

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.

⑩ ES	⑪ NUMERO	⑩ A1
⑪	1478839	
⑫	FECHA DE PRESENTACION	
	21-3-79	

PATENTE DE INVENCION

⑬ PRIORIDADES:	⑭ FECHA	⑮ PAIS
⑬① NUMERO		
P 28 12 634.3	22 de Marzo de 1.978.	R.F. ALEMANA

⑯ FECHA DE PUBLICIDAD	⑰ CLASIFICACION INTERNACIONAL	⑱ PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C09B 62/04	

⑳ TITULO DE LA INVENCION
PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COLORANTES ANTRAQUINONICOS AZOICOS REACTIVOS.

㉑ SOLICITANTE (S)
BAYER AKTIENGESELLSCHAFT,

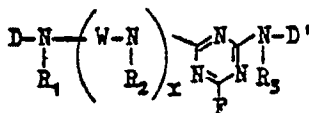
DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Leverkusen-Bayerwerk; República Federal Alemana.

㉒ INVENTOR (ES)
Wolfgang Harms, Klaus von Oertzen y Klaus Wunderlich.

㉓ TITULAR (ES)

㉔ REPRESENTANTE
D. JOSE MIGUEL GOMEZ-AGEBO Y POMBO.

El objeto de la presente invención son colorantes de fórmula



(I)

donde

- 5 D significa antraquinonilo, en caso dado sustituido,
 W significa un miembro puente,
 R₁-R₃ significan H, C₁-C₄-alquilo, en caso dado sustituido,
 x es 0 ó 1,
 D' significa el resto de un colorante azóico.

10 Colorantes (I) preferentes son aquellos con grupos que los hacen hidrosolubles, especialmente grupos sulfo, mostrando los colorantes preferentemente 1-6 grupos sulfo, siendo preferentemente D y D' los que contienen grupos sulfo.

15 Sustituyentes preferentes para D son sulfo, amino, alquilamino, arilamino, hidroxil.

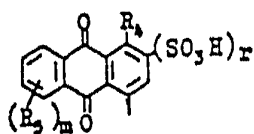
 Como miembros puente W adecuados son de mencionar, por ejemplo:
 -arileno-, -alquilen-, -cicloalquilen-, -CO-arileno-, -SO₂-arileno-,
 -SO₂-alquilen-, -CO-alquilen-, donde los restos mencionados pueden
 20 estar ulteriormente sustituidos.

 Restos R₁-R₃ adecuados son, además de hidrógeno, especialmente metilo, etilo, hidroxietilo, carboxietilo, sulfoetilo, sulfatoetilo.

 Un resto R₁-R₃ preferente es hidrógeno.

25 Restos antraquinónicos preferentes son aquellos de fórmula I donde

D significa



(II)

donde

R_4 significa amino, en caso dado sustituido,

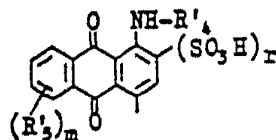
5 R_5 es un sustituyente,

m está por 0, 1 ó 2,

r está por 0 ó 1,

especialmente aquellos donde

D significa



10

(III)

donde

R'_4 significa H, C_1-C_4 -alquilo, especialmente C_3-C_4 -alquilo, ramificado,

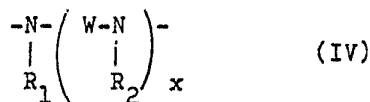
15 R'_5 significa halógeno, especialmente Cl, Br; OH, sulfo, C_1-C_4 -alcoxi, acilamino,

m está por 0, 1 ó 2,

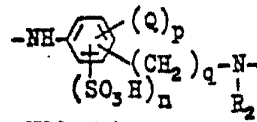
r está por 0 ó 1, preferentemente por 0, cuando R'_4 está por C_1-C_4 -alquilo.

Restos preferentes

20



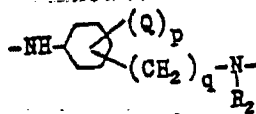
son los siguientes:



(IV a)

donde

- Q significa C₁-C₄-alquilo, C₁-C₄-alcoxi, carboxi, halógeno, especialmente Cl y Br,
- 5 p está por 0, 1, 2, 3,
- q está por 0, 1, 2,
- n está por 0, 1, 2,



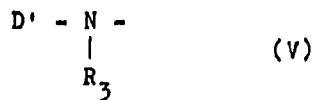
(IV b)

donde

- 10 Q, R₂, p y q tienen el significado arriba indicado.

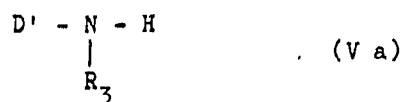
Colorantes preferentes de ésta última serie son aquellos donde p está por 0, q está por 0 y R₂ significa H.

Restos adecuados



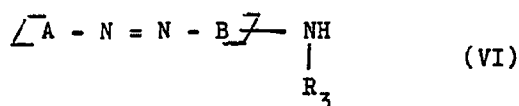
- 15 son especialmente los restos de colorantes mono- ó poliazóicos conteniendo grupos sulfo, en caso dado conteniendo metal con un grupo -NH(R₃).

Ejemplos preferentes de los colorantes de fórmula



en que se basan los restos (V), son aquellos de las siguientes fórmulas:

1.



donde

A significa el resto de un componente diazónico heterocíclico ó carbocíclico, preferentemente de la serie benceno, naftaleno ó triazol y

B significa el resto de un componente de copulación heterocíclico, carbocíclico ó CH-ácido, especialmente el resto de un fenol, en caso dado ulteriormente sustituido, nafteno, anilina, naftilamina, 5-aminopirazol, 5-pirazolona, piridona, aminopiridina, acetoacetarilido, indol ó pirimidina y

R₃ tienen el significado arriba indicado y

-NH
|
R₃ está enlazado bién con el componente diazónico A ó bién con el componente de copulación B, y ésto preferentemente a un átomo de carbono de un anillo aromático-carbocíclico aromático-heterocíclico.

Colorantes especialmente valiosos de ésta serie son aquellos que contienen grupos hidrosolubles, tales como grupos ácido sulfónico ó grupos carboxi. Los colorantes azóicos pueden estar libres de metal ó presentarse como complejos de metal teniendo prefe-

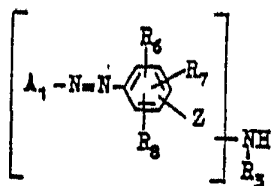
rencia los complejos de cobre, cromo y cobalto.

Los grupos formadores de complejos de metal, preferentemente los grupos hidroxilo, carboxi y amino, se encuentran en la posición orto con respecto al grupo azóico.

5 Los componentes diazóticos A y los componentes de copulación B pueden estar sustituidos, por ejemplo, por los siguientes sustituyentes:

Sulfo, nitro, halógeno, tal como fluor, cloro y bromo, C₁-C₄-alquilo, en caso dado sustituido por cloro, C₁-C₄-alcoxi, hidroxilo ó ciano, C₁-C₄-alcoxi, en caso dado sustituido por C₁-C₄-alcoxi, hidroxilo ó ciano, C₁-C₄-alquilmercapto, C₁-C₄-alquilsulfonilo, fenilo ó naftilo, en caso dado sustituido por sulfo, amino, C₁-C₄-alquilo, C₁-C₄-alcoxi, nitro ó halógeno, trifluormetilo, amino, hidroxilo, C₁-C₄-alquilcarbonilamino, C₁-C₄-alquilsulfonilamino, benzoilamino ó bencenosulfonilamino, en caso dado sustituido por sulfo, C₁-C₄-alquilo, C₁-C₄-alcoxi, nitro ó halógeno, fenil-C₁-C₄-alquilo, en caso dado sustituido por el núcleo fenilo por sulfo, C₁-C₄-alquilo, C₁-C₄-alcoxi, nitro ó halógeno, fenilazo ó naftilazo, en caso dado sustituido en el núcleo fenilo ó bien naftaleno por hidroxilo, amino, sulfo, C₁-C₄-alquilo, C₁-C₄-alcoxi, nitro ó halógeno, C₁-C₄-alquilcarboniloxi, benzoiloxi, en caso dado sustituido por C₁-C₄-alquilo, C₁-C₄-alcoxi, nitro ó halógeno, aminocarbonilo, mono- ó di-C₁-C₄-alquilamino, ureido, carboxi, ciano, carbonamida ó sulfonamida, en caso dado sustituida en el nitrógeno por C₁-C₄-alquilo, fenilo ó bencilo, donde el alquilo puede estar ulteriormente sustituido por sulfo ó sulfato y el fenilo y el bencilo por sulfo, C₁-C₄-alquilo, C₁-C₄-alcoxi, halógeno ó nitro ó C₁-C₄-alquilsulfonilaminosulfonilo ó fenilsulfonilaminosulfonilo, en caso dado sustituido en el núcleo fenilo por metilo, metoxi, cloro ó nitro.

2.



(VII)

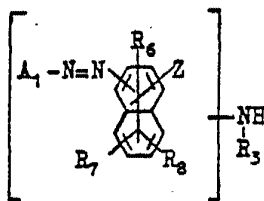
donde

A_1 significa un resto fenilo ó naftilo, que puede estar sustituido por sulfo, carboxi, nitro, cloro, C_1-C_4 -alquilo, C_1-C_4 -alcoxi, fenilo ó naftilo, en caso dado sustituido por sulfo, amino ó C_1-C_4 -alquilo, amino, acetilamino, bencilo, en caso dado sustituido por amino, sulfo ó C_1-C_4 -alquilo, fenilazo ó naftilazo, en caso dado sustituido por amino, C_1-C_4 -alquilo, sulfo, C_1-C_4 -alcoxi ó hidroxí ó trifluorometilo,

Z significa H, hidroxí, alcoxi, en caso dado sustituido por hidroxí ó C_1-C_4 -alcoxi, ó amino, en caso dado sustituido por C_1-C_4 -alquilo, fenilo ó bencilo, donde el alquilo puede estar ulteriormente sustituido por ciano, hidroxí ó C_1-C_4 -alcoxi y el fenilo y bencilo por metilo, metoxí, cloro, nitro ó sulfo,

R_6 , R_7 y R_8 independientes entre sí, significan hidrógeno, C_1-C_4 -alquilo, C_1-C_4 -alcoxi, amino, C_1-C_4 -alquilcarbonil-amino, fenilo, en caso dado sustituido por C_1-C_4 -alquilo, amino, hidroxí ó sulfo.

