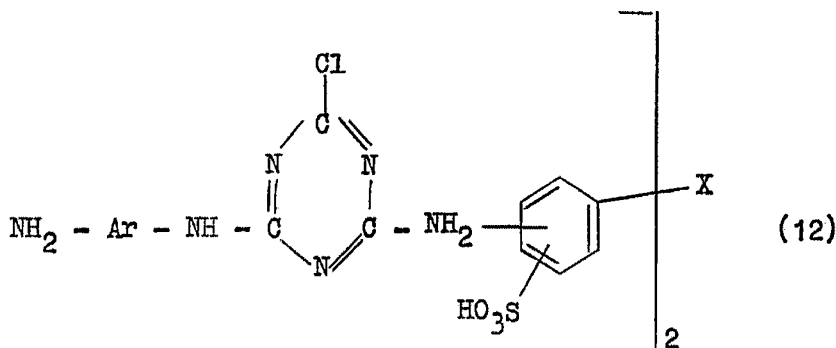
5 El complejo de cobre del ácido 6-amino-1-hidroxi-2-(2'-hidroxi-5'-sulfofenilazo)naftaleno-3-sulfónico,

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

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

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

Los nuevos colorantes pueden prepararse también, en muchos casos, mediante un proceso de copulación. Así, mediante condensación de cloruro cianúrico, en cualquier orden, con  
15 medio mol de una diamina de fórmula (5) y una proporción molecular de una diamina aromática, se obtiene una diamina aromática tetrazotable de fórmula general:



20 en la cual el núcleo bencénico puede contener también un grupo metilo, la cual puede ser tetrazotada y copulada con 2 moles de un componente de copulación, por ejemplo un fenol, naftol, aminonaftol, pirazolona o amina aromática.

Alternativamente, el cloruro cianúrico puede condensarse con 1/2 mol de la diamina de fórmula (5) y una proporción molecular de un compuesto aromático que contiene un  
25



grupo amino acilable y que, después de la condensación, es todavía capaz de copular con un compuesto de diazonio, copulándose entonces el producto resultante con dos moles de una amina aromática diazotada.

5 Ejemplos de compuestos aromáticos adecuados útiles para la condensación a este respecto, incluyen aminofenoles, aminonaftoles y diaminas aromáticas.

10 Las etapas de condensación de estos procesos pueden realizarse de forma análoga a la descrita anteriormente para la condensación de cloruro cianúrico con la diamina de fórmula (5) y el compuesto aminoazóico de fórmula (4). Las etapas de copulación deben efectuarse preferiblemente al pH más bajo consistente con la velocidad y eficacia de la copulación, para reducir la posibilidad de hidrólisis de los átomos de cloro enlazados a los núcleos triazínicos.

15 Los nuevos colorantes reactivos son valiosos para teñir materiales textiles celulósicos que comprenden algodón natural o regenerado. Para teñir dichos materiales, los nuevos colorantes se aplican preferiblemente, bien por un proceso de estampación o bien, preferiblemente, por un proceso de teñido, a los materiales textiles celulósicos en combinación con un tratamiento con un agente aceptor de ácido, por ejemplo sosa cáustica, carbonato, fosfato, silicato o bicarbonato de sodio, el cual puede aplicarse al material textil celulósico antes, durante o después de la aplicación del colorante. Cuando se aplican de este modo, los nuevos colorantes reaccionan con la celulosa y proporcionan tonalidades que poseen excelente solidez al lavado.

25 La invención puede ilustrarse, pero no limitarse, por los siguientes ejemplos en los cuales las partes y porcen-



tajes son en peso.

