

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

ES

11

21

22

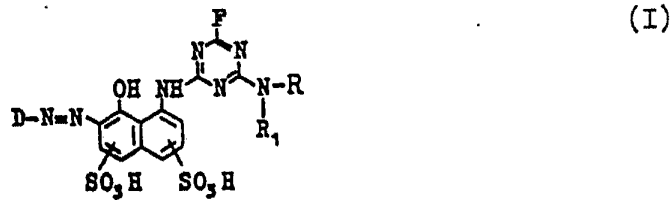
NUMERO	471223
FECHA DE PRESENTACION	28 JUN. 1978

A1

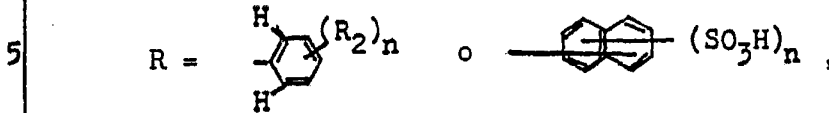
PATENTE DE INVENCION

<p>30 PRIORIDADES:</p>		
<p>31 NUMERO</p> <p>P 27 29 240.6</p> <p>P 27 31 617.2</p>	<p>32 FECHA</p> <p>29 de junio de 1.977</p> <p>13 de julio de 1.977</p>	<p>33 PAIS</p> <p>República Federal Alemana.</p>
<p>47 FECHA DE PUBLICIDAD</p>	<p>51 CLASIFICACION INTERNACIONAL</p> <p>C09B</p>	<p>62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA</p>
<p>54 TITULO DE LA INVENCION</p> <p>PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COLORANTES REACTIVOS.</p>		
<p>71 SOLICITANTE (S)</p> <p>BAYER AKTIENGESELLSCHAFT,</p>		
<p>DOMICILIO DEL SOLICITANTE</p> <p>Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.</p>		
<p>72 INVENTOR (ES)</p> <p>Klaus Wunderlich y Wolfgang Harms.</p>		
<p>73 TITULAR (ES)</p>		
<p>74 REPRESENTANTE</p> <p>D. JOSE MIGUEL GOMEZ-ACEBO Y POMBO.</p>		

El objeto de la presente invención son colorantes reactivos de fórmula



donde



D = el resto de un componente diazónico

R<sub>1</sub> = H, alquilo

R<sub>2</sub> = SO<sub>3</sub>H, SO<sub>2</sub>NHR<sub>1</sub>, SO<sub>2</sub>NR<sub>1</sub>R<sub>3</sub>, COOR<sub>1</sub>, CONHR<sub>1</sub>, CONR<sub>1</sub>R<sub>3</sub>, CN, OH,

10 halógeno, alquilo, alcoxi, alquilcarbonilamino, ureido,  
donde R<sub>3</sub> = alquilo

n = 1, 2 ó 3.

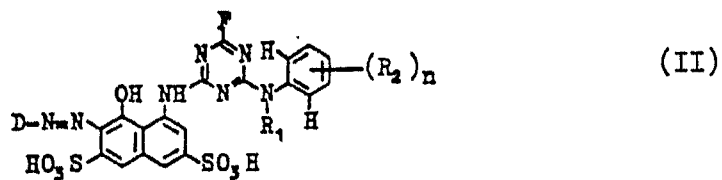
Los restos alquilo y alcoxi, así como los restos ureido pueden, en caso dado estar sustituidos. Restos alquilo y alcoxi preferentes son aquellos con 1-4 átomos de carbono. Restos R<sub>1</sub> preferentes son hidrógeno, así como CH<sub>3</sub> y C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>. Ejemplos de los restos R<sub>2</sub> son fluor, cloro, bromo, además los grupos:

20 SO<sub>3</sub>H, SO<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>, SO<sub>2</sub>NHCH<sub>3</sub>, SO<sub>2</sub>N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, SO<sub>2</sub>NHC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, SO<sub>2</sub>NH-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>OH,  
SO<sub>2</sub>N(CH<sub>3</sub>)CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>OH, SO<sub>2</sub>-NH-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-OSO<sub>3</sub>H,  
COOH, COOCH<sub>3</sub>, COOC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, CONH<sub>2</sub>, CONHCH<sub>3</sub>, CON(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, CONHC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, CN,  
CH<sub>3</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>, C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>, CH<sub>2</sub>-SO<sub>3</sub>H, CH<sub>2</sub>OH, CH<sub>2</sub>-COOH,  
OCH<sub>3</sub>, OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, O-C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>-OH, O-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-OCH<sub>3</sub>, O-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>,  
NH-COCH<sub>3</sub>, NH-CO-CH<sub>2</sub>OH, NH-CO-CH<sub>2</sub>Cl, NH-CO-CH<sub>2</sub>-SO<sub>3</sub>H,  
NH-CO-NH<sub>2</sub>, NH-CO-NH-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>OH, NH-CO-NHCH<sub>3</sub>, NH-CO-N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.

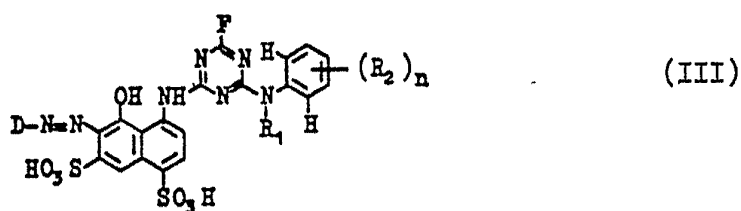
25 Restos R<sub>3</sub> preferentes son CH<sub>3</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>OH.

Colorantes preferentes dentro del marco de la

fórmula (I) son aquellos de fórmula

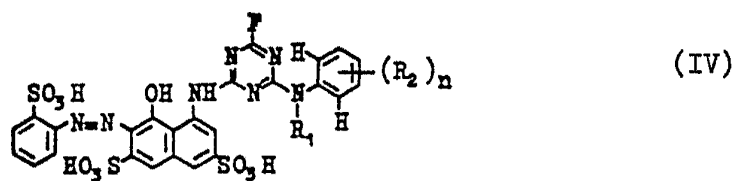


así como aquellos de fórmula

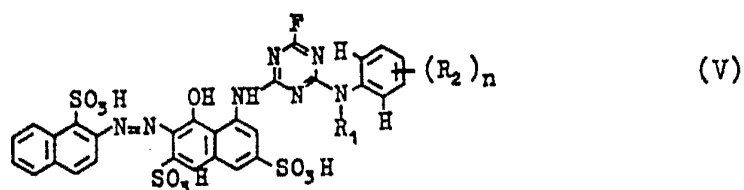


5

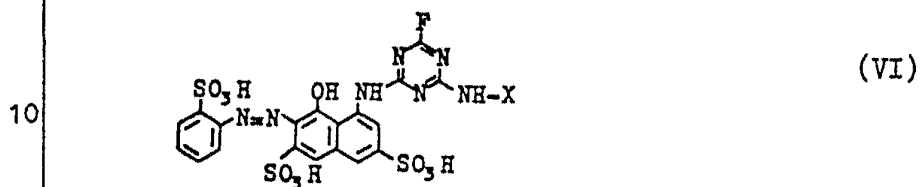
además, aquellos de fórmula



y aquellos de fórmula

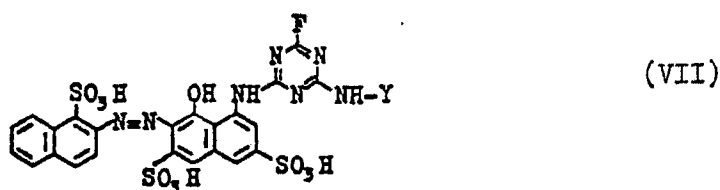


finalmente aquellos de fórmula



10

donde X = 3-sulfofenilo, 4-metilfenilo, 3-hidroxifenilo  
y aquellos de fórmula



donde Y = 4-sulfofenilo, 4-acetilaminofenilo, 3-hidroxifenilo.

También tienen preferencia los colorantes de fórmulas (II) - (V) con el sustituyente: (SO<sub>3</sub>H)<sub>n</sub>

en el grupo  $\begin{array}{c} -N- \\ | \\ R_1 \end{array}$ .

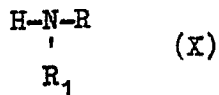
Los colorantes de fórmula (I) se obtienen condensando los ácidos 1-amino-8-hidroxinaftalín-disulfónicos de fórmula



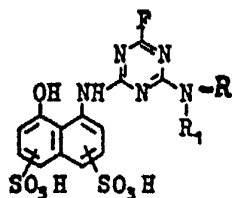
primeramente con fluoruro cianúrico a compuestos de fórmula



y estos, entonces, con aminas aromáticas de fórmula



donde R y R<sub>1</sub> tienen el significado arriba indicado, a compuestos de fórmula

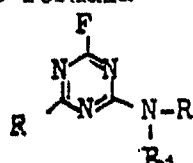


(XI)

donde R y R<sub>1</sub> tienen el significado indicado, y los productos intermedios reactivos de fórmula (XI) se copulan a continuación con aminas diazotadas de fórmula general



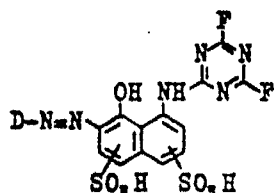
Una variante para la obtención de los compuestos de fórmula (XI) consiste en la reacción de fluoruro cianúrico con las aminas aromáticas de fórmula (X) a componentes reactivos de fórmula



(XIII)

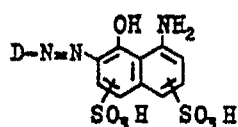
y su condensación con los ácidos aminohidroquinaftalindisulfónicos de fórmula (VIII).

Otras variantes para la obtención de los colorantes de fórmula (I) consisten en copular los productos intermedios (IX) primeramente con sales diazónicas a colorantes difluortriazinilazóicos de fórmula



(XIV)

y condensar estos compuestos (XIV) a continuación con las aminas (X) o condensar los colorantes azóicos de fórmula



(XV)

bien con los componentes reactivos de fórmula (XIII) o también escalonadamente con fluoruro cianúrico a los compuestos (XIV) y a continuación con las aminas aromáticas (X) a los colorantes (I).

5 Ejemplos de los compuestos de fórmula (VIII) son:

Acido 1-amino-3-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico

Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-4,6-disulfónico

Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,5-disulfónico

Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-2,4-disulfónico

10 Aminas aromáticas de fórmula (X), adecuadas para la condensación con los productos intermedios (IX) o bien (XIV) son, por ejemplo:

1-amino-3- ó -4-metilbenceno, 1-amino-3,4- ó -3,5-dimetilbenceno, 1-amino-3- ó -4-etilbenceno, 1-amino-3- ó -4-metoxibenceno, 1-amino-4-etoxibenceno, 1-amino-3- ó -4-(2-hidroxi-etoxi)-  
 15 benceno, 1-amino-3- ó -4-(2-metoxi-etoxi)-benceno, 1-amino-3- ó -4-clorobenceno, ácido 3- ó 4-amino-fenilmetansulfónico, ácido 3-aminobencenosulfónico, ácido 4-aminobencenosulfónico, ácido 5-aminobenceno-1,3-disulfónico, ácido 4-aminobenceno-1,2-  
 20 disulfónico, ácido 4-amino-5-metilbenceno-1,2-disulfónico, 3- ó 4-aminobenceno-sulfonamida, 3- ó 4-aminobencenosulfonetilamida, 3- ó 4-amino-bencenosuldimetilamida, 3- ó 4-aminobencenosulfon-(2-hidroxi-etil)-amida, ácido 5-aminobenceno-1,3-dicarboxílico, ácido 3- ó 4-aminobenzóico, 3- ó 4-aminobenzamida,  
 25 3- ó 4-aminobenzoato de metilo, ó de -etilo, 3- ó 4-aminobenzonitrilo, 3-amino-(N-fenilsulfonil)-bencenosulfonamida, 3- ó 4-aminofenol, ácido 5-amino-2-hidroxi-bencenosulfónico, ácido 4-amino-2-hidroxi-bencenosulfónico, ácido 5-amino-2-etoxi-bencenosulfónico, 1-acetilamino-3- ó -4-aminobenceno, 1-amino-3- ó  
 30 -4-(hidroxi-acetil)-aminobenceno, 1-amino-4-(sulfoacetil)-

aminobenceno, 3- ó 4-aminofenilúrea, N-(3-aminofenil)-N'-(2-hidroxietyl)-úrea, ácido 3- ó 4-aminofeniloximídico, 1-metilamino-3- ó -4-metilbenceno, 1-etilamino-4-clorobenceno, 1-etilamino-3- ó -4-metilbenceno, 1-(2-hidroxietyl)-amino-3-metilbenceno, ácido 3- ó 4-metilaminobenzóico, ácido 4-metilaminobenzóico, ácido 4-metilaminobencenosulfónico.