3.



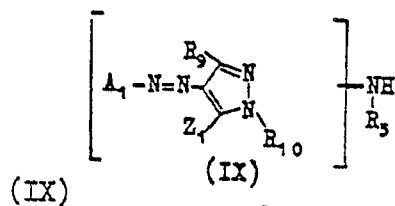
(VIII)

donde

R_3 , A_1 , R_6 , R_7 , R_8 y Z tienen el significado arriba indicado.

4.

5



donde

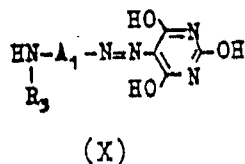
R_3 , A_1 tienen los significados arriba indicados,

Z_1 significa amino ó hidroxil,

R_9 significa C_1 - C_4 -alquilo, preferentemente metilo ó carboxi y

10 R_{10} significa fenilo ó naftilo, en caso dado sustituido por cloro, C_1 - C_4 -alquilo, sulfo, C_1 - C_4 -alcoxi ó amino.

5.

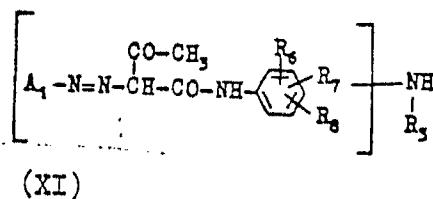


15

donde

R_3 , A_1 tienen el significado anteriormente indicado.

6.

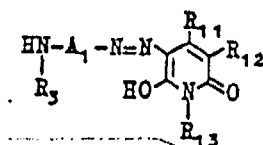


20

donde

R_3 , A_1 , R_6 , R_7 y R_8 tienen el significado anteriormente indicado.

7.



(XII)

donde

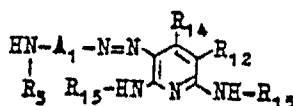
R₁₁ significa C₁-C₄-alquilo, arilo, carboxi, hidroxi,

R₁₂ significa ciano, carboxi, sulfo, sulfo-C₁-C₄-alquilo ó aminocarbonilo,

R₁₃ significa hidrógeno, C₁-C₄-alquilo, arilo ó aralquilo y

R₃, A₁ tienen el significado anteriormente indicado.

8.



(XIII)

donde

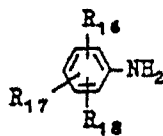
R₃, R₁₂ y A₁ tienen el significado anteriormente indicado,

R₁₄ significa C₁-C₄-alquilo ó amino y

R₁₅ significa hidrógeno ó C₁-C₄-alquilo.

Colorantes preferentes dentro de las fórmulas (VIII)

hasta (XIII) son aquellos donde A₁ significa el resto de una amina de fórmula



(XIV)

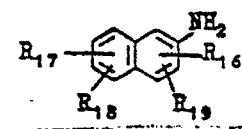
donde

R_{16} significa hidrógeno, sulfo, hidroxilo, carboxilo ó amino,

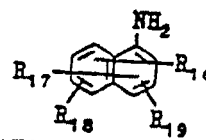
R_{17} significa hidrógeno, cloro, nitro, aminosulfonilo, C_1-C_4 -alquilo, C_1-C_4 -alcoxi, amino, sulfo, hidroxilo ó fenilazo ó naftilazo, en caso dado sustituido en el núcleo fenilo ó nafteno por hidroxilo, sulfo ó amino y

R_{18} significa, hidrógeno, cloro, nitro, C_1-C_4 -alquilo ó C_1-C_4 -alcoxi,

y de las fórmulas



(XV)



(XVI)

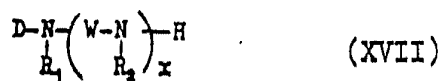
donde

R_{16} , R_{17} y R_{18} tienen el significado anteriormente indicado y R_{19} significa hidrógeno, cloro, nitro, aminosulfonilo, C_1-C_4 -alquilo, C_1-C_4 -alcoxi, amino, sulfo, hidroxilo fenilazo ó naftilazo en caso dado sustituido en el núcleo fenilo ó nafteno por hidroxilo, sulfo ó amino.

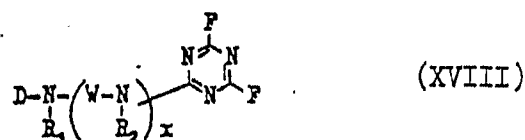
También en los colorantes (VI) hasta (XIII) está el grupo $-NHR_3-$, siempre que no se indique otra cosa, enlazado con el componente diazónico ó el componente de copulación y ésto preferentemente a un átomo de carbono de un anillo aromático-carbocíclico ó aromático-heterocíclico.

La obtención de los nuevos colorantes se puede lograr de distinta manera.

a. Condensación de los compuestos de fórmula



con fluoruro cianúrico a compuestos de fórmula



y reacción a continuación de (XVIII) con (V a).

5

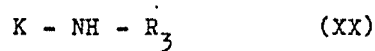
b. Condensación de (V a) con fluoruro cianúrico a cclo-
rantes de fórmula



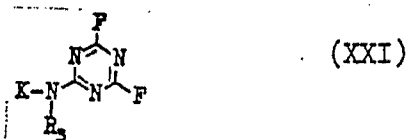
y reacción a continuación de (XVII).

10

c. Condensación de fluoruro cianúrico con componentes
de copulación de fórmula



a compuestos de fórmula



donde K significa el resto de un componente de copulación, y condensación a continuación con (XVII) y copulación con un componente diazónico



5 donde D'' significa un resto aromático-carbocíclico ó aromático-heterocíclico, en secuencia arbitraria.

Compuestos (XVII) adecuados son, por ejemplo:

1.

- 10 ácido 1-amino-4-(3'-aminofenilamino)-antraquinon-2,4'-disulfónico,
 ácido 1-amino-4-(4'-aminofenilamino)-antraquinon-2,3'-disulfónico,
 ácido 1-amino-4-(4'-aminofenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico,
 ácido 1-amino-4-(4'-metilaminofenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico,
 15 ácido 1-amino-4-(4'-metilaminofenilamino)-antraquinon-2,3'-disulfónico,
 ácido 1-amino-4-(5'-amino-4'-metilfenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico,
 ácido 1-amino-4-(5'-amino-2'-metilfenilamino)-antraquinon-2,4'-disulfónico,
 20 ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metilfenilamino)-antraquinon-2,5'-disulfónico,
 ácido 1-amino-4-(5'-amino-2'-metoxifenilamino)-antraquinon-2,4'-disulfónico,
 25 ácido 1-amino-4-(5'-amino-2',6'-dimetilfenilamino)-antraquinon-2,4'- y -2,3'-disulfónico,
 ácido 1-amino-4-(5'-amino-2',4',6'-trimetilfenilamino)-antraquinon-2,3'-disulfónico,

- ácido 1-amino-4-(3'-aminofenilamino)-antraquinon-2-sulfónico,
 ácido 1-amino-4-(4'-aminofenilamino)-antraquinon-2-sulfónico,
 ácido 1-amino-4-(4'-metilaminofenilamino)-antraquinon-2-sulfónico,
 ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metilfenilamino)-antraquinon-2-sulfó-
 5 nico,
 ácido 1-amino-4-(4'-metilaminometil-fenilamino)-antraquinon-2,2'-
 disulfónico,
 ácido 1-amino-4-(3'-metilaminometil-4'-metoxifenilamino)-2,X'-
 disulfónico,
 10 ácido 1-amino-4-(2',6'-dimetil-3'-metilaminometil-fenilamino)-
 antraquinon-2,X'-disulfónico,
 ácido 1-amino-4-(3'-aminometil-2',6'-dimetil-fenilamino)-antraquinon-
 2,X'-disulfónico,
 ácido 1-amino-4-(5'-aminometil-2',4',6'-trimetilfenilamino)-antra-
 15 quinon-2,3'-disulfónico,
 ácido 1-amino-4-(6'-aminometil-4'-metil-fenilamino)-antraquinon-
 2,2'-disulfónico,
 ácido 1-amino-4-(6'-metilaminometil-4'-metilfenilamino)-antraquinon-
 2,2'-disulfónico,
 20 ácido 1-amino-4-(3'-aminometil-4'-metil-fenilamino)-antraquinon-
 2,X'-disulfónico,
 ácido 1-amino-4-(5'-aminometil-2',6'-dietil-4'-metil)-fenilamino-
 antraquinon-2,3'-disulfónico,
 ácido 1-amino-4-(4'-aminofenilamino)-antraquinon-2,6-disulfónico,
 25 así como los correspondientes ácidos -2,7-, 2,5- ó -2,8-disulfónicos,
 ácido 1-amino-4-(3'-aminofenilamino)-antraquinon-2,6-disulfónico,
 así como los correspondientes ácidos -2,7-, -2,5- ó -2,8-disulfónicos,
 ácido 1-amino-4-(3'-aminofenilamino)-antraquinon-2,4',6-trisulfónico,
 ácido 1-amino-4-(4'-aminofenil-amino)-antraquinon-2,3',6-trisulfónico,
 30 ácido 1-amino-4-(4'-aminofenilamino)-antraquinon-2,2',6-trisulfónico,

- ácido 1-amino-4-(4'-metilaminometil-fenilamino)-antraquinon-2,2',6-trisulfónico,
- ácido 1-amino-4-(4'-amino-2'-carboxi-fenilamino)-antraquinon-2-sulfónico,
- 5 ácido 1-amino-4-(4'-amino-2'-carboxifenilamino)-antraquinon-2,6-ó -2,7-disulfónico,
- ácido 1-amino-4-(3'-amino-4'-clorofenilamino)-antraquinon-2,X'-disulfónico,
- ácido 1-amino-4-(4'-aminociclohexilamino)-antraquinon-2-sulfónico,
- 10 ácido 1-amino-4-(4'-aminociclohexilamino)-antraquinon-2,5-disulfónico,
- así como los correspondientes ácidos-2,6-, -2,7- ó -2,8-disulfónicos.
- 2.
- 15 Acido 1-isopropilamino-5-hidroxi-4-(4'-aminofenilamino)-antraquinon-2',6-disulfónico,
- ácido 1-isopropilamino-5-hidroxi-4-(4'-aminofenilamino)-antraquinon-3',6-disulfónico,
- ácido 1-isopropilamino-5-hidroxi-4-(4'-metilaminometil-fenilamino)-antraquinon-2',6-disulfónico,
- 20 ácido 1-isopropilamino-5-hidroxi-4-(4'-aminociclohexilamino)-antraquinon-6-sulfónico,
- ácido 1-sec.-butilamino-5-hidroxi-4-(4'-aminofenilamino)-antraquinon-2',6-disulfónico,
- 25 ácido 1-sec.-butilamino-5-hidroxi-4-(4'-metilaminometil-fenilamino)-antraquinon-2',6-disulfónico,
- ácido 1-metilamino-4-(4'-aminofenilamino)-antraquinon-2'-sulfónico,
- ácido 1-metilamino-5-hidroxi-(4'-aminofenilamino)-antraquinon-2',6-disulfónico,

ácido 1-isopropilamino-5-metoxi-4-(4'-aminofenilamino)-antraquinon-2'-sulfónico, ácido 1-isopropilamino-4-(4'-metilaminofenilamino)-antraquinon-5-sulfónico,

5 ácido 1-isopropilamino-5-hidroxi-4-(3'-metilaminometil-4'-metoxifenilamino)-antraquinon-6,X'-disulfónico.