EJEMPLO 1

5 Se disuelven 30,95 partes de la sal trisódica del ácido 1-hidroxi-6-amino-2,2'-azonaftaleno-3,1',5'-trisulfónico en 400 partes de agua y se enfría a una temperatura de 0-5°C. Se añade rápidamente una solución de 9,4 partes de cloruro cianúrico en 100 partes de acetona y se mantiene el pH entre 5 y 7 por la adición de 50 partes de una solución al 4 % de hidróxido sódico. Después de 1 hora, se añaden 10,4 partes de 10 la sal disódica de ácido 4,4'-diaminodifeniletano-2,2'-disulfónico disueltas en 200 partes de agua y la mezcla se calienta a 40-45°C durante 6 horas. Durante este tiempo, el pH se mantiene entre 6 y 7 por la adición de 25 partes de una solución 2N de carbonato sódico, ajustándose el pH final a 7. Se añaden 15 entonces 65 partes de cloruro sódico y el colorante precipitado se filtra y se seca a 50°C.

20 Cuando se aplica a materiales textiles celulósicos, en presencia de un agente aceptor de ácido, se obtienen tonalidades naranja brillante, muy fuerte, de excelente solidez al lavado.

25 La Tabla I proporciona otros ejemplos de la invención, que pueden obtenerse reemplazando la sal trisódica del ácido 1-hidroxi-6-amino-2,2'-azonaftaleno-3,1',5'-trisulfónico empleada en el ejemplo 1, por la cantidad equivalente del compuesto monoazóxico mostrado en la columna II y/o reemplazando el ácido 4,4'-diaminodifeniletano-2,2'-disulfónico por una cantidad equivalente de la diamina indicada en la columna III.

La columna IV indica la tonalidad de materiales textiles de algodón teñidos con el nuevo colorante.



Ejem plo	II	III	IV
2	Sal trisódica del ácido 7-(2'-sulfofenilazo)-1-amino-8-naftol-3:6-disulfónico	Acido 4:4'-diaminodifenil-etano-2:2'-disulfónico	Rojo-azulado
3	"	4:4'-diamino-2:2'-disulfo-difenilsulfuro	"
4	"	4:4'-diamino-2:2'-disulfo-difeniléter	"
5	"	4:4'-diamino-2:3'-disulfo-difenilamina	"
6	"	4:4'-diamino-3:3'-dimetil-6:6'-disulfodifenilmetano	"
7	"	2:2'-diamino-5:5'-dimetil-6:6'-disulfodifenilmetano	"
8	Sal trisódica de 4'-(3", 6", 8"-trisulfonaft-2"-ilazo)-3'-ureidoanilina	"	Amarillo
9	"	Acido 4:4'-diaminodifenil-etano-2:2'-disulfónico	"
10	"	4:4'-diamino-2:2'-disulfo-difenilsulfuro	"
11	"	4:4'-diamino-2:2'-disulfo-difeniléter	"
12	Sal trisódica de 4'-(3": 6": 8"-trisulfonaft-2"-ilazo)-3'-acetilamino-anilina	4:4'-diamino-2:2'-disulfo-difeniléter	"
13	"	Acido 4:4'-diaminodifenil-etano-2:2'-disulfónico	"
14	Sal tetrasódica de ácido 7-(2':5'-disulfofenilazo)-1-amino-8-naftol-3:6-disulfónico	"	Rojo-azulado
15	Sal trisódica de ácido 7-(1'-sulfonaft-2'-ilazo)-1-amino-8-naftol-3:6-disulfónico	"	"
16	"	4:4'-diamino-2:2'-disulfo-difeniléter	"