Acido 2-aminonaftalin-1-sulfónico, ácido 4-aminonaftalin-1-sulfónico, ácido 5-aminonaftalin-1-sulfónico, ácido 6-aminonaftalin-1-sulfónico, ácido 7-aminonaftalin-1-sulfónico, ácido 8-aminonaftalin-1-sulfónico, ácido 1-aminonaftalin-2-sulfónico, ácido 4-aminonaftalin-2-sulfónico, ácido 5-aminonaftalin-2-sulfónico, ácido 6-aminonaftalin-2-sulfónico, ácido 7-aminonaftalin-2-sulfónico, ácido 7-metilaminonaftalin-2-sulfónico, ácido 7-etilaminonaftalin-2-sulfónico, ácido 7-butilaminonaftalin-2-sulfónico, ácido 7-isobutilaminonaftalin-2-sulfónico, ácido 8-aminonaftalin-2-sulfónico, ácido 4-aminonaftalin-1,3-disulfónico, ácido 5-aminonaftalin-1,3-disulfónico, ácido 6-aminonaftalin-1,3-disulfónico, ácido 7-aminonaftalin-1,3-disulfónico, ácido 8-aminonaftalin-1,3-disulfónico, ácido 2-aminonaftalin-1,5-disulfónico, ácido 3-aminonaftalin-1,5-disulfónico, ácido 4-aminonaftalin-1,5-disulfónico, ácido 4-aminonaftalin-1,6-disulfónico, ácido 8-aminonaftalin-1,6-disulfónico, ácido 4-aminonaftalin-1,7-disulfónico, ácido 3-aminonaftalin-2,6-disulfónico, ácido 4-aminonaftalin-2,6-disulfónico, ácido 3-aminonaftalin-2,7-disulfónico, ácido 4-aminonaftalin-2,7-disulfónico, ácido 6-aminonaftalin-1,3,5-trisulfónico, ácido 7-aminonaftalin-1,3,5-trisulfónico, ácido 8-aminonaftalin-1,3,5-trisulfónico, ácido 4-aminonaftalin-1,3,6-trisulfónico, ácido 7-aminonaftalin-1,3,6-trisulfónico, ácido 8-aminonaftalin-1,3,6-trisulfónico, ácido 4-aminonaftalin-1,3,7-trisulfónico.

Como aminas diazotables de fórmula (XII) sean mencionadas, como ejemplo:

ácido 2-aminobencenosulfónico, ácido 3-aminobencenosulfónico,  
 4-aminobencenosulfónico, ácido 2-aminobenceno-1,4-disulfónico,  
 5 ácido 4-aminobenceno-1,3-disulfónico, ácido 6-amino-5-metil-  
 benceno-1,3-disulfónico, ácido 2-amino-5-metilbenceno-sulfóni-  
 co, ácido 2-amino-5-metoxibencenosulfónico, ácido 2-amino-4-  
 clorobenceno-sulfónico, ácido 2-amino-5-clorobencenosulfónico,  
 ácido 2-amino-5-acetilamino-bencenosulfónico, ácido 2-amino-4-  
 10 acetilaminobencenosulfónico, ácido 3-amino-4-metoxibencenosul-  
 fónico, ácido 3-amino-4-metilbencenosulfónico, ácido 2-amino-  
 3,5-dimetilbencenosulfónico, ácido 4-amino-5-metilbenceno-1,2-  
 disulfónico, ácido 2-amino-4-sulfobenzóico, ácido 2-amino-5-  
 sulfobenzóico, ácido 2-amino-benzóico, ácido 4-aminobenzóico,  
 15 1-amino-2-, -3- ó -4-metilbenceno, 1-aminobenceno, 1-amino-2-,  
 -3- ó -4-metoxibenceno, 1-amino-2-trifluormetilbenceno, ácido  
 2-aminonaftalin-1-sulfónico, ácido 2-amino-naftalin-1,5-disul-  
 fónico, ácido 2-amino-naftalin-1,7-disulfónico, ácido 3-amino-  
 naftalin-1,5-disulfónico, ácido 3-amino-naftalin-2,6-disulfó-  
 20 nico, ácido 2-amino-naftalin-3,6-disulfónico, ácido 7-amino-  
 naftalin-1,3-disulfónico, 6-amino-naftalin-1,3-disulfónico,  
 ácido 4-amino-naftalin-1-sulfónico, ácido 5-amino-naftalin-1-  
 sulfónico, ácido 6-amino-naftalin-1-sulfónico, ácido 1-amino-  
 naftalin-2,7-disulfónico, ácido 4-amino-naftalin-1,3-disulfóni-  
 25 co, ácido 6-amino-naftalin-1,3,5-trisulfónico, ácido 7-amino-  
 naftalin-1,3,6-trisulfónico, ácido 4-amino-naftalin-1,3,6-tri-  
 sulfónico, ácido 4-aminofenil-metansulfónico, 1-amino-3- ó  
 -4-(sulfoacetil)-aminobenceno, 1-amino-2-clorobenceno.

30 La reacción de los compuestos (VIII) ó bien (XV)  
 con fluoruro cianúrico se efectua en medio acuoso a temperatu-

ras de  $-10^{\circ}$  hasta  $+10^{\circ}$ , preferentemente  $0^{\circ}$  hasta  $+5^{\circ}$  en presencia de agentes de condensación alcalinos, tales como soluciones de hidróxido alcalino, carbonato alcalino, hidrógenocarbonato alcalino, fosfato alcalino o hidrógenofosfato alcalino a valores pH de 2-7, preferentemente, sin embargo 3-5.

La ulterior condensación de los compuestos (IX) o bien (XIV) con las aminas de fórmula (X) se efectúa en medio acuoso a temperaturas de  $-10^{\circ}$  hasta  $+40^{\circ}$ , preferentemente en la zona de  $0^{\circ}$  hasta  $+20^{\circ}$  y a valores pH de 4-8. Bajo estas condiciones se puede realizar también la condensación de los compuestos (VIII) o (XV) con los componentes reactivos (XIII) en medio acuoso o acuoso-orgánico.

Una variante del procedimiento especialmente ventajosa y económica consiste en efectuar todas las etapas del procedimiento consecutivamente sin aislar los productos intermedios.

Los nuevos colorantes son productos extraordinariamente valiosos que son adecuados para los más distintos fines de aplicación. Tienen un interés especial para teñir materiales textiles conteniendo grupos hidroxilo y conteniendo nitrógeno, especialmente para materiales textiles de celulosa nativa y regenerada en tonalidades rojas. Gracias al sustituyente de fluor reactivo en el anillo triazínico, los productos son extraordinariamente bien adecuados como colorantes reactivos para teñir materiales de celulosa según las técnicas de teñido dadas a conocer para esto, especialmente también para teñir estos materiales por el procedimiento de agotamiento a partir de flota larga.

Las fórmulas indicadas son los ácidos libres. Para teñir se emplean por lo general sus sales, especialmente las

sales alcalinas (por ejemplo las sales de Na, K, Li,) pero también las sales amónicas. Los colorantes se aislan por lo general también en forma de las sales.

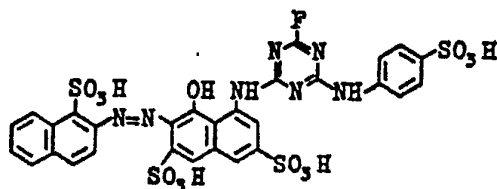
En las indicaciones de temperatura se trata de °C.

EJEMPLO 1.-

127,6 g de ácido 1-aminó-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico se disuelven en 1600 cc de agua a un pH de 5,5. Después de enfriar a 0°-5° se gotean en el transcurso de 30 minutos 34,2 cc de fluoruro cianúrico y el pH de la solución se mantiene en 4,0-4,5 mediante solución de sosa al 20%. Terminada la reacción se agrega gota a gota una solución neutralizada de 69,5 g de ácido 4-aminobencenosulfónico en 300 cc de agua y a 0-5° se mantiene el pH en 4,8-5,0. Se sigue agitando bajo estas condiciones aproximadamente durante una hora hasta terminar la condensación y ya no se consume más solución de sosa.

89.2 g de ácido 2-aminonaftalin-1-sulfónico se disuelven en 1000 cc de agua a un pH de 7. La solución se enfría a 0-5°, se agregan 80 cc de ácido clorhídrico concentrado y se gotean 100 cc de solución 4-n de nitrito sódico. Se agita durante media hora a 0-5° y el exceso en nitrito en caso dado aún existente se destruye con solución de ácido amidosulfónico. La solución de sal diazónica se agrega lentamente a la solución del componente de copulación reactivo arriba preparado y la copulación se realiza a un pH de 7,5-8,0 y 0-10°. Se deja subir la temperatura a 20°, el pH se ajusta a 5,0 con ácido clorhídrico al 10% y el colorante se sala con 400 g de cloruro sódico. Se separa por succión, se lava con solución al 20% de cloruro sódico y se seca a 40° en vacío.

El colorante corresponde, en forma del ácido libre, a la fórmula



5 50 g de madeja de algodón se tiñen en un litro de flota de teñido que contiene 1,5 g del colorante de arriba calentando en el transcurso de 30 minutos a 40°, agregando en varias porciones 50 g de sulfato sódico, agregando a continuación 20 g de sosa y tratando durante 60 minutos a esta temperatura.

10 Después de enjuagar, saponificar hirviendo y secar se obtiene un teñido rojo, tirando a azul, muy sólido al mojado, con buena estabilidad a la luz.

#### EJEMPLO 2.-

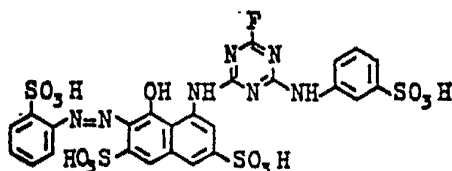
15 63,8 g de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico se disuelven en 800 cc de agua a un pH de 5,5 y la solución se enfria a 0-5°. En el transcurso de 15 minutos se gotean 18,2 cc de fluoruro cianúrico y durante esto se mantiene el pH en la solución, con solución de sosa, en 4,0-4,5. Se sigue agitando bajo las mismas condiciones durante media hora y después se gotea una solución que se ha preparado por disolución de 34,6 g de ácido 3-aminobencenosulfónico en 150cc

20 de agua a un pH de 6,0. El pH se ajusta a 5,5 y la temperatura se sigue manteniendo entre 0 y 5°. Después de aproximadamente una hora ha terminado la condensación.

25 38,1 g de ácido 2-aminobencenosulfónico se disuelven a un pH de 6,5 en 400 cc de agua. Después de agregar 40 cc de ácido clorhídrico concentrado y enfriar a 0-5° se diazota mediante goteado de 55 cc de solución 4-n de nitrito sódico.

Cuando la diaxotación ha terminado después de media-una hora se retira el nitrito en exceso con solución de ácido amidosulfónico.