Según la clase de los productos de los productos de partida empleados se trabaja en medio acuoso, acuoso-orgánico ú orgánico a temperaturas de -10° hasta $+40^{\circ}$, preferentemente 0° hasta 10 $+20^{\circ}$ en presencia de agentes de condensación alcalinos, tales como soluciones, de hidrogenocarbonato alcalino, carbonato alcalino, hidróxido alcalino, hidrogenofosfato alcalino, fosfato alcalino, triacetilamina ó N,N-dialquilanilinas.

Los colorantes obtenibles según los procedimientos 15 anteriormente descritos se pueden someter a ulteriores reacciones usuales para los colorantes, por ejemplo, tratando los colorantes metalizables con agentes cededores de metal, especialmente con sales de cromo, cobalto, cobre ó níquel. Los colorantes que contienen grupos reducibles, especialmente grupos nitro, se pueden re- 20 ducir y los colorantes que llevan grupos acilables, especialmente grupos amino acilables, se pueden acilar.

Los nuevos colorantes son valiosos productos que son adecuados para los más distintos fines de aplicación. Como com- 25 puestos hidrosolubles encuentran un interés especial para teñir y estampar materiales textiles que contengan grupos hidroxilo y nitrógeno, especialmente materiales textiles de celulosa nativa y regenerada, además, de lana, seda, fibras de poliamida sintética y poliuretano.

Los productos son especialmente bien adecuados como 30 colorantes reactivos para teñir materiales de celulosa según las téc-

nicas para ésto conocidas.

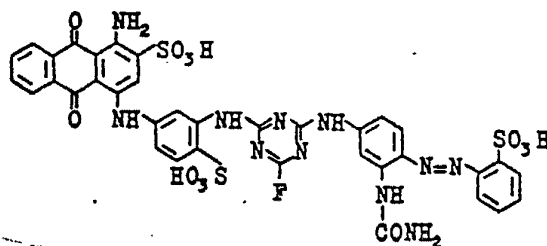
Las fórmulas indicadas son las de los ácidos libres. Por lo general se emplean para el teñido las sales alcalinas, que se obtienen en la síntesis, es especial las sales sódicas.

5

Ejemplo 1

17,7 g de ácido 1-amino-4-(3'-amino-fenilamino)-
 10 antraquinon-2,4'-disulfónico se disuelven en 400 cc de agua a un pH
 de 5. Después de enfriar la solución a 0 - 5° se gotean lentamente
 3,1 cc de fluoruro cianúrico y con solución 2-n de sosa se mantiene
 el pH en 4,5. Después de seguir agitando brevemente se gotea al com-
 ponente antraquinónico una solución ajustada a un pH de 6 de 12,1 g
 de ácido 2-(4'-amino-2'-ureido-fenilazo)-bencenosulfónico en 180 cc
 15 de agua. El pH se sigue manteniendo con solución de sosa en 5,8 -
 6,0 y se deja subir la temperatura a 20°. Terminada la reacción
 se sala el colorante con 100 g de cloruro sódico. El producto pre-
 cipitado se separa por succión, se lava con solución al 15 % de clo-
 ruro sódico y después de amasar con 10 cc de solución tampón al 5 %
 20 del pH 6 se seca a 60° en el armario de aire en circulación.

El colorante corresponde a la fórmula



Instrucciones de teñido

5 50 g de madeja de algodón se tiñen en 1 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 ésta temperatura. Después de enjuagar, saponificar hirviendo y secar, se obtiene un teñido muy sólido a la luz, al mojado y al cloro, en una tonalidad verde tirando algo a amarillo.

10

Ejemplo 2

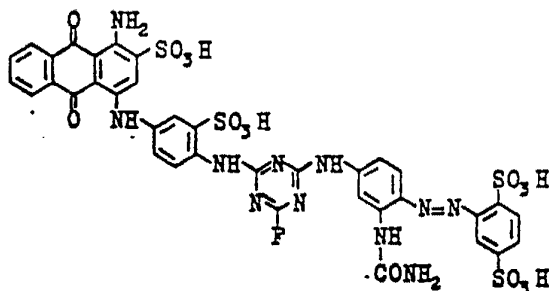
15 14,7 g de ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,3'-disulfónico se disuelven en 350 cc de agua bajo neutralización. La solución se enfría a 0 - 5°, se ajusta a un pH de 4,5 e inmediatamente se gotean en el transcurso de 10 minutos 3,2 cc de fluoruro cianúrico. Aquí se mantiene el pH de la solución entre 4,2 - 4,7 con solución 1-n de sosa. Se sigue agitando a continuación durante 20 minutos bajo las mismas condiciones.

20

A la solución del colorante difluortriazinilanthaquinónico obtenida se gotea una solución neutralizada de 12,5 g de ácido 2-(4'-amino-2'-ureido-fenilazo)-benceno-1,4-disulfónico en 300 cc de agua y el pH se mantiene en la mezcla de reacción con sosa 1-n en 6,0 - 6,5. Después de seguir agitando durante 8 horas se deja subir la temperatura durante la noche lentamente a 20° y después se sala el colorante con un 8 % de cloruro sódico. Este se separa por succión, se lava con solución al 10 % de cloruro sódico y se seca a 40° en vacío.

25

30 El colorante de fórmula



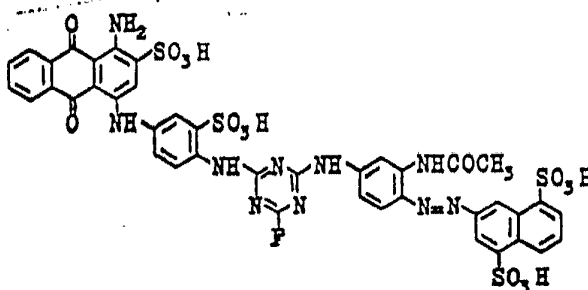
dá sobre algodón, desde flota larga, a 40° según el procedimiento de teñido del ejemplo 1 unos teñidos verdes tirando a amarillo con buenas solideces a la luz y al mojado.

5

Ejemplo 3

10,0 g de ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-
 10 antraquinon-2,3'-disulfónico se hacen reaccionar en la forma des-
 crita en el ejemplo 2, con 2,0 cc de fluoruro cianúrico a un pH de
 4,2 - 4,7 y 0 - 5°. A la solución obtenida se agrega a 0 - 5° len-
 tamente una solución ajustada a un pH de 6,5 de 9,6 g de ácido 3-(2'-
 acetilamino-4'-amino-fenilazo)-naftalin-1,5-disulfónico en 200 cc
 de agua. El pH se mantiene en la mezcla de reacción en 5,5 - 6,0.
 15 Se deja subir ahora en el transcurso de 20 horas la temperatura
 lentamente de 0 - 5° a 10 - 12°. Después de esto está terminada la
 reacción. De la solución verde obtenida se sala el colorante mediante
 adición de un 10 % de cloruro sódico a 20°, se separa por succión,
 se lava con solución al 10 % de cloruro sódico y se seca a 40° en
 20 vacío.

El colorante que corresponde a la fórmula

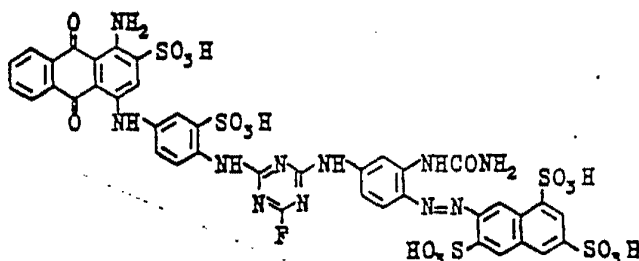


tiñe el algodón, desde flota larga, a 50° en tonalidades verdes tirando a amarillo sólidas a la luz y al mojado.

5 Ejemplo 4

10 10,0 g de ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-
 antraquinon-2,3'-disulfónico se disuelven en 250 cc de agua y la
 solución se ajusta a un pH de 4,5. Después de enfriar a 0 - 5° se
 15 gotean en el transcurso de 10 minutos 2,0 cc de fluoruro cianúrico
 y el pH se mantiene con sosa l-n en 4,2 - 4,7. Después de seguir
 agitando durante 1/2 hora se agrega una solución ajustada a un pH
 de 6 y enfriada a 0 - 5° de 10,3 g de ácido 7-(4'-amino-2'-ureido-
 fenilazo)-naftalin-1,3,6-trisulfónico y en la mezcla de reacción
 20 se mantiene un pH de 6,0 con solución de sosa l-n. Se agita bajo las
 condiciones indicadas durante 20 horas, después se calienta a 20°,
 se clarifica con 2,5 g de carbón y 2,5 g de tierra de infusorios
 y el colorante se sala con un 10 % de cloruro sódico. El colorante
 precipitado se separa por succión, se lava con solución al 10 % de
 cloruro sódico y se seca a 40° en vacío.