Ejemplo	II	III	IV
17	Sal trisódica de ácido 7-(1'-sulfonaf-2'-ilazo)-1-amino-8-naftol-3:6-disulfónico	4:4'-diamino-2:2'-disulfodifenilsulfuro	Rojo-azulado
18	Sal disódica de ácido 6-(4'-metoxi-2'-sulfofenilazo)-2-(N-metilamino)-5-naftol-7-sulfónico	"	Escarlata
19	"	Acido 4:4'-diaminodifenil-etano-2:2'-disulfónico	"
20	Sal tetrasódica del complejo de cobre del ácido 2-(2'-hidroxi-3';5'-disulfofenilazo)-6-amino-1-naftol-3:5-disulfónico	Acido 4:4'-diaminodifenil-etano-2:2'-disulfónico	Rojo sangre
21	Sal trisódica del complejo de cobre del ácido 2-(2'-hidroxi-3'-cloro-5'-sulfofenilazo)-8-amino-1-naftol-3:6-disulfónico	"	Violeta
22	"	4:4'-diamino-2:2'-disulfodifenilsulfuro	"
23	"	4:4'-diamino-2:2'-disulfodifeniléter	"
24	Sal tetrasódica del ácido 2-(4';8'-disulfonaf-2'-ilazo)-8-amino-1-naftol-3:6-disulfónico	"	Burdeos
25	Sal disódica del ácido 8-amino-1-hidroxi-2-fenilazonaftaleno-3:6-disulfónico	Acido 4:4'-diaminodifenil-etano-2:2'-disulfónico	Rojo-azulado
26	"	4:4'-diamino-2:2'-disulfofeniléter	"
27	"	4:4'-diamino-2:2'-disulfodifenilsulfuro	"
28	Sal disódica del ácido 2-(4'-amino-2'-metilfenilazo)naftaleno-4:8-disulfónico	4:4'-diamino-2:2'-disulfodifenilsulfuro	Amarillo



Ejemplo	II	III	IV
29	Sal disódica del ácido 2-(4'-amino-2'-metilfenilazo)naftaleno-4:8-disulfónico	Acido 4:4'-diaminodifenil-etano-2:2'-disulfónico	Amarillo
30	"	4:4'-diamino-2:2'-disulfodifeniléter	"
31	Sal disódica del ácido 2-(4'-amino-2'-acetilaminofenilazo)naftaleno-5:7-disulfónico	"	"
32	Sal disódica del ácido 4-nitro-4'-(4"-metilaminofenilazo)estilbeno-2:2'-disulfónico	"	"
33	Sal disódica de 1-(2':5'-dicloro-4'-sulfofenil)-3-metil-4-(3"-amino-6"-sulfofenilazo)-5-pirazolona	"	"
34	"	Acido 4:4'-diaminodifenil-etano-2:2'-disulfónico	"
35	Sal trisódica de 1-(4'-sulfofenil)-3-carboxi-4-(4"-amino-2"-sulfofenilazo)-5-pirazolona	"	"
36	"	4:4'-diamino-2:2'-disulfodifeniléter	"
37	Sal disódica de 1-(2'-sulfofenil)-3-metil-4-(3"-amino-6"-sulfofenilazo)-5-pirazolona	4:4'-diamino-2:2'-disulfodifeniléter	"
38	"	Acido 4:4'-diaminodifenil-etano-2:2'-disulfónico	"
39	Sal trisódica del ácido 8-acetilamino-1-hidroxi-2-(3'-amino-6'-sulfofenilazo)naftaleno-3:6-disulfónico	"	Rojo-azulado
40	Sal disódica de 1-(3'-aminofenil)-3-metil-4-(2':5'-disulfofenilazo)-5-pirazolona	"	Amarillo



Ejemplo	II	III	IV
41	Sal trisódica del ácido 1-hidroxi-6-amino-2,2'-azonaftaleno-3,1',5'-trisulfónico	4:4'-diamino-2:2'-disulfodifenilsulfuro	Naranja
42	Sal trisódica del ácido 6-(N-metilamino)-1-hidroxi-2,2'-azonaftaleno-1':3:5'-trisulfónico	Acido 4:4'-diaminodifenil-etano-2:2'-disulfónico	Naranja
43	Sal disódica de 5-(3'-amino-4':6'-disulfofenilazo)-1-etil-3-ciano-4-metil-6-hidroxipirid-2-ona	"	Amarillo-verdoso
44	Sal disódica de 5-(3'-amino-4':6'-disulfofenilazo)-1-etil-3-amino-carbonil-4-metil-6-hidroxipirid-2-ona	"	"
45	"	4:4'-diamino-2:2'-disulfodifenilsulfuro	"