El compuesto diazótico así obtenido se gotea entonces a 0-10° al componente de copulación arriba obtenido y el pH se mantiene entre 7,0 y 7,5 con solución de sosa. Terminada la copulación se deja subir la temperatura a 20°, el pH se ajusta con ácido clorhídrico al 10% a 6,0 y el colorante que se precipita en agujas pequeñas se sala con 200 g de cloruro sódico. El precipitado se sigue agitando durante una hora, se separa por succión y la torta del colorante se lava con 700 cc de solución al 15% de cloruro sódico. Después de secar en vacío a 40° se obtiene el colorante de fórmula



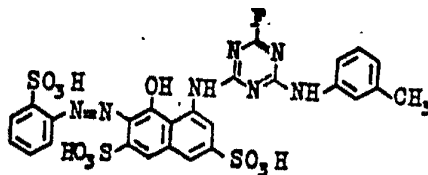
que tiñe el algodón, según el procedimiento de teñido descrito en el ejemplo 1, en tonalidades rojas tirando algo a azul, sólidas al mojado.

#### EJEMPLO 3.-

12,8 g de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico se disuelven en 200 cc de agua a un pH de 5,8. Después de enfriar la solución a 0-5°, se gotean en el transcurso de 10 minutos 3,8 g de fluoruro cianúrico manteniéndose el pH de la solución entre 4,0 y 4,5 mediante goteado de solución de sosa al 20%. Se sigue agitando aún durante 15 minutos y después se agregan 4,3 g de m-toluidina. El pH se mantiene entonces en 5,5-6,0. Terminada la condensación del componente difluorotriazinílico con la m-toluidina se vierte a 0-5° una

suspensión de sal diazónica que se obtuvo de 7,0 g de ácido 2-aminobencenosulfónico en 100 cc y 20 cc de ácido clorhídrico concentrado con 20 cc de solución 2-n de nitrito sódico análogo al ejemplo 2.

5 La copulación se efectúa a un pH de 7,0-7,5 y 0-10°. Finalmente se deja subir la temperatura a 20°, el pH se ajusta a 6,0, el colorante precipitado se sigue salando con 100 g de cloruro sódico, la suspensión se sigue agitando aún durante dos horas. Después de separar por succión, lavar 10 la torta de filtrado con 400 cc de solución al 15% y finalmente con 200 cc de solución al 10% de cloruro sódico se obtiene un colorante de fórmula



que se seca a 40° en vacío.

15 El colorante tiñe los materiales de celulosa según el procedimiento de teñido indicado en el ejemplo 1 en tonalidades rojas tirando algo a azul sólidas a la luz y muy sólidas al mojado.

#### EJEMPLO 4.-

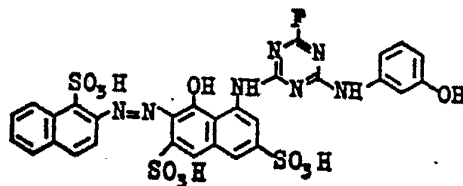
20 12,8 g de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico se disuelven en 200 cc de agua a un pH de 5,8 y después de enfriar a 0-5° se condensa con 3,8 cc de fluoruro cianúrico goteado a un pH de 4,0-4,5. Después de seguir agitando durante un cuarto de hora se agregan 4,4 g de 3-aminofenol y a continuación se mantiene el pH en 5,5-6,0. La temperatura se deja subir en una hora a 20° y la reacción se comple-

25

ta.

8,9 g de ácido 2-aminonaftalin-1-sulfónico se disuelven en 150 cc de agua a un pH de 7, se agregan 20 cc de ácido clorhídrico concentrado y se enfria a 0-5°. A continuación se gotean 20 cc de solución 2-n de nitrito sódico. Después de seguir agitando durante una hora se destruye el nitrito en exceso con solución de ácido amidosulfónico.

Después de volver a enfriar la solución arriba obtenida del componente de copulación se vierten a ésta el compuesto diazónico a 0-10° y la copulación se mantiene a un pH de 7,5-8,0. A continuación se calienta el preparado a 20°, se ajusta con ácido clorhídrico a un pH de 5,0 y se separa por succión. La torta de filtrado se lava con solución al 10% de cloruro sódico hasta que la salida esté casi incolora. El colorante, que corresponde a la fórmula



se seca en vacío a 40°.

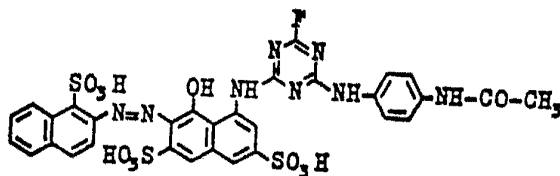
Este tinte el algodón, en flota larga, en tonalidades rojas, tirando a azul con excelentes solidez al mojado.

#### EJEMPLO 5.-

12,8 g de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico se disuelven a un pH de 5,8 y, como descrito en el ejemplo 3, se hace reaccionar con 3,8 cc de fluoruro cianúrico. A la solución obtenida se le agregan 6,0 g de 4-aminoacetanilida, el pH se ajusta a 5,5-6,0 y se deja que la temperatura suba lentamente de 0-50 a 20°.

Terminada la condensación se enfría de nuevo el preparado a 0-5° y se vierte una suspensión del compuesto diazónico que se ha obtenido por diaxotación de 8,9 g de ácido 2-aminonaftalin-1-sulfónico como en el ejemplo 4. Se efectúa la copulación a un pH de 7,5-8,0 y 0-10°, el pH de la suspensión cristalina se ajusta entonces a 5,0, el colorante se sigue salando con 50 g de cloruro sódico, se separa por succión, se lava con cloruro sódico al 15% hasta que el agua de lavado esté casi incolora y se seca a 40°.

El colorante obtenido corresponde a la fórmula



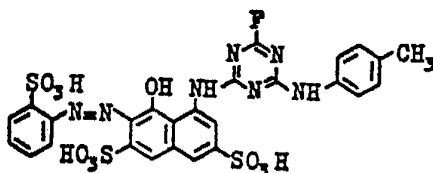
Este tinte el algodón, por ejemplo, según el procedimiento de agotamiento, tal y como se describe en el ejemplo 1, en tonalidades rojas, tirando a azul con muy buenas solidez al mojado.

#### EJEMPLO 6.-

63,8 g de ácido 1-amino-8-hidroxi-3,6-disulfónico se disuelven en 800 cc de agua a un pH de 5,5 con lejía sódica y la solución se enfría a 0-5°. A esto se gotean en el transcurso de unos 15 minutos en forma igualada 18,2 cc de fluoruro cianúrico y mediante goteado de solución de sosa al 20% se mantiene el pH en 4,0-4,5. Simultáneamente se cuida mediante intensa refrigeración de que la temperatura no sobrepase más 5°. Terminada la adición se sigue agitando durante unos 15 minutos y después se gotea, en el transcurso de otros 15 minutos, una solución de 21,4 g de p-toluidina en 50 cc de acetona. Se mantiene el pH en 5,5-6,0, se deja subir la temperatura en el

transcurso de unas dos horas a 20° y se termina la condensación.

38,1 g de ácido 2-aminobencenosulfónico se diazotan en 400 cc de agua y 40 cc de ácido clorhídrico concentrado como en el ejemplo 2 con 55 cc de solución 4-n de nitrito sódico. La suspensión de sal diazónica obtenida se agrega a 0-10° en el transcurso de unos 15 minutos en forma igualada al componente de copulación arriba obtenido y el pH se mantiene para la copulación con solución al 20% de sosa en 7,0-7,5. Terminada la copulación se deja subir la temperatura a 20°, el pH se ajusta con ácido clorhídrico a 5,0 y el colorante se sigue salando con 50 g de cloruro sódico. El colorante se separa por succión, se lava con solución al 10% de cloruro sódico hasta que el líquido de lavado esté ligeramente teñido y se seca en vacío a 50°. Este corresponde a la fórmula

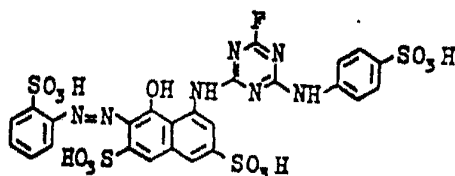


y tinte el algodón según el procedimiento de teñido del ejemplo 1 en tonalidades rojas tirando algo a azul con buenas solididades a la luz y al mojado.

#### EJEMPLO 7.-

12,8 g de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico se condensan en 200 cc de agua, como descrito en el ejemplo 3, con 3,8 cc de fluoruro cianúrico a un pH de 4,0-4,5 y 0-5°. A la solución obtenida se agregan 7,0 g de ácido 4-aminobencenosulfónico y en la mezcla de reacción se mantiene un pH de 5,5-6,0. Se agita durante una hora a 0-5°. A continuación se vierte una suspensión de sal diazónica que se obtuvo

de 7,0 g de ácido 2-aminobencenosulfónico en 100 cc de agua y 20 cc de ácido clorhídrico concentrado con 20 cc de solución 2-n de nitrito sódico a 0-5°, y para la copulación se mantiene el pH entre 7,0 y 7,5 y la temperatura entre 0 y 10°. Al final se eleva la temperatura en el transcurso de una hora a 20°. Mediante adición de 100 g de cloruro sódico se sala el colorante una vez terminada la copulación, se separa por succión y se lava con solución al 20% de cloruro sódico hasta que el líquido de lavado esté casi incoloro. El colorante, que en forma del ácido libre corresponde a la fórmula



se seca en vacío a 40°.

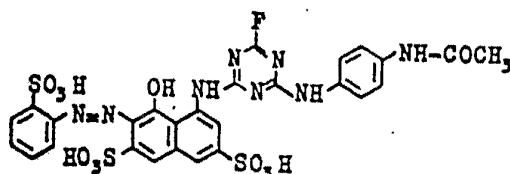
Este tinte el algodón según el procedimiento de teñido del ejemplo 1 en tonalidades rojas tirando algo a azul con excelentes solidez al mojado y buena solidez a la luz.

#### EJEMPLO 8.-

12,8 g de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico se disuelven en 200 cc de agua y, como en el ejemplo 3, se condensa con 3,8 cc de fluoruro cianúrico a un pH de 4,0-4,5 y 0-5°. Después se agregan 6,0 g de 4-aminoacetanilida y el pH de la mezcla de reacción se mantiene con solución al 20% de sosa entre 5,5 y 6,0. En el transcurso de dos horas se deja subir la temperatura a 20° y entonces se enfría de nuevo a menos de +10°.

7,0 g de ácido 2-aminobencenosulfónico se disuelven a 0-5° en 100 cc de agua bajo neutralización y, después de agregar 20 cc de ácido clorhídrico concentrado se diazota

con 20 cc de solución 2-n de nitrito sódico. Después de destruir un eventual exceso de nitrito se agrega la suspensión de sal diazónica lentamente a la solución arriba obtenida del componente de copulación y el pH se mantiene entre 7,0 y 7,4. La temperatura se deja subir en el transcurso de algunas horas a 20° y terminada la copulación se sala el colorante con 100 g de cloruro sódico. Las agujas precipitadas del colorante se separan por succión y se lavan con solución al 10% de cloruro sódico. El colorante se seca en vacío a 50°. Este corresponde a la fórmula



y tiñe el algodón según el procedimiento de teñido del ejemplo 1 en tonalidades rojas tirando algo a azul con excelentes solidez a la luz y al mojado.

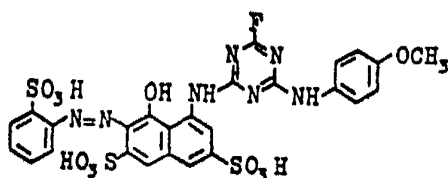
#### EJEMPLO 9.-

12,8 g de ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico se disuelven en 200 cc de agua a un pH de 5,8 y, como descrito en el ejemplo 3, se hace reaccionar con 3,8 cc de fluoruro cianúrico a 0-5° y un pH de 4,0-4,5. Terminada la reacción se gotea una solución de 4,9 g de p-anisidina en 15 cc de acetona y el pH de la mezcla de reacción se mantiene en 5,5-6,0.

7,0g de ácido 2-aminobenzenosulfónico se disuelven a un pH de 6 en 100 cc de agua. La solución se mezcla con 20 cc de ácido clorhídrico concentrado, se enfria a 0-5° y se diazota mediante goteado de 20 cc de solución 2-n de nitrito sódico. Se agita hasta terminar la diazotación y el eventual exceso de

nitrito se destruye con ácido amidosulfónico.