El colorante de fórmula



tiñe el algodón, desde flota larga, a 40 - 50° según el procedimiento del ejemplo 1 en tonalidades verdes tirando a amarillo sólidas a la luz y al mojado.

5 Reaccionando los componentes antraquinónicos indicados en la tabla I, columna II con fluoruro cianúrico y condensando a continuación en forma análoga con los componentes azóicos mencionados en la columna III se obtienen ulteriores colorantes que tiñen el algodón de flota larga en las tonalidades de color indicadas.

10

T A B L A I

Ejemplo No	II	III	Tonalidad
15 5	ácido 1-amino-4-(3'-amino-fenil-amino)-antraquinon-2,4'-disulfónico	ácido 4-(4'-amino-2'-metil-fenil-azo)-benceno-1,3-disulfónico	verde tirando a azul
20 6	" "	ácido 4-(4'-amino-2'-ureido-fenil-azo)-benceno-1,3-disulfónico	verde tirando a amarillo
25 7	" "	ácido 3-(4'-amino-2'-metil-fenil-azo)-naftalin-1,5-disulfónico	"

T A B L A I (continuación)

Ejemplo Nº	II	III	Tonalidad	
5	8	ácido 1-amino-4-(3'-amino-fenil-amino)-antraquinon-2,4'-disulfónico	ácido 3-(4'-amino-2'-acetilamino-fenilazo)-naftalin-1,5-disulfónico	verde tirando a amarillo
10	9	" "	ácido 3-(4'-amino-2'-ureido-fenilazo)-naftalin-1,5-disulfónico	oliva tirando a amarillo
15	10	" "	ácido 4-amino-4'-(4''-metoxi-fenilazo)-estilben-2,2'-disulfónico	verde tirando a amarillo
	11	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenil-amino)-antraquinon-2,3'-disulfónico	ácido 4-(4'-amino-2'-ureido-fenilazo)-benceno-1,3-disulfónico	"
20	12	" "	ácido 3-(4'-amino-2'-metil-fenilazo)-naftalin-1,5-disulfónico	verde
25	13	" "	ácido 3-(4'-amino-2'-ureido-fenilazo)-naftalin-1,5-disulfónico	verde tirando a oliva
30	14	" "	ácido 7-(4'-amino-2'-metil-fenilazo)-naftalin-1,3-disulfónico	verde tirando a azul
35	15	" "	ácido 7-(4'-amino-2'-acetilamino-fenilazo)-naftalin-1,3-disulfónico	verde tirando a amarillo
	16	" "	ácido 7-(4'-amino-2'-ureido-fenilazo)-naftalin-1,3-disulfónico	verde tirando a oliva
40	17	" "	ácido 7-(4'-amino-2'-acetilamino-fenilazo)-naftalin-1,3,6-trisulfónico	verde tirando a amarillo

T A B L A I (continuación)

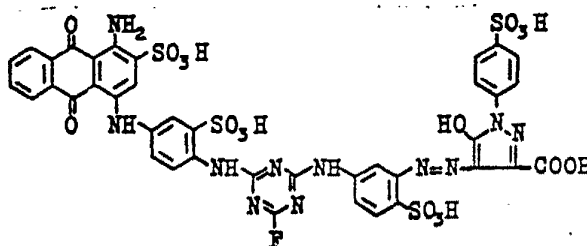
Ejemplo Nº	II	III	Tonalidad	
5	18	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenil-amino)-antraquinon-2,3'-disulfónico	ácido 2-(4'-amino-2'-metil-fenil-azo)-benceno-1,4-disulfónico	verde tirando a azul
10	19	" "	ácido 4-(4'-amino-2'-metil-fenil-azo)-benceno-1,3-disulfónico	"
15	20	" "	ácido 2-(4'-amino-2'-ureido-fenil-azo)-bencenosulfónico	verde tirando a amarillo
20	21	ácido 1-amino-4-(4'-metilamino-fenilamino)-antraquinon-2,3'-disulfónico	ácido 2-(4'-amino-2'-ureido-fenil-azo)-benceno-1,4-disulfónico	"
25	22	" "	ácido 4-(4'-amino-2'-ureido-fenil-azo)-benceno-1,3-disulfónico	"
30	23	ácido 1-amino-4-(5'-amino-2'-metil-fenilamino)-antraquinon-2,4'-disulfónico	ácido 2-(4'-amino-2'-ureido-fenil-azo)-benceno-1,4-disulfónico	"
35	24	" "	ácido 2-(4'-amino-2'-ureido-fenil-azo)-bencenosulfónico	"
	25	ácido 1-amino-4-(5'-amino-2',4',6'-trimetilfenilamino)-antraquinon-2,3'-disulfónico	ácido 2-(4'-amino-2'-ureido-fenil-azo)-benceno-1,4-disulfónico	"

Ejemplo 26

10,0 g de ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-
 5 antraquinon-2,3'-disulfónico se disuelven en 250 cc de agua bajo neu-
 tralización. A la solución ajustada a un pH de 4,5 y enfriada a 0 -
 5° se gotean 2,0 cc de fluoruro cianúrico en el transcurso de 10
 minutos manteniendose el pH con solución 1-n de sosa en 4,2 - 4,7.
 Este se sigue agitando a continuación aún durante 20 minutos bajo
 las mismas condiciones.

10 A la solución del colorante difluortriazinilantraqui-
 nónico obtenido se vierte entonces una solución neutralizada de
 10,5 g de 1-(4'-sulfofenil)-3-carboxi-4-(5"-amino-2"-sulfofenilazo)-
 5-pirazolona en 150 cc de agua a 0 - 5°. El pH se mantiene en ésta
 etapa de condensación en 5,5 - 6,0. Cuando después de 5 - 6 horas
 15 haya casi terminado la reacción se deja subir la temperatura lenta-
 mente a 20°, la solución de colorante verde obtenida se clarifica
 con 2,5 g de carbón activo y 2,5 g de tierra de infusorio y en el fil-
 trado se introduce un 10 % de cloruro sódico. El colorante precipi-
 tado se separa por succión, se lava con solución de cloruro sódico
 20 y se seca en vacío a 40°.

Este corresponde a la fórmula

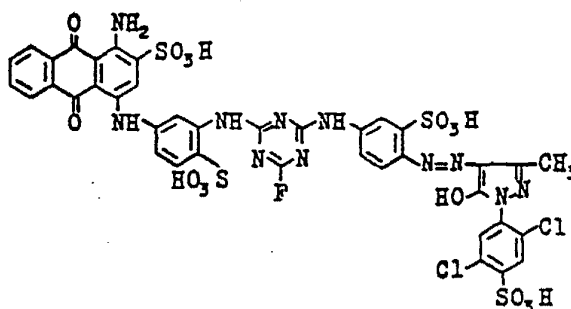


y tiñe el algodón desde flota larga a 40° según el procedimiento de teñido indicado en el ejemplo 1 en tonalidades verdes tirando a amarillo, claras. Los teñidos muestran buenas solidez a la luz y al mojado.

5

Ejemplo 27

9,8 g de ácido 1-amino-4-(3'-amino-fenilamino)-
 10 antraquinon-2,4'-disulfónico se disuelven en 150 cc de agua. La solución se ajusta a un pH de 5, se enfría a 0 - 5° y en el transcurso de 10 minutos se gotean 1,9 cc de fluoruro cianúrico. Aquí se mantiene el pH en 4,5 con solución de sosa 2-n. Después de seguir agitando durante 15 minutos se vierte una solución neutralizada de
 15 11,3 g de 1-(2',5'-dicloro-4'-sulfofenil)-3-metil-4-(4''-amino-2''-sulfo-fenilazo)-5-pirazolona en 110 cc de agua y el pH se mantiene en 6 con solución de sosa. Se deja subir ahora la temperatura a 20° y terminada la reacción se sala el colorante con cloruro potásico. El colorante, que corresponde a la fórmula



20 se separa por succión, se lava con solución de cloruro potásico y después de agregar 10 cc de solución tampón al 5 % (pH = 6,0) se seca en vacío a 60°.

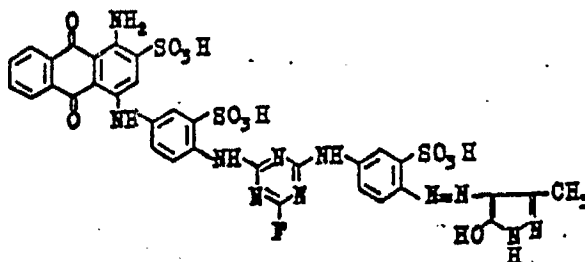
El colorante tiñe el algodón desde flota larga según el procedimiento descrito en el ejemplo 1 con tonalidades verde oliva.

Ejemplo 28

10,0 g de ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-
 5 26 anterior, en 250 cc de agua con 2,0 cc de fluoruro cianúrico.

Al componente difluortriazinilanthaquinónico se gotea una solución
 equimolar, ajustada a un pH de 9, de la sal sódica de la 3-metil-4-
 (5'-amino-2'-sulfofenilazo)-5-pirazolona en 100 cc de agua y el pH
 10 de la mezcla se mantiene en 6,0 mediante solución de sosa l-n. Des-
 pués de seguir agitando durante 7 horas a 0 - 5°, se deja subir la
 temperatura en el transcurso de 10 horas lentamente a 15 - 20°. El
 colorante se sala con cloruro sódico, se separa por succión y se la-
 va con solución al 5 % de cloruro sódico. Se seca a 40° en vacío.

El colorante de fórmula



tiñe el algodón desde flota larga a 40° en tonalidades verdes algo
 tirando a azul que tienen buenas solidez a la luz y al mojado.

20 Ulteriores colorantes, que tiñen el algodón desde
 flota larga en las tonalidades indicadas en la tabla II, se obtienen
 si los componentes anthraquinónicos de la columna II se condensan pri-
 meramente con fluoruro cianúrico y después con los componentes azó-
 cos de la columna III.