EJEMPLO 46

Se disuelven 11,3 partes de la sal disódica de 4:4'-diamino-3:3'-disulfodifenilsulfona en 200 partes de agua y se enfría entonces a 0 - 5°C. Se añade una solución de 9,4 partes de cloruro cianúrico en 100 partes de acetona y el pH se mantiene entre 5 y 7 mediante la adición de 50 partes de una solución al 4 % de hidróxido sódico. Después de 1 hora, se añaden 24,85 partes de la sal disódica de ácido 6-amino-1-hidroxi-2-(4'-metoxi-2'-sulfofenilazo)naftaleno-3-sulfónico en 400 partes de agua y la mezcla se calienta a 40 - 45°C durante 5 horas, manteniéndose el pH en 6-7 por la adición de una solución al 4 % de hidróxido sódico. El producto se aísla añadiendo sal común, enfriando y filtrando el colorante preci



pitado.

Este colorante puede aplicarse a materiales textiles celulósicos, en presencia de agentes aceptores de ácido, para producir tonalidades escarlata fuertes de excelente solidez al lavado.

5

La Tabla II proporciona otros ejemplos de la invención que pueden obtenerse reemplazando la sal disódica del ácido 6-amino-1-hidroxi-2-(4'-metoxi-2'-sulfofenilazo)naftaleno-3-sulfónico empleada en el ejemplo 46 por la cantidad equivalente del compuesto monoazóico mostrado en la columna II y/o reemplazando la sal disódica de 4:4'-diamino-3:3'-disulfodifenilsulfona por una cantidad equivalente de la diamina indicada en la columna III. La columna IV muestra la tonalidad de los materiales textiles de algodón teñidos con el nuevo colorante.

10

15

Ejemplo	II	III	IV
47	Sal disódica del ácido 2-(4'-amino-2'-metilfenilazo)naftaleno-4:8-disulfónico	4:4'-diamino-3:3'-disulfodifenilsulfona	Amarillo
48	Sal trisódica del ácido 1-hidroxi-6-amino-2:2'-azonaftaleno-3,1',5'-trisulfónico	"	Naranja
49	"	3:3'-diamino-4:4'-disulfodifenilsulfona	"
50	"	4:4'-diamino-3:3'-disulfobenzofenona	"
51	"	4:4'-diamino-3:3'-disulfazobenceno	"
52	"	4:4'-diamino-2,2'-disulfodifenilsulfuro	"



EJEMPLO 53

5 Se disuelven 10,1 partes de la sal disódica de 4:4'-  
diamino-2:2'-disulfodifeniléter en 150 partes de agua y la so-  
lución se enfría a 0-5°C. Se añade una solución de 9,4 partes  
de cloruro cianúrico en 100 partes de acetona y el pH se man-  
tiene entre 5 y 7 por la adición de 25 partes de una solución  
10 2N de carbonato sódico. Después de aproximadamente 1 hora y  
media, se añade una solución de 13,05 partes de la sal sódica  
del ácido 1-hidroxi-6-aminonaftaleno-3-sulfónico en 300 partes  
de agua y la mezcla se calienta lentamente a 40-45°C, mantenién-  
dose el pH en 6-7 por la adición de una solución 2N de carbo-  
nato sódico. La mezcla de reacción se mantiene a esta tempera-  
tura durante 8 horas y se ajusta el pH final a 7. La mezcla se  
enfria luego a 0-5°C. Se añade entonces una suspensión de la  
15 sal de diazonio obtenida a partir de 17,35 partes de la sal  
disódica del ácido 2-aminonaftaleno-1:6-disulfónico y el pH se  
mantiene en 6-7 por la adición de 25 partes de una solución 2N  
de carbonato sódico. El producto se obtiene añadiendo cloruro  
sódico al 15 % y filtrando el precipitado.