La suspensión de la sal diazónica se vierte entonces lentamente al componente de copulación preparado más arriba y la copulación se realiza a 0-10° y un pH de 7,0-7,5. Finalmente se deja subir la temperatura a 20°, el pH se ajusta con ácido clorhídrico al 10% a 6,0 y se sala con 200 g de cloruro sódico el colorante precipitado durante la copulación. Después de seguir agitando durante una hora se separan por succión las agujas del colorante, que corresponde a la fórmula



se lava con 700 cc de solución al 15% y 200 cc de solución al 10% de cloruro sódico y se seca a 40° en vacío.

El colorante suministra sobre algodón, según el procedimiento del ejemplo 1, teñidos rojos tirando algo a azul que tienen excelentes solidez al mojado y buena solidez a la luz.

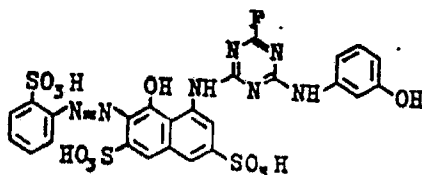
#### EJEMPLO 10.-

12,8 g de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalín-3,6-disulfónico se disuelven a un pH de 5,5 en 200 cc de agua y según el ejemplo 6 se condensan con 3,8 cc de fluoruro cianúrico a 0-5° y un pH de 4,0-4,5. A la solución del producto de condensación se agregan 4,4g de 3-aminofenol y el pH se ajusta a 5,5-6,0. Manteniendo este pH con ayuda de solución de sosa al 20% se deja subir la temperatura en el transcurso de algunas horas a 20°, y, terminada la reacción, se vuelve a enfriar a menos de +10°.

7,0 g de ácido 2-aminobencenosulfónico se disuel-

ven a 0-5° y un pH de 7 en 150 cc de agua y, después de agregar 20 cc de ácido clorhídrico concentrado se diazota con 20 cc de solución 2-n de nitrito sódico. Terminada la diazotación y destrucción del nitrito en exceso con ácido amidosulfónico se vierte la suspensión de la sal diazónica igualmente al componente de copulación reactivo arriba preparado y el pH se mantiene, para la copulación, en 7,0-7,5. Terminada la copulación se calienta el preparado a 20°, se ajusta con ácido clorhídrico a un pH de 5,0 y el colorante parcialmente precipitado se sigue salando con 50 g de cloruro sódico. Se separa por succión, se lava con solución al 10% de cloruro sódico y se seca en vacío a 50°.

En forma de ácido libre corresponde a la fórmula



Este tinte el algodón, a partir de flota larga, con muy buenas solidezces a la luz y al mojado en tonalidades rojas tirando algo a azul.

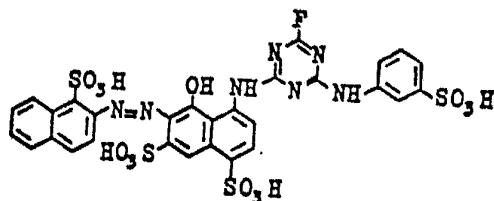
EJEMPLO 11.-

16,0 g de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-4,6-disulfónico se disuelven en 200 cc de agua a un pH de 6,0. Se enfria a 0-5° y con ácido clorhídrico concentrado se ajusta el pH a 3,5. 4,7 cc de fluoruro cianúrico se gotean en el transcurso de 10 minutos y el pH se mantiene con solución de sosa al 20% entre 3,5 y 4,0. Se agita a 0-5° y un pH de 4,0 durante 15 minutos y se agregan entonces 8,7 g ácido 3-aminobencenosulfónico. Mediante ajuste del pH a 5,5-6,0 se termina la condensación entre el compuesto difluortriazinílico y el ácido

3-aminobencenosulfónico.

11,2 g de ácido 2-aminonaftalin-1-sulfónico se disuelven en 170 cc de agua a un pH de 7. Después de enfriar a 0-5° y agregar 20 cc de ácido clorhídrico concentrado se gotean 25 cc de solución 2-n de nitrito sódico, se agita aún durante una hora a 0-5° y el nitrito en exceso se destruye con ácido amidosulfónico.

La solución de sal diazónica se agrega lentamente a 0-10° al componente de copulación arriba obtenido. El pH se mantiene con solución de sosa al 20% entre 7,5 y 8,0 y la temperatura se deja subir en el transcurso de una hora a 20°. El preparado se ajusta con ácido clorhídrico a un pH de 6,0, el colorante se sala con 150 g de cloruro sódico, se separa por succión, se lava con solución al 15% de cloruro sódico y se seca en vacío a 50°. Este corresponde a la fórmula



y tinte el algodón según el procedimiento de teñido del ejemplo 1 en tonalidades rojas tirando a azul de buenas solidez a la luz y muy buenas solidez al mojado.

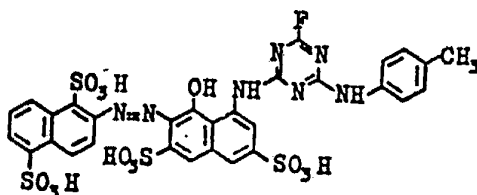
#### 20 EJEMPLO 12.-

12,8 g de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico se disuelven en 200 cc de agua a un pH de 5,5 y a 0-5° se condensa con 3,8 cc de fluoruro cianúrico goteado, manteniéndose durante la condensación el pH en la mezcla de condensación entre 4,0 y 4,5 mediante adición de solución de sosa al 20%. Terminada la reacción se gotea una solución de 4,7 g de p-toluidina en 20 cc de acetona, se mantiene ahora el

pH entre 5,5 y 6,0, y en el transcurso de dos horas se deja subir la temperatura lentamente a 20° terminándose la concentración entre el compuesto difluortriazinílico y la p-toluidina. Se vuelve a enfriar de nuevo a 0-10°.

5 12,1 g de ácido 2-aminonaftalín-1,5-disulfónico se disuelven a un pH de 6,0 en 150 cc de agua, se enfria a 0-5°, la solución se mezcla con 20 cc de ácido clorhídrico concentrado y se diazota mediante goteado de 20 cc de solución 2-n de nitrito sódico. Después de seguir agitando durante una  
10 hora a 0-5° se destruye el nitrito en exceso con ácido amidosulfónico.

El compuesto diazónico se agrega lentamente a la suspensión del componente de copulación arriba preparado y el pH se mantiene en la solución de copulación entre 7,0 y 7,5  
15 con solución de sosa al 20%. Terminada la copulación se deja subir la temperatura a 20°, el pH se ajusta con ácido clorhídrico a 5,0 y el colorante se sala lentamente con 100 g de cloruro sódico. El colorante se separa por succión, se lava con solución al 15% de cloruro sódico y se seca en vacío a 50°.  
20 Este corresponde a la fórmula



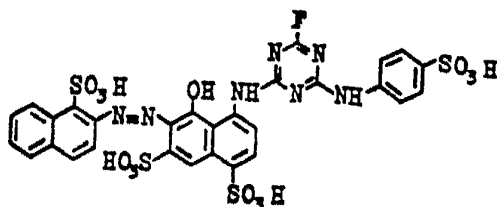
y tiñe el algodón, en flota larga, en tonalidades rojas tirando a azul con buenas solidez a la luz y muy buenas solidez al mojado.

EJEMPLO 13.-

25

Sustituyendo en el ejemplo 11 el ácido 3-aminoben

cenosulfónico por 8,7 g de ácido 4-aminobencenosulfónico y procediendo en todas las etapas de reacción como allí descrito; se obtiene un colorante de fórmula



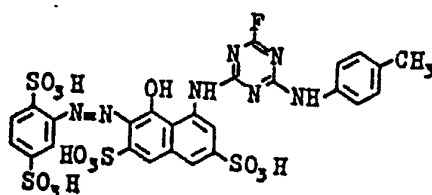
que en sus propiedades colorísticas es muy parecido al colorante del ejemplo 11.

EJEMPLO 14.-

12,8 g de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico se hacen reaccionar bajo las condiciones indicadas en el ejemplo 12, primeramente con 3,8 cc de fluoruro cianúrico y el producto intermedio formado se condensa a continuación con 4,7 g de p-toluidina.

10,1 g de ácido 2-aminobenceno-1,4-disulfónico se disuelven en 130 cc de agua a un pH de 6. Se agregan 15cc de ácido clorhídrico concentrado y a 0-5° se gotean 20 cc de solución 2-n de nitrito sódico. Se sigue agitando aún durante una hora y el eventual exceso de nitrito se destruye con ácido amidosulfónico.

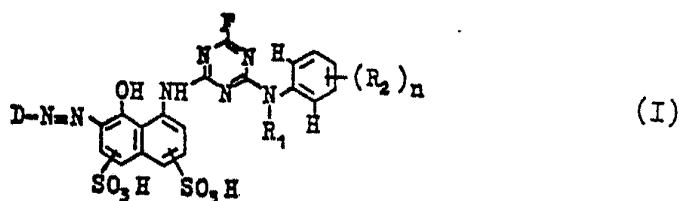
El compuesto diazónico así obtenido se vierte a 0-10° al componente de copulación reactivo de arriba y el pH se mantiene para la copulación entre 7,0 y 7,5. Después de agregar el componente diazónico se sigue agitando aún durante aproximadamente una hora. Se deja subir la temperatura a 20° y el pH se ajusta a 5,0. El colorante se sala con 150 g de cloruro sódico, se separa por succión, se lava con solución al 15% de cloruro sódico y se seca a 50° en vacío. Este corresponde a la fórmula



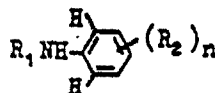
y tinte el algodón en tonalidades rojas tirando algo a azul con muy buenas solidez a la luz y al mojado.

Otros colorantes de fórmula general

5



se sintetizan según los métodos descritos en los ejemplos anteriores por condensación de los ácidos 1-amino-8-hidroxinaftalindisulfónicos mencionados en la tabla 1, fluoruro cianúrico y las minas aromáticas



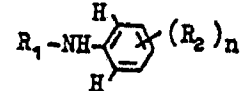
y copulación

10

a continuación de los componentes de copulación reactivos formados con las aminas  $D-NH_2$  diazotadas.

TABLA 1.-

15

nº	Componente diazótico $D-NH_2$	Acido 1-amino-8-hidroxinaftalindisulfónico	Amina aromática $R_1-NH-$ 
15	Acido 2-amino-bencenosulfónico	Acido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico	3-aminoacetanilida
16	"	"	1-amino-bencenosulfonamida
17	"	"	1-amino-3-metilbenceno
18	"	"	Acido 5-amino-2-etoxibeneeno sulfónico

20

TABLA 1.- (Continuación).

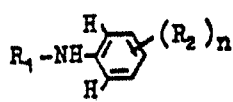
	nº	Componente diazóico D - NH <sub>2</sub>	Acido 1-amino-8- hidroxinaftalin- disulfónico	Amina aromática 
5	19	Acido 2- amino-ben- cenosulfó- nico	Acido 1-amino-8- hidroxinaftalin- 3,6-disulfónico	1-amino-3-metoxibenceno
	20	"	"	Acido 4-aminofenilmetansulfónico
	21	"	"	Acido 5-amino-2-hidroxibenceno- sulfónico
10	22	"	"	Acido 4-amino-2-hidroxibenceno- sulfónico
	23	"	"	Acido 4-aminobenzóico
15	24	Acido 2- aminonaf- talin-1- sulfónico	"	1-amino-4-metilbenceno
	25	"	"	3-aminoacetanilida
	26	"	"	Acido 5-amino-2-etoxibenceno- sulfónico
20	27	"	"	1-amino-3-hidroxiacetilamino- benceno
	28	"	"	Acido 2-amino-4-sulfobenzóico
25	29	Acido 2- aminoben- ceno-1,4- disulfóni- co	"	4-amino-benzoato de etilo
	30	"	"	3-aminofenol
	31	"	"	1-amino-4-metoxibenceno

TABLA 1.- (Continuación).