T A B L A II

Ejemplo Nº	II	III	Tonalidad	
5	29	ácido 1-amino-4-(3'-amino-fenil-amino)-antraquinon-2,4'-disulfónico	3-metil-4-(4'-amino-2'-sulfo-fenilazo)-5-pirazolona	verde
10	30	" "	3-metil-4-(5'-amino-2'-sulfo-fenilazo)-pirazolona	verde tirando a oliva
15	31	" "	1-fenil-3-metil-4-(5'-amino-2'-sulfofenilazo)-5-pirazolona	verde tirando a amarillo
20	32	" "	1-(2',5'-dicloro-4'-sulfofenilazo)-3-metil-4-(5''-amino-2''-sulfofenilazo)-5-pirazolona	verde
25	33	" "	1-(4'-sulfofenil)-3-carboxi-4-(5''-amino-2''-sulfofenilazo)-5-pirazolona	verde tirando a amarillo
30	34	" "	1-(4'-sulfofenil)-3-carboxi-4-(4''-amino-2''-sulfofenilazo)-5-pirazolona	caqui
35	35	" "	1-(4'-aminofenil)-3-metil-4-(2'',5''-disulfo-fenilazo)-5-pirazolona	verde
40	36	" "	1-(4'-aminofenil)-3-metil-4-(1'',5''-disulfo-2''-naftil)-5-pirazolona	verde tirando a amarillo
45	37	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenil-amino)-antraquinon-2,3'-disulfónico	1-(2',5'-dicloro-4'-sulfofenil)-3-metil-4-(5''-amino-2''-sulfofenilazo)-5-pirazolona	"

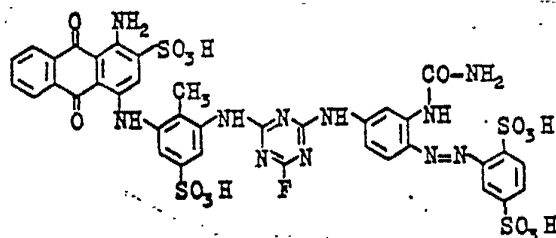
T A B L A II (continuación)

Ejemplo No	II	III	Tonalidad	
5	38	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenil-amino)-antraquinon-2,3'-disulfónico	1-(2',5'-dicloro-4'-sulfofenil)-3-metil-4-(4''-amino-2''-sulfofenilazo)-5-pirazolona	verde tirando a oliva
10	39	" "	1-(1',3'-disulfo-7'-naftil)-3-metil-4-(5''-amino-2''-sulfofenilazo)-5-pirazolona	verde
15	40	" "	1-(4'-sulfofenil)-3-carboxi-4-(4''-amino-2''-sulfofenilazo)-5-pirazolona	verde-oliva
20	41	" "	3-metil-4-(4'-amino-2'-sulfofenilazo)-5-pirazolona	verde tirando a amarillo
25	42	ácido 1-amino-4-(5'-amino-2'-metoxifenilamino)-antraquinon-2,4'-disulfónico	1-(4'-sulfofenil)-3-carboxi-4-(4''-amino-2''-sulfofenilazo)-5-pirazolona	verde-oliva
30	43	ácido 1-amino-4-(5'-amino-2',4',6'-trimetil-fenil-amino)-antraquinon-2,3'-disulfónico	1-(4'-sulfofenil)-3-carboxi-4-(5''-amino-2''-sulfofenilazo)-5-pirazolona	verde tirando a amarillo
35	44	ácido 1-amino-4-5'-amino-2'-metil-fenilamino)-antraquinon-2,4'-disulfónico	" "	"

Ejemplo 45

9,0 g de ácido 2-(4'-amino-2'-ureido-fenilazo)-benceno-

1,4-disulfónico se disuelven en 450 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 a ésta solución 2,0 cc de fluoruro cianúrico y el pH se mantiene entre 4,2 y 4,7 mediante adición de solución 1-n de sosa. Para terminar la reacción se agita aún durante 30 minutos a 0 - 5° y a un pH de 4,5. La solución obtenida del colorante difluortriazinilazóico se vierte en el transcurso de 30 minutos a una solución ajustada a un pH de 6 de 10,0 g de ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metil-fenilamino)-antraquinon-2,5'-disulfónico en 150 cc de agua. Aquí se sigue manteniendo la temperatura entre 0 y 5° y el valor pH con solución de sosa en 5,8 - 6,0. Después de 6 horas se calienta la solución verde a 20°, se agita a ésta temperatura y a un pH de 7 durante 2 horas y finalmente se sala con 200 g de cloruro sódico. El colorante, obtenido en forma de sal sódica, de fórmula



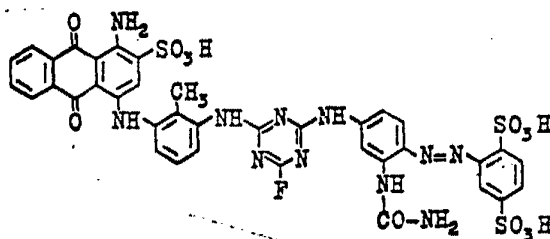
se separa por succión, se lava con solución saturada de cloruro sódico y se seca a 40° en vacío. Este tinte el algodón desde flota larga según el procedimiento de teñido indicado en el ejemplo 1, en tonalidades verdes sólidas a la luz y al mojado.

Ejemplo 46

9,0 g de ácido 2-(4'-amino-2'-ureido-fenilazo)-benceno-1,4-disulfónico se hacen reaccionar en la forma descrita en el ejem-

plo 45 con 2,0 cc de fluoruro cianúrico.

La solución obtenida del colorante difluortriazinil-
azóico se agrega en el transcurso de 15 minutos a la solución de
un colorante antraquinónico que se obtuvo por disolución de 8,0 g
5 de ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metil-fenilamino)-antraquinon-2-
sulfónico en 150 cc de agua a un pH de 7 y enfriando a 0 - 5°. Du-
rante el goteado se mantiene el pH de la mezcla entre 6,0 - 6,5 y,
a continuación, se sigue agitando durante 15 horas bajo las mismas
condiciones. Durante éste tiempo se deja subir la temperatura len-
10 tamente a 20°, la solución verde obtenida se clarifica con 2 g de
carbón y 2 g de tierra de infusorio y del filtrado se sala el colo-
rante mediante adición de 10 % de cloruro sódico.
El producto precipitado se separa por succión, se lava con solución
al 10 % de cloruro sódico y se seca en vacío a 40°.
15 El colorante obtenido de fórmula



dá sobre algodón desde flota larga a 40° según el ejemplo 1 unos te-
ñidos verdes fuertes con buenas solideces a la luz y al mojado.

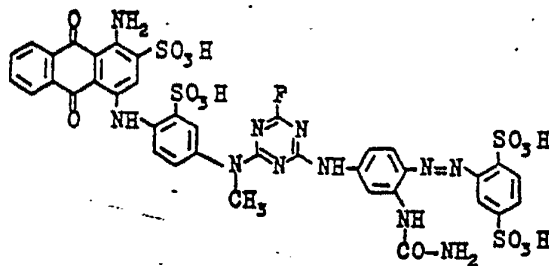
20 Ejemplo 47

14,3 g de ácido 2-(4'-amino-2'-ureido-fenilazo)-benceno-
1,4-disulfónico se hacen reaccionar en 450 cc de agua en la forma des-
crita en el ejemplo 45 a 0 - 5° y un pH de 4,2 - 4,7 con 3,2 cc de

fluoruro cianúrico. La solución del colorante difluortriazinilazóico obtenida se vierte en el transcurso de 20 minutos a una solución neutralizada de 15,1 g de ácido 1-amino-4-(4'-metilamino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico en 150 cc de agua a 0 - 5° y el pH de la mezcla de reacción se mantiene entre 6,0 - 6,3 con solución 1-n

5 de sosa. Cuando la reacción haya terminado después de 2 horas, se calienta a 20° y el colorante verde obtenido, se sala con un 7 % de cloruro sódico. Se le separa por succión, se lava con solución al 10 % de cloruro sódico y se seca a 40° en vacío.

10 El colorante de fórmula



tiñe el algodón en flota larga a 40° en tonalidades verdes tirando a amarillo, que se destacan por buenas solidez a la luz y al mojado, especialmente también solidez al cloro.

15 Si los componentes azóicos indicados en la tabla III, columna II, se hacen reaccionar en igual forma con fluoruro cianúrico y además con los componentes antraquinónicos mencionados en la columna III, se obtienen colorantes similares que tiñen de verde el algodón de flota larga.

T A B L A III

Ejemplo No	II	III
5	48 ácido 4-(4'-amino-2'-ureido-fenilazo)-benceno-1,3-disulfónico	ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metilfenilamino)-antraquinon-2,5'-disulfónico
	49 ácido 2-(4'-amino-2'-ureido-fenilazo)-benceno-sulfónico	" "
10	50 ácido 4-(4'-amino-2'-ureido-fenilazo)-benceno-1,3-disulfónico	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico
	51 ácido 2-(4'-amino-2'-ureido-fenilazo)-benceno-1,4-disulfónico	" "
15	52 " "	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,2',6-trisulfónico
20	53 ácido 4-(4'-amino-2'-ureido-fenilazo)-benceno-1,3-disulfónico	ácido 1-amino-4-(4'-metil-amino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico
	54 " "	ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metil-fenilamino)-antraquinon-2-sulfónico
25	55 ácido 2-(2'-acetilamino-4'-amino-fenilazo)-benceno-1,4-disulfónico	" "
	56 " "	ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metil-fenilamino)-antraquinon-2,5'-disulfónico
30	57 ácido 2-(2'-acetilamino-4'-amino-fenilazo)-bencenosulfónico	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,2',6-trisulfónico
35	58 ácido 2-(4'-amino-2'-metil-fenilazo)-benceno-1,5-disulfónico	ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metil-fenilamino)-antraquinon-2-sulfónico
	59 " "	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico

T A B L A III (continuación)

Ejemplo No	II	III	
5	60	ácido 4-(4'-amino-2'-metil-fenilazo)-benceno-sulfónico	ácido 1-amino-4-(4'-metilamino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico
	61	ácido 2-(4'-amino-2'-ureido-fenilazo)-benceno-1,4-disulfónico	ácido 1-amino-4-(4'-amino-ciclohexilamino)-antraquinon-2-sulfónico
10	62	ácido 4-(4'-amino-2'-ureido-fenilazo)-benceno-1,3-disulfónico	" "
15	63	ácido 2-(4'-amino-2'-ureido-fenilazo)-benceno-1,4-disulfónico	ácido 1-amino-4-(4'-carboximetil-amino-fenilamino)-antraquinon-2-sulfónico
	64	" "	ácido 1-amino-4-(4'-amino-2'-carboxifenilamino)-antraquinon-2-sulfónico

Ejemplo 65

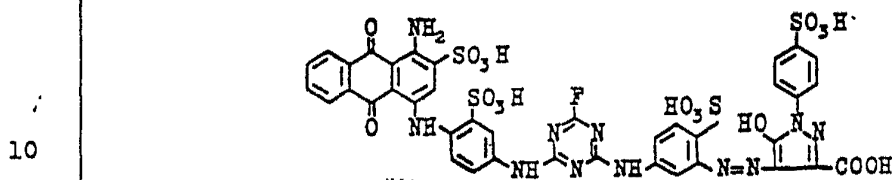
20 10,5 g de 1-(4'-sulfofenil)-3-carboxi-4-(5"-amino-2"-sulfofenilazo)-5-pirazolona se disuelven a un pH de 8 - 9 en 300 cc de agua. Después de enfriar la solución a 0 - 5° se ajusta el pH a 4,8 y se comienza inmediatamente con el goteado de 1,8 cc de fluoruro cianúrico. Durante el goteado del fluoruro cianúrico se mantiene el

25 pH con solución 1-n de sosa en 3,7 - 4,2 y la adición del componente reactivo se termina en el transcurso de 5 - 10 minutos. Seguidamente se termina la condensación continuando la agitación durante 30 minutos, manteniéndose el pH de aproximadamente 4,2.