20 Cuando este colorante se aplica a materiales texti-  
les celulósicos, se obtienen fuertes tonalidades naranja bri-  
llantes de excelente solidez al lavado.

EJEMPLO 54

25 Se condensan 11,3 partes de la sal disódica de  
4:4'-diamino-3:3'-disulfodifeniilsulfona con 9,4 partes de clo-  
ruro cianúrico, tal y como se ha descrito anteriormente en el  
ejemplo 46. Se añaden 10,5 partes de la sal sódica de ácido  
metafenilendiamina sulfónico y la mezcla se calienta a 40-45°C;  
el pH se mantiene entre 3 y 5 durante la reacción, añadiéndose,  
30 cuando sea necesario, una solución 2N de carbonato sódico.



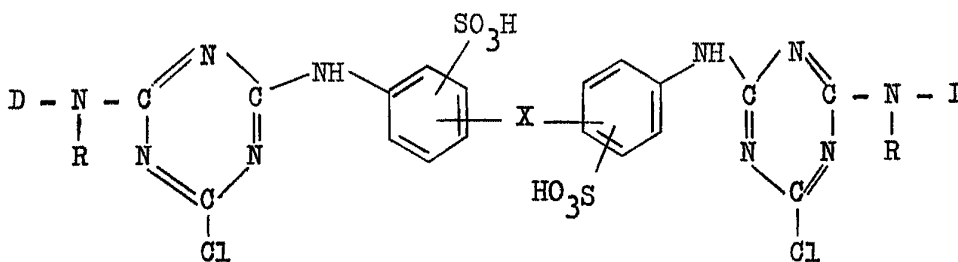
La mezcla se enfría entonces a 0-5°C y se añaden 12,5 partes de ácido clorhídrico 10N seguido por 3,5 partes de nitrito sódico. Una vez completa la tetraazotación, la mezcla se añade a una solución de 9,8 partes de la sal sódica de 1-fenil-3-metil-5-pirazolona y 15 partes de carbonato sódico en 200 partes de agua. El producto se aísla salificando con cloruro potásico al 15 %, filtrando y secando.

Cuando se aplica a materiales textiles celulósicos, en presencia de agentes aceptores de ácido, se obtienen fuertes tonalidades amarillas de excelente solidez al lavado.

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 22.352/73 de 10 de mayo de 1.973, accogiéndose 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 LA OBTENCION DE COLORANTES REACTIVOS DE LA SERIE TRIAZINICA; caracterizándose por lo siguiente:

1.- Procedimiento para la obtención de colorantes reactivos de la serie triazínica, de fórmula:



(1)





en la que R representa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo, X es O, CH<sub>2</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>, SO<sub>2</sub>, CO, NH, N=N ó S, cada anillo bencénico puede contener también un grupo metilo y D - N -



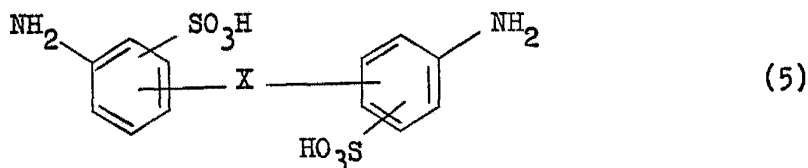
5

representa el radical de un compuesto monoazóico que contiene el grupo NHR, el cual puede o no estar metalizado, y que contiene como mínimo un grupo ácido sulfónico; caracterizado porque comprende hacer reaccionar cloruro cianúrico, en cualquier orden, con una proporción molecular de un compuesto aminoazóico soluble en agua, de fórmula:

10



y con media proporción molecular de una diamina de fórmula:



15

en cuyas fórmulas los símbolos D, R y X se definen como anteriormente y en donde cada anillo bencénico puede contener también un grupo metilo.

2.- Procedimiento para la obtención de colorantes reactivos de la serie triazínica, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

20

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

Madrid,

10 MAYO 1974

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

GOMEZ ACEBO Y KOBET  
En su Firma: L. Gasta Fernández