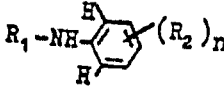
nº	Componente diazónico D - NH <sub>2</sub>	Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalindisulfónico	Amina aromática 	
5	32	Acido 4-aminobenzeno-1,3-disulfónico	Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalindisulfónico	3-aminofenilúrea
	33	"	"	1-amino-4-metilbenceno
10	34	"	"	3-aminobencenosulfamida
	35	Acido 2-amino-4-acetilaminobencenosulfónico	"	Acido 4-aminobenzóico
15	36	"	"	Acido 3-aminobencenosulfónico
	37	"	"	1-amino-4-metilbenceno
	38	Acido 2-amino-5-clorobencenosulfónico	"	Acido 4-aminobencenosulfónico
20	39	Acido 2-amino-5-sulfobenzóico	"	Acido 3-aminobencenosulfónico
	40	Acido 2-aminobencenosulfónico	"	Acido 3-metilaminobencenosulfónico
25	41	"	"	Acido 3-aminofeniloxamídico
	42	"	"	1-amino-4-(2-hidroxietoxi)-benceno

TABLA 1.- (Continuación)

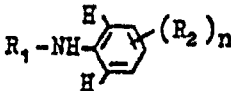
nº	Componente D-NH <sub>2</sub>	Acido 1-amino-8- hidroxinaftalin- disulfónico	Amina aromática 
5	43 Acido 2- amino-5- metoxiben- cenosulfó- nico	Acido 1-amino-8- hidroxinaftalin- 3,6-disulfónico	Acido 3-aminobencenosulfónico
	44 "	Acido 1-amino-8- hidroxinaftalin- 4,6-disulfónico	1-amino-3,4-dimetilbenceno
10	45 Acido 2- aminoben- cenosulfó- nico	"	1-amino-4-metilbenceno
	46 "	"	1-amino-3-metilbenceno
	47 "	"	Acido 3-aminobencenosulfónico
15	48 "	"	4-aminobenzoato de metilo
	49 "	"	Acido 4-aminobencenosulfónico
	50 "	"	4-aminofenilúrea
20	51 "	"	4-aminoacetanilida
	52 "	"	1-amino-4-metoxibenceno
	53 "	"	1-amino-4-clorobenceno
25	54 "	"	3-aminobenzonitrilo
	55 "	"	4-aminobenzamida
30	56 Acido 2- aminonaf- talin-1- sulfónico	"	4-aminobencenosulfonamida

TABLA 1.- (Continuación)

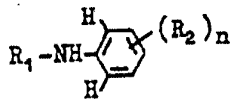
	Nº	Componente diazótico D - NH <sub>2</sub>	Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-disulfónico	Amina aromática 
5	57	Acido 2-aminonaf-talin-1-sulfónico	Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-4,6-disulfónico	3-aminobencenosulfon-(2-hidroxi-etil)-amida
	58	"	"	1-amino-4-metoxietoxibenceno
	59	"	"	3-aminobencenosulfonamida
10	60	"	"	3-amino-N-(fenilsulfonil)-benceno-sulfonamida
	61	"	"	1-amino-3-metoxibenceno
	62	"	"	1-amino-4-(2-hidroxi-etoxi)-benceno
15	63	"	"	1-amino-3-metilbenceno
	64	"	"	1-aminobencenosulfondimetil-amida
	65	Acido 2-aminoben-ceno-1,4-disulfónico	"	1-amino-3-metilbenceno
20	66	Acido 4-aminoben-ceno-1,3-disulfónico	"	1-amino-4-metilbenceno
	67	Acido 2-aminonaf-talin-1,5-di-sulfónico	"	1-amino-4-metoxibenceno
25	68	"	"	1-amino-4-metilbenceno
	69	"	Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico	1-amino-3-metilbenceno
30	70	"	"	1-amino-3,4-dimetilbenceno

TABLA 1.- (Continuación)

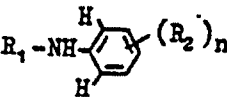
Nº	Componente diazóico D - NH <sub>2</sub>	Acido 1-amino-8- hidroxinaftalin- disulfónico	Amina aromática 	
5	71	Acido 2-aminonaftalin-1,5-disulfónico	Acido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico	Acido 3-aminobencenosulfónico
	72	"	"	1-amino-4-etoxibenceno
10	73	"	"	4-aminobencenosulfonmetilamida
	74	"	"	1-metilamino-3-metilbenceno
	75	"	"	Acido 4-metilaminobenzóico
	76	"	"	3-aminoacetanilida
15	77	"	"	1-amino-4-metoxibenceno
	78	"	"	Acido 5-amino-2-etoxibencenosulfónico
20	79	Acido 2-amino-5-clorobencenosulfónico	"	Acido 5-amino-2-metilbencenosulfónico
	80	Acido 2-aminobencenosulfónico	"	Acido 3-metilamino-4-metilbencenosulfónico
25	81	Acido 5-acetilamino-2-aminobencenosulfónico	"	Acido 3-aminobencenosulfónico
	82	Acido 4-acetilamino-2-aminobencenosulfónico	Acido 1-amino-8-hidroxinaftalin-4,6-disulfónico	Acido 3-aminobencenosulfónico

TABLA 1.- (Continuación).

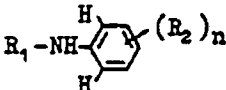
	Nº	Componente diazónico D - NH <sub>2</sub>	Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-disulfónico	Amina aromática 
5	83	Acido 2-aminobenzeno-1,4-disulfónico	Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-4,6-disulfónico	1-amino-4-metilbenceno
	84	Acido 2-aminobenzeno-1-sulfónico	"	1-amino-3,4-dimetilbenceno
10	85	"	"	1-amino-3-clorobenceno
	86	"	"	Acido 3-aminofenilmetansulfónico
	87	"	"	Acido 3-amino-5,6-dimetilbencenosulfónico
15	88	"	Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico	Acido 5-amino-2-metilbencenosulfónico
	89	"	Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,5-disulfónico	3-aminofenol
20	90	"	"	Acido 3-aminobencenosulfónico
	91	"	"	1-amino-4-metilbenceno
	92	"	"	4-aminoacetanilida
25	93	Acido 2-aminobenzeno-1,4-disulfónico	"	1-amino-3-metilbenceno
	94	Acido 2-aminonaftalin-1-sulfónico	"	Acido 4-aminobencenosulfónico
30	95	Acido 2-aminonaftalin-1,5-disulfónico	"	1-amino-4-metilbenceno

TABLA 1.- (Continuación).

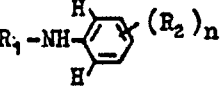
Nº	Componente D - NH <sub>2</sub>	Acido 1-amino-8- hidroxinaftalin- disulfónico	Amina aromática 	
5	96	Acido 2-aminonaf- talin-1,5- disulfóni- co	Acido 1-amino-8- hidroxinaftalin- 3,5-disulfónico	1-amino-4-metoxibenceno
	97	Acido 4-aminoben- ceno-1,3- disulfóni- co	"	1-amino-4-metilbenceno
10	98	"	"	1-amino-3-hidroxiacetilamino- benceno
	99	Acido 2- amino-4- acetilami- nobenceno- sulfónico	"	Acido 4-aminobencenosulfónico
15	100	"	Acido 1-amino-8- hidroxinaftalin- 3,6-disulfónico	"
	101	Acido 3-aminonaf- talin-1,5- disulfónico	"	Acido 3-aminobencenosulfónico
20	102	"	"	1-amino-4-metilbenceno
	103	Acido 4-aminoben- cenosulfó- nico	"	Acido 4-aminobencenosulfóni- co
25	104	Acido 3-aminoben- cenosul- fónico	"	Acido 3-aminobencenosulfónico
	105	Acido 4-aminoben- cenosulfó- nico	"	"

TABLA 1.- (Continuación).

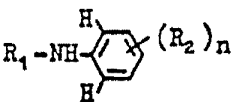
	Nº Componente diazótico	Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-disulfónico	Amina aromática
	D - NH <sub>2</sub>		
5	106 Acido 6-amino-5-metil-benceno-1,3-disulfónico	Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico	Acido 3-aminobencenosulfónico
10	107 Acido 2-amino-5-metilbencenosulfónico	"	Acido 3-aminobencenosulfónico
15	108 Acido 2-amino-4-clorobencenosulfónico	"	Acido 4-aminobencenosulfónico
	109 Acido 2-amino-3,5-dimetilbencenosulfónico	"	"
20	110 Acido 2-aminobenzóico	"	Acido 3-aminobencenosulfónico
25	111 Acido 2-aminonaftalin-1,7-disulfónico	"	1-amino-4-metilbenceno
	112 Acido 2-aminonaftalin-3,6-disulfónico	"	Acido 3-aminobencenosulfónico
30	113 Acido 4-aminonaftalin-1-sulfónico	"	Acido 4-aminobencenosulfónico
	114 Acido 4-aminonaftalin-1,3-disulfónico	"	1-amino-4-metoxibenceno

TABLA 1.- (Continuación)

	Nº Componente	Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-disulfónico	Amina aromática $R_1-NH-\begin{array}{c} H \\ \diagup \\ \text{C}_6\text{H}_4 \\ \diagdown \\ H \end{array} (R_2)_n$	
5	115	Acido 7-aminonaftalin-1,3,6-trisulfónico	Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico	1-amino-4-metilbenceno
	116	Anilina	"	Acido 5-aminobenceno-1,3-disulfónico
10	117	1-amino-4-(sulfoacetil)-aminobenceno	"	Acido 3-aminobencenosulfónico
	118	Acido 3-aminonaftalin-2,6-disulfónico	Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-4,6-disulfónico	3-aminofenol
15	119	Acido 2-aminobencenosulfónico	Acido 1-amino-8-hidroxi-2,4-disulfónico	Acido 3-aminobencenosulfónico
	120	"	"	1-amino-4-metilbenceno
20	121	Acido 2-aminonaftalin-1-sulfónico	"	Acido 4-aminobencenosulfónico

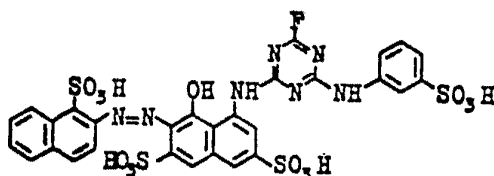
## EJEMPLO 122.-

12,8 g de ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico se disuelven en 200 cc de agua a un pH de 5,8 y la solución se enfría a 0-5°. En el transcurso de 10 minutos se gotean igualmente 3,8 cc de fluoruro cianúrico y el pH se mantiene en la solución entre 4,0 y 4,5 con solución de sosa al 20%. Terminada la condensación se agregan 7,0 g de ácido 3-aminobencenosulfónico al preparado y el pH se mantiene entre 5,5 y 6,0. 8,9 g de ácido 2-aminonaftalin-1-sulfónico

se disuelven en 150 cc de agua a un pH de 7, la solución se enfria a 0-5° y se mezcla con 20 cc de ácido clorhídrico concentrado. Se efectua la diazotación mediante goteado de 20cc de solución 2-n de nitrito sódico. La suspensión de sal diazónica formada se agita aún durante una hora a 0-5° y el nitrito eventualmente en exceso se destruye con ácido amidosulfónico.

La suspensión de la sal diazónica así obtenida se vierte lentamente a 0-10° a la solución del componente de copulación arriba obtenida manteniendose el pH de la solución de copulación entre 7,5 y 8,0. Se deja subir la temperatura a continuación en el transcurso de dos horas a 20°, el preparado se ajusta con ácido clorhídrico a un pH de 6,5, el colorante precipitado se separa por succión y se lava con solución al 5% de cloruro sódico.

El colorante, que corresponde a la fórmula



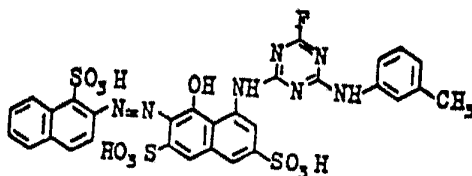
se seca a 50° en vacío, Este tiñe el algodón a partir de flota larga en tonalidades rojas tirando a azul con buena solidez a la luz y muy buenas solideces al mojado.