30 La solución obtenida del colorante difluortriazinilazóico se gotea ahora en el transcurso de 15 minutos a una solución neutralizada de 10,0 g de ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-

5 antraquinon-2,2'-disulfónico en 200 cc de agua a 0 - 5° manteniéndose el pH en la mezcla entre 6,3 y 6,5. Cuando la condensación entre el colorante difluortriazinilazóico y el componente aminoantraquinónico ha terminado después de unas 2 horas se calienta el preparado a 20°, la solución se clarifica con 2,5 g de carbón y 2,5 g de tierra de infusorio y el filtrado obtenido se sala con cloruro sódico. El colorante obtenido se separa por succión, se lava con solución de cloruro sódico y se seca en vacío a 40°.

Este corresponde a la fórmula



y tñe el algodón de flota larga a 40° en tonalidades verdes claras, tirando a amarillo, con buenas solidesces a la luz y al mojado.

15 Condensando los componentes azóicos indicados en la tabla IV, columna II, en forma análoga con fluoruro cianúrico y a continuación los productos intermedios obtenidos con los componentes antraquinónicos de la columna III, se obtienen ulteriores colorantes que tñen algodón desde flota larga en las tonalidades de color indicadas.

T A B L A IV

Ejemplo Nº	II	III	Tonalidad	
5	66	1-(2',5'-dicloro-4'-sulfofenil)-3-metil-4-(5"-amino-2"-sulfofenilazo)-5-pirazolona	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	verde
10	67	" "	ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metil-fenilamino)-antraquinon-2,5'-disulfónico	"
15	68	" "	ácido 1-amino-4-(4'-amino-ciclohexilamino)-antraquinon-2-sulfónico	"
20	69	1-(4'-sulfofenil)-3-carboxi-4-(5"-amino-2"-sulfofenilazo)-5-pirazolona	ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metil-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	"
25	70	1-(4'-sulfofenil)-3-carboxi-4-(4"-amino-2"-sulfofenilazo)-5-pirazolona	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	oliva
30	71	" "	ácido 1-amino-4-(4'-metilamino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	"
35	72	" "	ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metil-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	"
40	73	1-(1',3'-disulfo-7'-naftil)-3-metil-4-(5"-amino-2"-sulfofenilazo)-5-pirazolona	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	verde
	74	1-(1',5'-disulfo-7'-naftil)-3-metil-4-(4"-amino-2"-sulfofenilazo)-5-pirazolona	ácido 1-amino-4-(4'-metilamino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	verde tirando a oliva

T A B L A IV (continuación)

Ejemplo Nº	II	III	Tonalidad	
5	75	1-(1',3'-disulfo-7'-naftil)-3-metil-4-(4''-amino-2''-sulfofenilazo)-5-pirazolona	ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metil-fenil-amino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	verde tirando a oliva
10	76	" "	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	"
15	77	1-(2',5'-dicloro-4'-sulfofenil)-3-metil-4-(4''-amino-2''-sulfofenilazo)-5-pirazolona	" "	"
20	78	" "	ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metil-fenil-amino)-antraquinon-2,5'-disulfónico	"
25	79	3-metil-4-(5'-amino-2'-sulfofenilazo)-5-pirazolona	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	verde
30	80	" "	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,2',7-trisulfónico	"
35	81	1-(2'-metil-4'-sulfofenil)-3-carboxi-4-(5''-amino-2''-sulfofenilazo)-5-pirazolona	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	"
40	82	1-(2'-cloro-6'-metil-4'-sulfofenil)-3-carboxi-4-(5''-amino-2''-sulfofenilazo)-5-pirazolona	ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metil-fenil-amino)-antraquinon-2,5'-disulfónico	"
	83	1-(3'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolona-imida	" "	"

T A B L A IV (continuación)

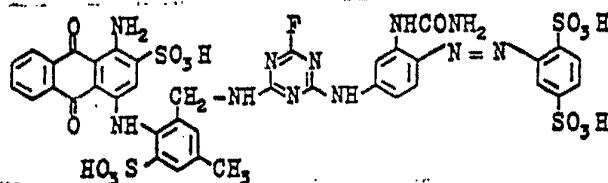
Ejemplo Nº	II	III	Tonalidad	
5	84	1-(3'-sulfofenil)-3-metil-5-pirazolon-imida	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	verde
10	85	1-(3'-aminofenil)-3-metil-4-(2'',5''-disulfofenilazo)-5-pirazolona	" "	"
15	86	1-(4'-aminofenil)-3-metil-4-(2'',4''-disulfofenilazo)-5-pirazolona	ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metil-fenil-amino)-antraquinon-2-sulfónico	"
20	87	1-(2'-metil-4'-sulfofenil)-3-metil-4-(4''-amino-2''-sulfofenilazo)-5-pirazolona	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,5-disulfónico	verde tirando a oliva

Ejemplo 88

9,0 g de ácido 2-(4'-amino-2'-ureido-fenilazo)-benceno-1,4-disulfónico se disuelven en 315 cc de agua a un pH de 5,5 y la solución se enfría a 0 - 5°. A ésta solución se gotean en el transcurso de 10 minutos 2,4 cc de fluoruro cianúrico manteniéndose el pH mediante goteado de solución 2-n de sosa entre 4,2 y 4,7. Para completar la reacción se agita aún durante 30 minutos a 0 - 5° y a un pH de 4 - 5.

La solución obtenida del colorante difluortriazinilazóico se gotea en el transcurso de 30 minutos a la solución ajustada a un pH de 7, calentada inicialmente a 20 - 25°, de 10 g de ácido 1-amino-4-(4'-metil-2'-aminometil-anilino)-antraquinon-2,6'-

disulfónico en 100 cc de agua, manteniéndose el pH entre 6,5 y 7 mediante goteado de lejía sódica 2-n. La temperatura baja aquí debido a la alimentación de la solución del colorante azóico fría a 15 - 18°. La solución verde se sigue agitando aún durante 30 minutos y a continuación se sala en el transcurso de 1 hora con 42 g de cloruro sódico. El colorante que cristaliza en pequeños prismas, que como ácido libre tiene la siguiente fórmula



se separa por succión, se lava con solución al 10 % de NaCl y se seca en vacío a 40°.

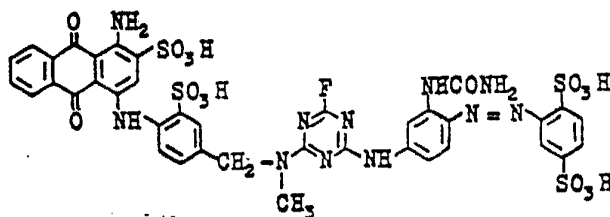
Instrucciones de estampación

De 40 g del colorante de arriba, 500 g de espesamiento de alginato, 20 g de hidrogenocarbonato sódico, 10 g de sodio ácido nitrobenzeno-3-sulfónico y 300 g de agua se prepara una pasta, que después se completa con agua a 1 kg. Con ésta pasta se estampa un tejido de algodón, se seca, se vaporiza durante 8 minutos a 105°, se enjuaga con algo caliente y a continuación se saponifica hirviendo, se enjuaga y se seca. Se obtiene una estampación verde con muy buenas propiedades de solidez.

Ejemplo 89

Sustituyendo en el ejemplo 88 el componente antraqui-

nónico allí indicado por la misma cantidad de ácido 1-amino-4-(4'-N-metilaminometilanolino)-antraquinon-2,2'-disulfónico y procediendo por lo demás como descrito, se obtiene un colorante verde que como ácido libre corresponde a la fórmula



Este tinte según el procedimiento indicado en el ejemplo 1 las fibras de celulosa en tonalidades verdes tirando a azul de muy buenas solidez a la luz, al mojado y al cloro.

Ulteriores ejemplos se mencionan en la siguiente tabla V:

T A B L A V

Ejemplo No	II	III	Tonalidad
15	ácido 2-(4'-amino-2'-ureido-fenilazo)-benceno-1,4-disulfónico	ácido 1-amino-4-(3'-metil-aminometil-4'-metoxi-fenilamino)-antraquinon-2,X'-disulfónico	verde tirando a amarillo
20	1-(2',5'-dicloro-4'-sulfofenil)-3-metil-4-(3''-amino-2''-sulfofenilazo)-5-pirazolona	ácido 1-amino-4-(4'-metil-6'-aminometil-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	verde tirando a azul
25	" "	ácido 1-amino-4-(4'-metil-aminometil-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	"

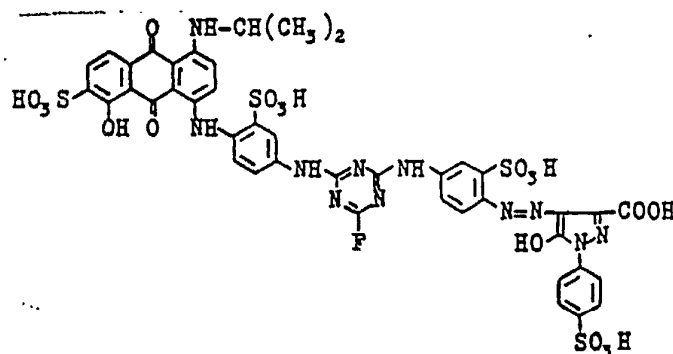
T A B L A V (continuación)

Ejemplo Nº	II	III	Tonalidad	
5	93	1-(2',5'-dicloro-4'-sulfofenil)-3-metil-4-(4"-amino-2"-sulfofenilazo)-5-pirazolona	ácido 1-amino-4-(4'-metil-aminometil-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	verde-oliva
10	94	" "	ácido 1-amino-4-(4'-metil-6'-aminometil-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	oliva
15	95	ácido 2-(4'-amino-2'-metilfenilazo)-naftalin-4,8-disulfónico	" "	verde tirando a azul
20	96	" "	ácido 1-amino-4-(4'-metil-aminometil-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	"
25	97	ácido 2-(5'-amino-2'-sulfo-fenilazo)-1-hidroxi-7-(3"-sulfo-fenilamino)-naftalin-3-sulfónico	" "	negro
30	98	" "	ácido 1-amino-4-(4'-metil-6'-aminometil-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	"
35	99	ácido 4-(4'-amino-2'-ureido-fenilazobenceno)-1,3-disulfónico	" "	verde
40	100	" "	ácido 1-amino-4-(4'-metil-aminometil-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	verde tirando a azul

Ejemplo 101

9,7 g de 1-(4'-sulfofenil)-3-carboxi-4-(4'-amino-2'-sulfofenilazo)-5-pirazolona se disuelven en forma de la sal sódica en 200 cc de agua. La solución se ajusta a un pH de 6, se enfría a 0 - 5° y a ésta temperatura se gotean lentamente 1,8 cc de fluoruro cianúrico; mediante goteado simultaneo de solución al 20 % de sosa se mantiene aquí el pH entre 4 y 4,5. Se agita durante algún tiempo a 0 - 5°.

A continuación se gotea una solución de 12,5 g de ácido 1-isopropilamino-4-(4'-amino-fenilamino)-5-hidroxi-antraquinon-2',6-disulfónico (sal potásica) en 200 cc de agua. El pH se mantiene en 5,5 mediante goteado de solución de sosa. A continuación se ajusta el pH a 6,0 y la temperatura se deja subir lentamente a 20 - 25°. Terminada la condensación se sala el colorante de fórmula



con 80 g de cloruro sódico, se separa por succión, se lava con solución al 20 % de cloruro sódico y se amasa con 10 cc de una solución al 5 % de tampón del pH 6. Después de secar a 60° se obtiene un colorante que tiñe el algodón, desde flota larga según el procedimiento de teñido del ejemplo 1, en tonalidades verdes, tirando a amarillo, claras ó con el que según el procedimiento del ejemplo 88 se obtienen iguales estampaciones.

Colorantes similares se obtienen si los componentes

azóicos (columna II) indicados en la tabla VI se condensan con fluoruro cianúrico y a continuación se sigue reaccionando con los componentes antraquinónicos de la columna III.

T A B L A VI

5	Ejemplo No	II	III	Tonalidad
10	102	1-(2',5'-dicloro-4'-sulfo-fenilazo)-3-metil-4-(5"-amino-2"-sulfofenilazo)-5-pirazolona	ácido 1-isopropil-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-5-hidroxi-antraquinon-2',6-disulfónico	verde tirando a amarillo
15	103	ácido 3-(4'-amino-2'-acetilamino-fenilazo)-naftalin-1,5-disulfónico	" "	verde tirando fuertemente a amarillo
20	104	1-(4'-sulfofenil)-3-carboxi-4-(5"-amino-2"-sulfofenilazo)-5-pirazolina	ácido 1-isopropil-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2',6-disulfónico	verde tirando a amarillo
25	105	1-(4'-sulfofenil)-3-metil-4-(5"-amino-2"-sulfofenilazo)-5-pirazolona	ácido 1-isopropil-amino-4-(4'-metil-amino-fenilamino)-antraquinon-2',6-disulfónico	"
30	106	ácido 2-(4'-amino-2'-metil-fenilazo)-benceno-1,4-disulfónico	ácido 1-isopropil-amino-4-(4'-metil-amino-fenilamino)-antraquinon-5-sulfónico	"
35	107	ácido 2-(4'-amino-2'-ureido-fenilazo)-benceno-1,4-disulfónico	ácido 1-isopropil-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-5-hidroxi-antraquinon-2',6-disulfónico	"
40	108	" "	ácido 1-isopropil-amino-4-(4'-metil-aminometil-fenilamino)-5-hidroxi-antraquinon-2',6-disulfónico	"

T A B L A VI (continuación)

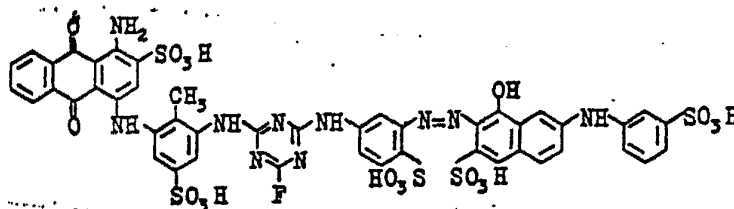
Ejemplo Nº	II	III	Tonalidad	
5	109	1-(2',5'-dicloro-4'-sulfo-fenilazo)-3-metil-4-(5''-amino-2''-sulfofenilazo)-5-pirazolona	ácido 1-metilamino-4-(4'-aminofenil-amino)-antraquinon-2',6-disulfónico	verde tirando a amarillo
10	110	ácido 3-(4'-amino-2'-acetilamino-fenilazo)-naftalin-1,5-disulfónico	ácido 1-isopropil-amino-4-(4'-metilaminometil-fenil-amino)-5-hidroxi-antraquinon-2',6-disulfónico	"
15	111	ácido 2-(4'-amino-2'-metil-fenilazo)-benceno-1,4-disulfónico	ácido 1-isopropil-amino-4-(4'-aminociclohexilamino)-5-hidroxi-antraquinon-6-sulfónico	"
20	112	1-(4'-sulfofenil)-3-carboxi-4-(4''-amino-2''-sulfo-fenilazo)-5-pirazolona	ácido 1-(2-butilamino)-4-(4'-amino-fenilamino)-5-hidroxi-antraquinon-2',6-disulfónico	"
25	113	1-(4'-sulfofenil)-3-carboxi-4-(5''-amino-2''-sulfo-fenilazo)-5-pirazolona	ácido 1-(1-butilamino)-4-(4'-amino-fenilamino)-5-hidroxi-antraquinon-2',6-disulfónico	"

Ejemplo 114

30 12,0 g de la sal trisódica del ácido 2-(5'-amino-2'-sulfofenilazo)-1-hidroxi-7-(3''-sulfofenilamino)-naftalin-3-sulfónico se disuelven a un pH de 6 en 360 cc de agua. Después de enfriar la solución a 0 - 5° se ajusta el pH a 5,0 y a continuación se gotean en el transcurso de 10 minutos 1,8 cc de fluoruro cianúrico. Durante el goteado del componente reactivo se mantiene el pH entre 4,2 y 4,5

35

con solución 1-n de sosa. Se sigue agitando a un pH de 4,5 aún durante unos 30 minutos. La solución marrón oscura obtenida de 9,0 g del ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metil-fenilamino)-antraquinon-2,5'-disulfónico y el pH de la mezcla se mantienen entre 5,8 y 6,0 con solución 1-n de carbonato sódico. Terminada la condensación entre el colorante difluortriazinilazóico y el componente antraquinónico se calienta la solución negro intenso a 20°, el colorante obtenido se sala con aproximadamente un 10 % de cloruro sódico, se separa por succión y se le lava con solución al 10 % de cloruro sódico. El colorante, que corresponde a la fórmula



se seca a 40° en vacío. Con éste colorante se obtiene desde flota larga a 40° sobre algodón, según la cantidad de colorante agregada, unos teñidos grises hasta negros con buenas solidez a la luz y al mojado, inclusive solidez al cloro.

Condensando los componentes azóicos mencionados en la tabla VII, columna II con fluoruro cianúrico y continuando la reacción con los componentes antraquinónicos de la columna III, se obtienen colorantes que tiñen el algodón en las tonalidades indicadas.

T A B L A VII

Ejemplo No	II	III	Tonalidad
5	115 ácido 2-(5'-amino-sulfo-fenilazo)-1-hidroxi-7-(3''-sulfo-fenilamino)-naftalin-3-sulfónico	ácido 1-amino-4-(3'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,4'-disulfónico	negro-gris
10	116 ácido 2-(4'-amino-2'-sulfo-fenilazo)-1-hidroxi-7-(3''-sulfo-fenilamino)-naftalin-3-sulfónico	" "	negro-corinto
15	117 " "	ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metil-fenilamino)-antraquinon-2,5'-disulfónico	gris
20	118 ácido 2-(5'-amino-2'-sulfo-fenilazo)-1-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico	ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metil-fenilamino)-antraquinon-2,5'-disulfónico	corinto
25	119 ácido 2-(5'-amino-2'-sulfo-fenilazo)-1-hidroxi-naftalin-3,6,8-trisulfónico	" "	"
30	120 ácido 1-(5'-amino-2'-sulfo-fenilazo)-2-hidroxi-naftalin-3,6-disulfónico	" "	"
35	121 ácido 1-(2',5'-disulfofenilazo)-4-(4''-amino-5''-metoxi-2''-metil-fenilazo)-naftalin-6-sulfónico	ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metil-fenilamino)-antraquinon-2,5'-disulfónico	marrón
40	122 ácido 1-(5'-amino-2'-sulfofenilazo)-2-amino-8-hidroxi-naftalin-6-sulfónico	ácido 1-amino-4-(3'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,4'-disulfónico	corinto
	123 ácido 1-(5'-amino-2'-sulfofenilazo)-2-fenilamino-8-hidroxi-naftalin-6-sulfónico	" "	corinto

T A B L A VII (continuación)