#### EJEMPLO 123.-

12,8 g de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico se condensan como en el ejemplo 122 con 3,8 cc de fluoruro cianúrico. Terminada la reacción se agregan a 0-5° 4,3 g de m-toluidina y el pH se mantiene entonces entre 5,5 y 6,0 con solución de sosa al 20%. La temperatura se deja subir en el transcurso de dos horas a 20° y se sigue agitando durante

media hora a 20°. A continuación se enfría el preparado a 0°-5°. Se vierte entonces una suspensión de sal diazónica preparada de 8,9 g de ácido 2-aminonaftalin-1-sulfónico en la forma descrita en el ejemplo 122 y el pH se mantiene en la mezcla de copulación entre 7,5 y 8,0. Terminada la copulación se calienta a 20°, el pH se ajusta con ácido clorhídrico a 6,0 y el colorante precipitado en forma cristalina se separa por succión. Este se lava con solución al 10% de cloruro sódico y se seca a 50° en vacío.

Este corresponde a la fórmula



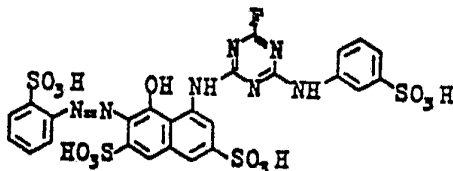
y tiñe el algodón, a partir de flota larga, en tonalidades rojas tirando a azul que se destacan por buenas solidez al mojado.

#### EJEMPLO 124.-

8,0 g de ácido 3-aminobencenosulfónico se suspenden en 70 cc de agua. La suspensión se ajusta con lejía sódica a un pH de 3,5 y se enfría a 0-5°. Bajo buena agitación se gotean 4,2 cc de fluoruro cianúrico en el transcurso de 15 minutos y el pH se mantiene entre 3,2 y 3,5 con solución al 20% de sosa. Después de seguir agitando durante 15 minutos ha terminado la reacción y se ha formado una solución clara. La solución se ajusta a un pH de 5,5, a 0-5° se gotea entonces una solución de 12,8 g de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico en 200 cc de agua, que se ha ajustado a un pH de 5,5, y el pH se sigue manteniendo entre 5,5 y 5,8 con solución al 20% de sosa.

5 Cuando después de algunas horas ha terminado la condensación se agrega lentamente una suspensión de sal diazónica que se ha preparado de 7,0 g de ácido 2-aminobencenosulfónico en 100 cc de agua y 20 cc de ácido clorhídrico concentrado con 20 cc de solución 2-n de nitrito sódico, y el pH de la mezcla de reacción se mantiene entre 7,0 y 7,5 con solución al 20% de sosa.

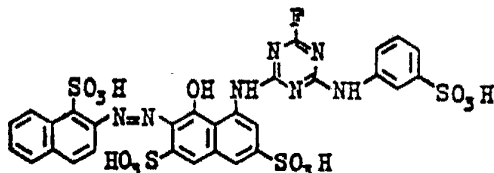
10 La temperatura se mantiene a 0-10° y después de 2 horas se sube lentamente a 20°. El pH se ajusta a 6,0, el colorante se precipita por salado con 100 g de cloruro sódico, la suspensión se sigue agitando aún durante 2 horas. El colorante, que corresponde a la fórmula



15 se separa por succión, se lava con solución al 15% de cloruro sódico y se seca en vacío a 50°. Este tiñe el algodón en tonalidades rojas tirando algo a azul.

#### EJEMPLO 125.-

20 Empleado en el ejemplo 124, en lugar del ácido 2-aminobencenosulfónico diazotado una suspensión de sal diazónica que se obtuvo de 8,9 g de ácido 2-aminonaftalin-1-sulfónico en 150 cc de agua y 20 cc de ácido clorhídrico concentrado por diazotación con 20 cc de solución 2-n de nitrito sódico, y procediendo por lo demás en todas las etapas de reacción en forma análoga, se obtiene un colorante de fórmula

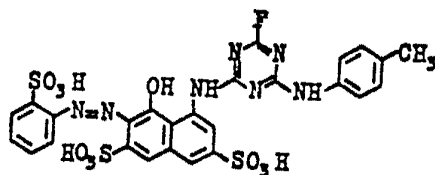


que tiñe el algodón en tonalidades rojas más fuertemente tirando a azul que el colorante del ejemplo 124.

EJEMPLO 126.-

15 15,1 g de ácido 2-(2'-sulfofenilazo)-8-amino-1-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico se disuelven en forma de su sal trisódica en 300 cc de agua. El pH de la solución se ajusta a 4,5 y se enfria a 0-5°. A continuación se gotean bajo buena agitación 3,1 cc de fluoruro cianúrico. El pH se mantiene entre 4,0 y 4,5 y después del goteado se sigue agitando durante  
10 te 30 minutos.

3,8 g de p-toluidina se disuelven en 10 cc de acetona y se gotea al colorante difluortriazinilazólico. El pH se mantiene con solución de sosa entre 5,5 y 6,0 y después de  
15 dos horas se deja subir la temperatura lentamente a 20°. Terminada la condensación se sala el colorante con 40 g de cloruro sódico, se separa por succión y se lava con solución al 10% de cloruro sódico. Corresponde a la fórmula



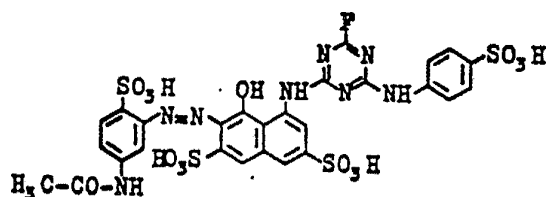
20 y tiñe el algodón, a partir de flota larga, en tonalidades rojas tirando algo a azul.

EJEMPLO 127.-

12,8 g de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico se condensan en la forma descrita en el ejemplo 7 primeramente con 3,8 cc de fluoruro cianúrico y el producto  
25 intermedio obtenido con 7,0 g de ácido 4-aminobenzenosulfónico. 9,6 g de ácido 2-amino-4-acetilaminobenzenosulfónico se disuelven en 150 cc de agua a un pH de 6. Después de enfriar la solu-

ción a 0-5° se agregan 20 cc de ácido clorhídrico concentrado y entonces se gotean 20 cc de solución 2-n de nitrito sódico. Después del goteado se sigue agitando aún durante una hora y el exceso eventualmente existente en nitrito se destruye con ácido amidosulfónico.

Se vierte el compuesto diazónico en la solución arriba preparada del componente de copulación manteniéndose un pH de 7,0-7,5 mediante adición de solución de sosa. Hacia finales de la copulación se deja subir la temperatura lentamente a 20°, el pH se ajusta con ácido clorhídrico a 5,5 y el colorante se sala con 100 g de cloruro sódico. Este se separa por succión, se lava con solución al 20% de cloruro sódico y se seca a 50° en vacío. Este corresponde a la fórmula



y tiñe el algodón, a partir de flota larga, a 40°, en tonalidades de color rojas tirando a azul sólidas a la luz y al mojado.

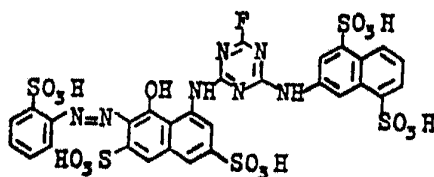
#### EJEMPLO 128.-

34,1 g de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico se disuelven en 400 cc de agua a un pH de 5,5. Después de enfriar la solución a 0-5° se gotean en el transcurso de 10 minutos 9,2 cc de fluoruro cianúrico y durante esto se mantiene el pH entre 4,0 y 4,5 con solución al 20% de soaa. Se sigue agitando bajo las mismas condiciones durante media hora y se introducen después 38,0 g de la sal disódica del ácido 3-aminonaftalin-1,5-disulfónico. El pH se ajusta a 5,5 y la temperatura se sigue manteniendo entre 0-5°. Después

de aproximadamente una hora ha terminado la condensación.

18,4 g de ácido 2-aminobencenosulfónico se disuelven a un pH de 6,5 en 200 cc de agua. La solución se enfría a 0-5°, se agregan 30 cc de ácido clorhídrico concentrado y se gotean 54 cc de solución 2-n de nitrito sódico. Se sigue agitando durante  $\frac{1}{2}$ -1 hora a 0-5° y el exceso en nitrito eventualmente aún existente se destruye con solución de ácido amidosulfónico.

La suspensión obtenida del compuesto diazótico se gotea a 0-10° al componente de copulación reactivo arriba preparado y el pH se mantiene en 7,0-7,5 con solución de sosa al 20%. Terminada la copulación se eleva la temperatura a 20°, el pH se ajusta con ácido clorhídrico al 10% a 6,5 y el colorante se sala lentamente con 200 g de cloruro sódico. Después de seguir agitando la suspensión durante media hora se separa por succión, el colorante se lava con solución de cloruro sódico al 15% y se seca en vacío a 40°. Este corresponde en forma del ácido libre a la fórmula

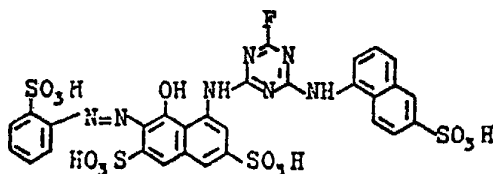


50 g de madeja de algodón se tiñen en un litro de flota de teñido que contiene 1,5 g del colorante de arriba calentando en el transcurso de 30 minutos a 40°, agregando 50 g de sulfato sódico en varias porciones, agregando a continuación 20 g de sosa y tratando durante 60 minutos a esta temperatura. Después de enjuagar, saponificar hirviendo y secar se obtiene un teñido rojo, tirando a azul, muy sólido a la humedad, con buena solidez a la luz.

EJEMPLO 129.-

34,1 g de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico se disuelven en 400 cc de agua a un pH de 5,5. Después de enfriar la solución a 0-5° se gotean en el transcurso de 10 minutos 9,2 cc de fluoruro cianúrico manteniéndose el pH en la solución entre 4,0 y 4,5 mediante goteado de solución de sosa al 20%. A este pH se sigue agitando a 0-5° durante media hora y después se le agregan a la solución 24,5 g de ácido 5-aminonaftalin-2-sulfónico. El pH de la solución se mantiene en 5,5-6,0 con solución de sosa y la temperatura se eleva en el transcurso de dos horas lentamente a 20°. Terminada la concentración se enfria de nuevo a 0-10° y a la suspensión se le agrega un compuesto diazótico que se ha obtenido en la forma indicada en el ejemplo de 18,4 de ácido 2-aminobencenosulfónico en 200 cc de agua y 30 cc de ácido clorhídrico concentrado con 54 cc de solución 2-n de nitrito sódico.

La copulación se ajusta a un pH de 7,0-7,5 y se mantiene en estos límites con ulterior solución de sosa al 20%. La temperatura puede subir en el transcurso de 3 horas a 20°. Terminada la copulación se ajusta el pH a 6,5 y el colorante ya precipitado se sigue salando lentamente con 100 g de cloruro sódico. Se separa por succión, el colorante se lava con solución de cloruro sódico al 7% y se seca a 40° en vacío. En forma del ácido libre corresponde a la fórmula

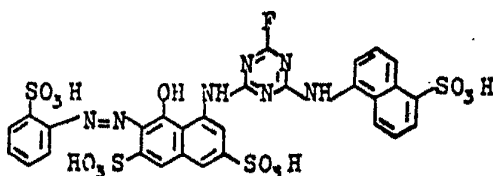


Tiñendo algodón según el procedimiento del ejemplo 1 se obtienen con este colorante asimismo teñidos rojos, tirando a azul,

sólidos al mojado y a a luz.

EJEMPLO 130.-

Empleando en el ejemplo 2, en lugar del ácido 5-aminonaftalin-2-sulfónico, 24,5 g de ácido 5-aminonaftalin-1-sulfónico y procediendo en todas las etapas del procedimiento en forma análoga se obtiene un colorante de fórmula

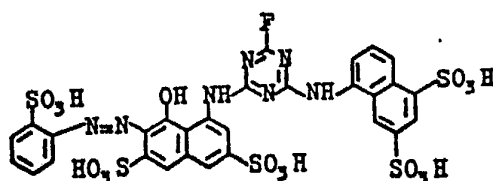


que tiñe el algodón, a partir de flota larga, según el procedimiento de teñido del ejemplo 1, en tonalidad roja tirando a azul.

EJEMPLO 131.-

34,1 g de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6,1-disulfónico se disuelven en 400 cc de agua a un pH de 5,5. En la forma indicada en el ejemplo 1 se hace reaccionar a 0-5° con 9,2 cc de fluoruro cianúrico. Terminada la reacción se le agregan a la solución 33,4 g de ácido 5-aminonaftalin-1,3-disulfónico y el pH se mantiene en 5,5 con solución de sosa al 20%. La temperatura se deja subir en el transcurso de 2 horas a 20°. Después de este periodo de tiempo ha terminado la condensación del componente difluortriazínico con el ácido aminonaftalindisulfónico. Se enfria de nuevo a 0-10° y la solución se mezcla lentamente con la suspensión de una sal diazónica que se ha obtenido como en el ejemplo 1 de 18,4 g de ácido 2-aminobencenosulfónico en 200 cc de agua y 30 cc de ácido clorhídrico concentrado con 54 cc de solución 2-n de nitrito sódico. Durante la introducción del compuesto diazónico se mantiene la mezcla de copulación en un valor pH de 7,0-7,5 con

sosa al 20%. A continuación, y continuando el control del pH, se eleva la temperatura en el transcurso de 3 horas a 20°. Terminada la copulación se ajusta el pH a 6,5, el colorante se sala con 200 g de cloruro sódico y la suspensión se sigue agitando durante dos horas. El colorante se separa por succión, se le lava con solución al 20% de cloruro sódico y se cubre dos veces con solución al 15% de cloruro sódico. Después de secar a 40° en vacío se obtiene un colorante de fórmula



que tiñe el algodón, a partir de flota larga, en tonalidades rojas : tirando a azul, sólida al mojado y a la luz.

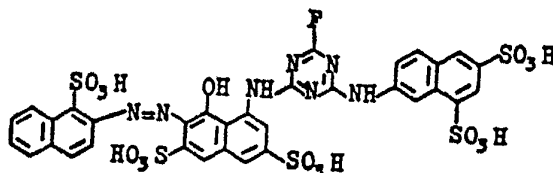
#### EJEMPLO 132.-

34,1 g de ácido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico se hacen reaccionar en la forma indicada en el ejemplo 1 primeramente a 0-5° y un pH de 4,0-4,5 con 9,2 cc de fluoruro cianúrico y la solución obtenida del compuesto difluortriazinílico formado se mezcla a continuación con 33,4g de ácido 7-aminonaftalin-1,3-disulfónico. El pH se mantiene con solución de sosa al 20% en 5,5-6,0.

23,8 g de ácido 2-aminonaftalin-1-sulfónico se disuelven en 280 cc de agua a un pH de 7. La solución se enfría a 0-5°, se agregan 30 cc de ácido clorhídrico concentrado y en el transcurso de una hora se gotean 54 cc de solución 2-n de nitrito sódico. Después de seguir agitando durante media hora se elimina el exceso de nitrito con solución de ácido amidosulfónico.

Se vierte ahora lentamente el compuesto diazónico

a la solución del componente de copulación arriba preparado manteniéndose el pH en 7,5-8,0 con solución de sosa al 20%. Se deja subir la temperatura en el transcurso de dos horas a 20°, terminada la copulación se ajusta el pH a 6,0 y el colorante se sala con 210 g de cloruro sódico. Después de seguir agitando durante varias horas el colorante se separa por succión, se lava con solución al 20% de cloruro sódico y se seca en vacío a 40°. Este corresponde, en forma del ácido libre, a la fórmula



y tiñe el algodón, a partir de flota larga, en tonalidades rojas, claramente tirando a azul, sólidas al mojado y a la luz.

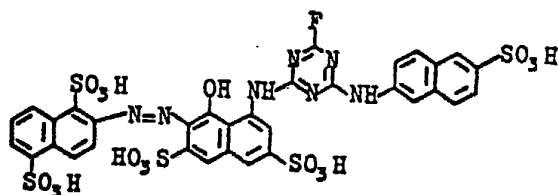
#### EJEMPLO 133.-

34,1 g de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico se condensan análogo al ejemplo 1 a 0-5° y un pH de 4,0-4,5 con 9,2 cc de fluoruro cianúrico. A la solución obtenida se agregan 24,5 g de ácido 6-aminonaftalin-2-sulfónico y el pH se mantiene entonces entre 5,5 y 6,0 con solución de sosa al 20%. La temperatura se eleva en el transcurso de 3 horas a 20° y la solución obtenida se enfría por debajo de 10°.

32,4 g de ácido 2-aminonaftalin-1,5-disulfónico se disuelven a un pH de 6,0 en 300 cc de agua. Esta solución se enfría a 0-5°, se mezcla con 30 cc de ácido clorhídrico concentrado y a continuación se diazota con 54 cc de solución 2-n de nitrito sódico. Después de seguir agitando durante una hora se retira el nitrito en exceso con ácido amidosulfónico.

La solución de sál diazónica se agrega ahora len-

tamente al componente de copulación arriba preparado y el pH en la mezcla de copulación se mantiene en 7,0-7,5 con solución de sosa al 20%. Terminada la copulación se deja subir la temperatura a 20°, el pH se ajusta con ácido clorhídrico diluido a 6,0 y el colorante se sala con 220 g de cloruro sódico. Después de seguir agitando la suspensión durante 2-3 horas se separa el colorante por succión, se lava con solución al 15% de cloruro sódico y se seca en vacío a 40°. Este corresponde a la fórmula



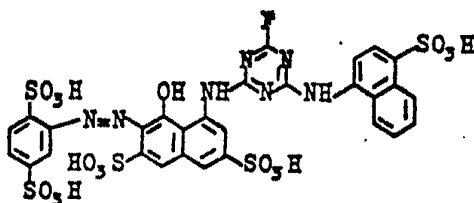
y tiñe el algodón, a partir de flota larga, en tonalidades rojas, bastante tirando a azul, sólidas al mojado.

#### EJEMPLO 134.-

34,1 g de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico se condensan, como descrito en el ejemplo 1, a 0-5° y un pH de 4,0-4,5 con 9,2 cc de fluoruro cianúrico. A la solución obtenida se le agregan 24,5 g de ácido 4-aminonaftalin-1-sulfónico y el pH se mantiene entonces entre 5,5 y 6,7 con solución de sosa al 20%. Se deja subir lentamente la temperatura a 20° en el transcurso de 3 horas y se termina entonces la condensación y se vuelve a enfriar a menos de 10°. 27,1 g de ácido 2-aminobenceno-1-disulfónico se disuelven en 200 cc de agua a un pH de 6. La solución se enfria a 0-5° y se mezcla con 30 cc de ácido clorhídrico concentrado. Se vierten entonces 54 cc de solución 2-n de nitrito sódico en el transcurso de una hora y se sigue agitando aún durante una hora. Después se destruye un eventual exceso de nitrito con áci-

do amidosulfónico.

El compuesto diazótico obtenido se agrega a 0-10° a la solución del componente de copulación arriba obtenido y en la mezcla de reacción se mantiene el pH en 7,0-7,5 con solución de sosa. Después de agregar la solución de sal diazónica se agita aún durante una hora con este pH, se deja subir la temperatura a 20° y el pH se ajusta con ácido clorhídrico diluido a 6,0. El colorante se sala con 200 g de cloruro sódico, se separa por succión y se lava con solución al 15% de cloruro sódico. Después de secar en vacío a 40° se obtiene un producto que tiñe el algodón, en flota larga, en tonalidades rojas tirando a azul, y al que se le adjudica al fórmula.



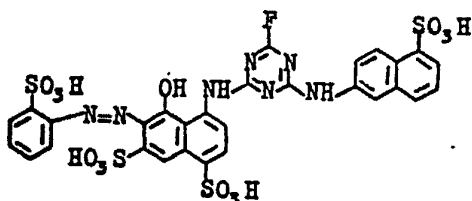
EJEMPLO 135.-

34,1 g de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-4,6-disulfónico se disuelven a un pH de 6,0 en 400 cc de agua. Después de enfriar a 0-5° se ajusta el pH con ácido clorhídrico a 3,5. Se gotean entonces en el transcurso de 10 minutos 9,2 cc de fluoruro cianúrico y el pH se mantiene con solución de sosa al 20% entre 3,5 y 4,0. Se sigue agitando aún durante 15 minutos bajo las condiciones indicadas y a la solución obtenida se le agregan 24,5 g de ácido 6-aminonaftalin-1-sulfónico. Ajustando y manteniendo un pH de 5,5-6,0 se realiza la condensación entre el compuesto difluortriazínico y el ácido aminonaftalinsulfónico dejando subir la temperatura en el transcurso de 3 horas de 0-5° a 20°.

18,4 g de ácido 2-aminobencenosulfónico se di-

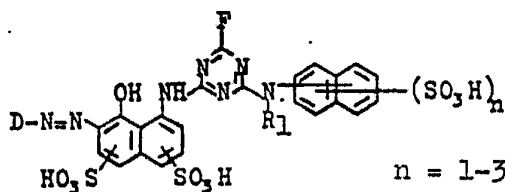
suelven a un pH de 6,5 en 200 cc de agua. Después de agregar 30 cc de ácido clorhídrico concentrado y enfriar a 0-5° se diazota con 54 cc de solución 2-n de nitrito sódico y el exceso de nitrito se destruye con solución de ácido amidosulfónico.

La suspensión de sal diazónica obtenida se agrega ahora lentamente al componente de copulación arriba preparado, el pH se mantiene en 7,5-8,0 con solución de sosa al 20%, y la temperatura por debajo de 10°. Se sigue agitando durante una hora y después se deja subir la temperatura en el transcurso de otra hora a 20°. Terminada la copulación se ajusta el pH a 6,0 con ácido clorhídrico diluido y el colorante se saña con 180 g de cloruro sódico. Se separa por succión, se le lava con solución al 15% de cloruro sódico y se seca a 40° en vacío. En forma del ácido libre corresponde éste a la fórmula



y tiñe el algodón, a partir de flota larga, en tonalidades rojas tirando a azul, sólidas al mojado.

En forma análoga se pueden sintetizar los colorantes de fórmula



si los ácidos aminohidroxinaftalindisulfónicos mencionados en

la tabla III, columna 2, se condensan con fluoruro cianúrico, los productos intermedios obtenidos se hacen reaccionar con los ácidos aminonaftalinsulfónicos mencionados en la tercera columna y, a continuación, se copula con las aminas D-NH<sub>2</sub> diazotadas mencionadas en la cuarta columna.

TABLA 3.-


Ejemplo nº	Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-disulfónico		D - NH <sub>2</sub>
136	Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico	Acido 6-aminonaftalin-1-sulfónico	Acido 2-amino-bencenosulfónico
137	"	Acido 7-aminonaftalin-1-sulfónico	"
138	"	Acido 8-aminonaftalin-1-sulfónico	"
139	"	Acido 6-aminonaftalin-2-sulfónico	"
140	"	Acido 7-metilaminonaftalin-2-sulfónico	"
141	"	Acido 7-etilaminonaftalin-2-sulfónico	"
142	"	Acido 8-aminonaftalin-2-sulfónico	"
143	"	Acido 7-aminonaftalin-1,3-disulfónico	"
144	"	Acido 6-aminonaftalin-1,3-disulfónico	"
145	"	Acido 4-aminonaftalin-2,6-disulfónico	"
146	"	Acido 7-aminonaftalin-1,3,5-trisulfónico	"
147	Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-4,6-disulfónico	Acido 6-aminonaftalin-2-sulfónico	"

TABLA 3.- (Continuación)


Ejemplo nº	Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-disulfónico	$\begin{matrix} R_1 \\   \\ \text{HN} \end{matrix}$  $(\text{SO}_3\text{H})_n$	D - NH <sub>2</sub>
5	148	Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-4,6-disulfónico	Acido 2-amino-bencenosulfónico
	149	"	Acido 7-aminonaftalin-1,3-disulfónico
	150	"	Acido 2-amino-naftalin-1-sulfónico
10	151	"	Acido 2-amino-benceno-1,4-disulfónico
	152	"	Acido 2-amino-naftalin-1,5-disulfónico
	153	"	Acido 2-amino-naftalin-1-sulfónico
15	154	"	Acido 2-amino-4-acetilbencenosulfónico
	155	"	Acido 2-amino-5-metoxibencenosulfónico
	20	156	Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-2,4-disulfónico
157		"	Acido 2-amino-bencenosulfónico
158		"	Acido 2-amino-naftalin-1-sulfónico
25	159	Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico	"
	160	"	"

TABLA 3.- (Continuación)

Ejemplo nº	Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-disulfónico	$\text{HN} \begin{array}{c} \text{R1} \\ \text{---} \end{array} \text{---} (\text{SO}_3\text{H})_n$	D - NH <sub>2</sub>	
5	161	Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico	Acido 6-aminonaftalin-1-sulfónico	Acido 2-amino-naftalinsulfónico
	162	"	Acido 6-aminonaftalin-2-sulfónico	"
	163	"	Acido 7-metilaminonaftalin-2-sulfónico	"
10	164	"	Acido 7-butilaminonaftalin-2-sulfónico	Acido 4-amino-benceno-1,3-disulfónico
	165	"	Acido 5-aminonaftalin-1,3-disulfónico	Acido 2-amino-5-acetil-aminobencenosulfónico
15	166	"	Acido 5-aminonaftalin-1-sulfónico	Acido 3-amino-naftalin-1,5-disulfónico
	167	"	Acido 3-aminonaftalin-1,5-disulfónico	Acido 2-amino-5-cloro-bencenosulfónico
20	168	Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,5-disulfónico	Acido 5-aminonaftalin-1,3-disulfónico	Acido 2-amino-naftalin-1-sulfónico
	169	"	Acido 8-aminonaftalin-2-sulfónico	Acido 2-amino-bencenosulfónico
	170	"	Acido 6-aminonaftalin-1,3-disulfónico	Acido 2-amino-4-clorobencenosulfónico
25	171	"	Acido 6-aminonaftalin-1-sulfónico	Acido 2-amino-5-metil-bencenosulfónico
	172	Acido 1-amino-8-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico	Acido 7-isobutilamino-naftalin-2-sulfónico	Acido 2-amino-bencenosulfónico

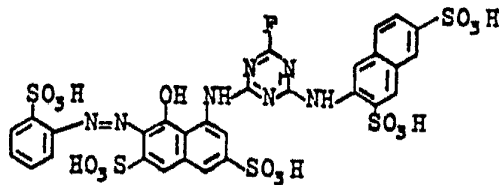
EJEMPLO 173.-

37,3 g de ácido 3-aminonaftalin-2,7-disulfónico se disuelven a un pH de 7 en 300 cc de agua. Se ajusta a un pH de 5,0, se enfria a 0-5°, en el transcurso de 15 minutos, se gotean entonces 11,0 cc de fluoruro cianúrico. El pH se mantiene entre 5,0 y 5,5 con solución de sosa al 20%. Después del goteado se sigue agitando aún durante 20 minutos a 0-5° y un pH de 5,0 y en la solución obtenida se vierte una solución ajustada a un pH de 5 de 34,1 g de ácido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico en 400 cc de agua. El pH se mantiene en 5,5-6,0 con solución de sosa al 20% y se termina la condensación entre el ácido disluorotriazinilaminonaftalinsulfónico y el ácido aminohidroxinaftalindisulfónico cotinuando la agitación durante varias horas.

Una suspensión de sal diazónica, que se ha obtenido según el ejemplo 1 de 18,4 g de ácido 2-aminobencenosulfónico en 200 cc de agua y 30 cc de ácido clorhídrico concentrado con 54 cc de solución 2-n de nitrito sódico se agrega entonces a la solución del componente de copulación arriba preparado a 0-10°, y el pH en la mezcla de reacción se mantiene entre 7,0 y 7,5 con solución de sosa al 20%. En el transcurso de dos horas se deja subir la temperatura lentamente a 20° y, terminada la copulación, se ajusta el pH a 6,5.

Mediante adición de 270 g de cloruro sódico se sala el colorante. Después de breve agitación ulterior se separa por succión, se lava con solución al 15% de cloruro sódico y se seca en vacío a 40°.

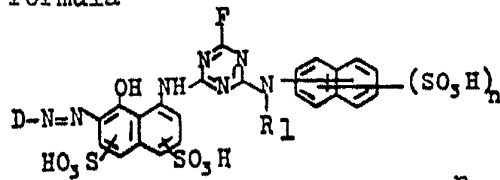
Este corresponde, en forma del ácido libre a la fórmula



y tiñe el algodón, a partir de flota larga, en tonalidades rojas tirando a azul, sólidas al mojado y a la luz.

En forma análoga se pueden sintetizar los colorantes de fórmula

5

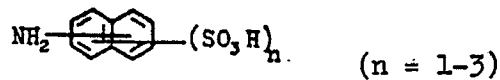


n = 1-3

R = H

si en lugar del ácido 3-aminonaftalin-2,7-disulfónico se condensan los ácidos aminonaftalinsulfónicos mencionados en la columna 2 de la tabla 4, de fórmula

10



con fluoruro cianúrico, los ácidos difluortriazinilaminonaftalinsulfónicos formados se condensan con el grupo amino de ácidos 1-amino-8-hidroxinaftalindisulfónicos (columna 3) y los productos copulables obtenidos se copulan con las aminas D-NH<sub>2</sub> diazotadas de la columna 4.

15

TABLA 4.-

Ejemplo		Acido 1-amino-8-hidroxinaftalindisulfónico	D - NH <sub>2</sub>
ne			

20

174	Acido 2-aminonaftalin-1-sulfónico	Acido 1-amino-8-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico	Acido 2-aminobencenosulfónico
-----	-----------------------------------	---	-------------------------------

TABLA 4.- (Continuación)

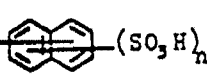

Ejemplo nº	$\text{R}_1$ $\text{HN}$ -  - $(\text{SO}_3\text{H})_n$	Acido 1-amino-8-hi- droxinaftalindisul- fónico	D - $\text{NH}_2$	
5	175	Acido 2-aminonaf- talin-1,5-disulfó- nico	Acido 1-amino-8-hi- droxinaftalin-3,6- disulfónico	Acido 2-amino- bencenosulfóni- co
	176	Acido 2-aminonaf- talin-1,7-disul- fónico	"	"
	177	Acido 4-aminonaf- talin-1,3-disul- fónico	"	"
10	178	Acido 1-aminonaf- talin-2-sulfónico	"	"
	179	Acido 6-aminonaf- talin-2-sulfónico	"	"
	180	Acido 4-aminonaf- talin-1-sulfónico	"	"
15	181	Acido 4-aminonaf- talin-2-sulfónico	"	Acido 2-amino- benceno-1,4- disulfónico
	182	Acido 3-aminonaf- talin-1-sulfónico	"	Acido 2-amino- bencenosulfóni- co
20	183	Acido 7-aminonaf- talin-2-sulfónico	"	"
	184	Acido 2-aminonaf- talin-1-sulfónico	"	Acido 2-amino- naftalin-1-sul- fónico
	185	Acido 2-aminonaf- talin-1,5-disul- fónico	"	"
25	186	Acido 7-aminonaf- talin-1,3,6-tri- sulfónico	"	"
	187	Acido 2-aminonaf- talin-1,5-disul- fónico	Acido 1-amino-8- hidroxinaftalin- 4,6-disulfónico	Acido 2-amino- naftalin-1-sul- fónico
30	188	Acido 3-aminonaf- talin-1,5-disulfó- nico	"	"

TABLA 4.- (Continuación)

Ejemplo na		Acido 1-amino-8- hidroxinaftalin- disulfónico	D - NH <sub>2</sub>
189	Acido 2-aminonaf- talin-1-sulfónico	Acido 1-amino-8- hidroxinaftalin- 4,6-disulfónico	Acido 2-aminoben- cenosulfónico
190	Acido 3-aminonaf- talin-2,7-disul- fónico	"	"
191	Acido 3-aminonaf- talin-2,6-disul- fónico	"	"

EJEMPLO 192.-

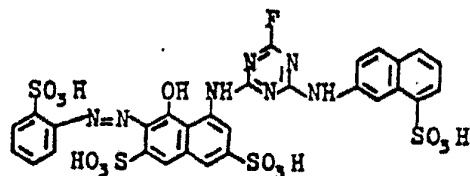
25,0 g de ácido 2-(2'-sulfofenilazo)-8-amino-1-hidroxinaftalin-3,6-disulfónico se disuelven, en forma de su sal trisódica, en 500 cc de agua. El pH de la solución se ajusta a 4,5 y se enfria a 0-5°. Se gotean entonces 5,0 cc de fluoruro cianúrico en el transcurso de 10 minutos y el pH se mantiene con solución de sosa al 20% entre 4,0 y 4,5. Continuando la agitación durante 10 minutos se termina la reacción.

A continuación se agregan 13,1 g de ácido 7-aminonaftalin-1-sulfónico a la solución y el pH se ajusta a 5,5-6,0. Se sigue agitando entonces a 0-5° y un pH de 5,5-6,0 hasta que en un cromatograma no se pueda demostrar ningún colorante difluortriazinilazoico más. Seguidamente se calienta el preparado a 20°. El colorante se sala con 180 g de cloruro sódico, se separa por succión y se lava con solución al 15% de cloruro sódico. Este se seca a 40° en vacío.

El colorante tiñe el algodón, a partir de flota larga, según el procedimiento de teñido del ejemplo 1, en tonalidades rojas tirando a azul de buena solidez al mojado y a

la luz.

En forma del ácido libre corresponde éste a la fórmula

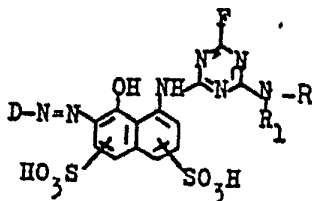


5

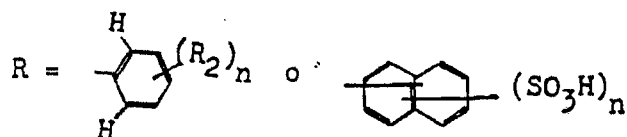
Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental.

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la obtención de colorantes reactivos de fórmula



5 donde



D = resto de un componente diazótico

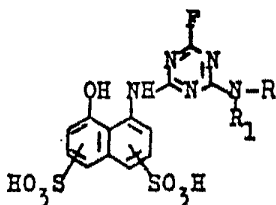
R<sub>1</sub> = hidrógeno, alquilo

10 R<sub>2</sub> = SO<sub>3</sub>H, SO<sub>2</sub>NHR<sub>1</sub>, SO<sub>2</sub>NR<sub>1</sub>R<sub>3</sub>, COOR<sub>1</sub>, CONHR<sub>1</sub>, CONR<sub>1</sub>R<sub>3</sub>, CN, OH, halógeno, alquilo, alcoxi, ureido.

donde R<sub>3</sub> = alquilo

n = 1, 2 ó 3

15 caracterizado porque aminas diazotadas de fórmula D-NH<sub>2</sub>, donde D tiene el significado arriba indicado, se copulan con componentes de copulación de fórmula



donde R y R<sub>1</sub> tienen el significado arriba indicado.

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

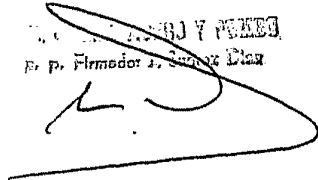
Esta Memoria consta de 55 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

15 MAR. 1979

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

Dr. P. Firmador: J. [illegible]

A large, stylized handwritten signature in black ink, appearing to be 'L. S.', is written over the typed name and extends downwards.