Ejemplo Nº	II	III	Tonalidad
5 124	ácido 2-(5'-amino-2'-sulfofenilazo)-1-hidroxi-7-(3''-sulfofenil)-naftalin-3-sulfónico	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	gris tirando a verde
10 125	ácido 2-(4'-amino-2'-sulfofenilazo)-1-hidroxi-7-(3''-sulfofenil)-naftalin-3-sulfónico	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,3'-disulfónico	gris tirando a rojo

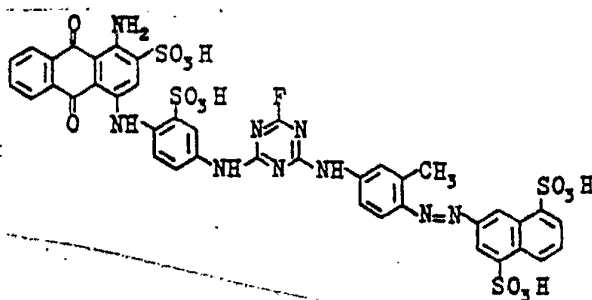
Ejemplo 126

15
9,3 g de ácido 3-(4'-amino-2'-metil-fenilazo)-naftalin-1,5-disulfónico se disuelven en 300 cc de agua a un pH de 7. Después de enfriar a 0 - 5° se gotean 2,1 cc de fluoruro cianúrico en el transcurso de 10 minutos y en la solución se mantiene con solución 1-n de sosa un pH de 4,5 - 5,0. Después de otros 20 minutos

20
ha terminado la reacción. La solución amarilla obtenida del colorante difluortriazinilazóico se agrega entonces lentamente a una solución neutralizada de 9,8 g de ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico en 200 cc de agua en el transcurso de 15 minutos a 0 - 5° y el pH se mantiene en la mezcla de condensación

25
entre 6,3 y 6,5 con solución de sosa 1-n. Cuando la reacción ha terminado después de unas 4 horas se calienta la mezcla a 20°, el colorante precipitado se separa por succión, se le lava con 750 cc de solución al 5 % de cloruro sódico y se seca a 40° en vacío.

Este corresponde a la fórmula



y tiñe el algodón desde flota larga según el procedimiento de teñido del ejemplo 1 en tonalidades verdes algo tirando a amarillo. Los teñidos muestran buenas solidez a la luz y al mojado.

5

Reaccionando en forma análoga los componentes azóicos de la tabla VIII, columna II, con fluoruro cianúrico y condensando a continuación con los componentes antraquinónicos de la columna III, se obtienen colorantes similares que tiñen el algodón de flota larga en tonalidades verdes.

10

T A B L A VIII

Ejemplo No	II	III	Tonalidad
127	ácido 3-(4'-amino-2'-acetilamino-fenilazo)-naftalin-1,5-disulfónico	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	verde tirando a amarillo
128	" "	ácido 1-amino-4-(4'-metilamino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	"
129	" "	ácido 1-amino-4-(5'-amino-4'-metilfenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	"

15

20

T A B L A VIII (continuación)

Ejemplo No	II	III	Tonalidad
5	130 ácido 3-(4'-amino-2'-acetilamino-fenilazo)-naftalin-1,5-disulfónico	ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metil-fenil-amino)-antraquinon-2,5'-disulfónico	verde tirando a amarillo
10	131 " "	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,2',6'-trisulfónico	"
15	132 ácido 3-(4'-amino-2'-ureido-fenilazo)-naftalin-1,5-disulfónico	ácido 1-amino-4-(4'-metilamino-fenil-amino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	verde tirando a oliva
	133 " "	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	"
20	134 " "	ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metil-fenil-amino)-antraquinon-2,5'-disulfónico	"
25	135 ácido 3-(4'-amino-2'-metilfenilazo)-naftalin-1,5-disulfónico	" "	verde
30	136 " "	ácido 1-amino-4-(4'-metilamino-fenil-amino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	"
35	137 ácido 7-(4'-amino-2'-metilfenilazo)-naftalin-1,3,6-trisulfónico	ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metil-fenil-amino)-antraquinon-2,5'-disulfónico	"
	138 ácido 7-(4'-amino-2'-metilfenilazo)-naftalin-1,3-disulfónico	" "	"
40	139 " "	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	"

T A B L A VIII (continuación)

Ejemplo Nº	II	III	Tonalidad	
5	140	ácido 7-(4'-amino-2'-metilfenilazo)-naftalin-1,3-disulfónico	ácido 1-amino-4-(4'-metilamino-fenil-amino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	verde
10	141	ácido 7-(4'-amino-2'-metilfenilazo)-naftalin-1,3,6-trisulfónico	ácido 1-amino-4-(4'-metilamino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	"
15	142	" "	ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metilfenil-amino)-antraquinon-2-sulfónico	"
	143	" "	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	"
20	144	" "	ácido 1-amino-4-(3'-amino-fenilamino)-antraquinon-2-sulfónico	"
25	145	ácido 7-(4'-amino-2'-acetilamino-fenilazo)-naftalin-1,3-disulfónico	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	verde tirando a amarillo
30	146	" "	ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metil-fenil-amino)-antraquinon-2,5'-disulfónico	"
35	147	ácido 7-(4'-amino-2'-ureido-fenilazo)-naftalin-1,3-disulfónico	" "	verde tirando a oliva
	148	" "	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	"
40	149	ácido 7-(4'-amino-2'-acetilamino-fenilazo)-naftalin-1,3,6-trisulfónico	ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metil-fenil-amino)-antraquinon-2,5'-disulfónico	verde tirando a amarillo

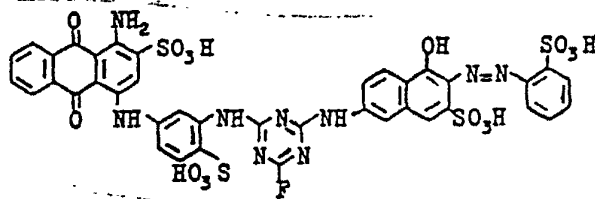
T A B L A VIII (continuación)

Ejemplo No	II	III	Tonalidad	
5	150	ácido 7-(4'-amino-2'-acetilamino-fenilazo)-naftalin-1,3,6-trisulfónico	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	verde tirando a amarillo
10	151	" "	ácido 1-amino-4-(4'-metilamino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	"
15	152	" "	ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metil-fenilamino)-antraquinon-2-sulfónico	"
20	153	" "	ácido 1-amino-4-(3'-amino-fenilamino)-antraquinon-2-sulfónico	"
25	154	" "	ácido 1-amino-4-(4'-amino-2'-carboxi-fenilamino)-antraquinon-2-sulfónico	"
30	155	ácido 7-(4'-amino-2'-ureido-fenilazo)-naftalin-1,3,6-trisulfónico	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	"
35	156	" "	ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metil-fenilamino)-2,5'-disulfónico	verde tirando a oliva
	157	" "	ácido 1-amino-4-(4'-metilamino-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	"
	158	" "	ácido 1-amino-4-(5'-amino-4'-metil-fenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico	"

Ejemplo 159

9,8 g de ácido 1-amino-4-(3'-amino-fenilamino)-
 5 antraquinon-2,4'-disulfónico se disuelven en 150 cc de agua. La so-
 lución se ajusta a un pH de 5, se enfría a 0 - 5° y lentamente se
 gotean entonces 1,9 cc de fluoruro cianúrico. El pH se mantiene con
 solución de sosa en 4,5 y bajo éstas condiciones se sigue agitando
 aún durante 15 minutos. 4,8 g de ácido 6-amino-1-naftol-3-sulfónico
 10 se disuelven a un pH de 6 en 50 cc de agua. La solución se gotea
 al componente antraquinónico, se mantiene en la mezcla un pH de 6,0
 mediante solución de sosa y la temperatura se deja subir lentamente
 a 20°.

Terminada la condensación se enfría la mezcla de reac-
 ción a 0 - 5° y se agrega entonces una solución de sal diazónica que
 15 se obtuvo por diazotación de 3,5 g de ácido 2-aminobenceno-sulfónico.
 Para la copulación se mantiene el pH en 6,5 - 7 y terminada la adi-
 ción de la sal diazónica se deja subir la temperatura lentamente a
 20°. Después de terminar la copulación se sala el colorante con
 50 g de cloruro sódico, se separa por succión, se lava con solución
 20 al 10 % de cloruro sódico y el producto se amasa con 10 cc de una
 solución de tampón al 5 % hasta tener un pH de 6. Después de secar
 a 60° se obtiene un producto que corresponde a la fórmula



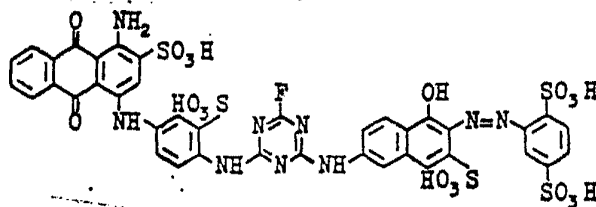
25 y que tiñe el algodón según el procedimiento de teñido del ejemplo 1
 en tonalidades oliva tirando a marrón.

Ejemplo 160

14,7 g de ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-
 5 antraquinon-2,3'-disulfónico se disuelven por neutralización en 300 cc
 de agua. Después de enfriar la solución a 0 - 5° y ajustar el pH
 a 4,5 se gotean en el transcurso de 10 minutos 2,7 cc de fluoruro
 cianúrico y el pH de la solución se mantiene entre 4,2 y 4,5 me-
 diante solución 2-n de sosa. Pocos minutos después del goteado ha
 10 terminado la reacción. A continuación se agrega una solución ajus-
 tada a un pH de 6 de 7,2 g de ácido 6-amino-1-naftol-3-sulfónico
 en 100 cc de agua al componente antraquinónico y para la condensación
 se mantiene el pH con solución de sosa entre 5,8 y 6,2, y la tempe-
 ratura entre 0 - 5°.

Terminada la condensación se le agrega a la solución
 15 de colorante azul, tirando a verde una solución de sal diazónica
 que se ha obtenido por diazotación de 7,6 g de ácido 2-aminobenzó-
 1,4-disulfónico en 100 cc de agua y 20 cc de ácido clorhídrico con-
 centrado con 2,1 g de nitrito sódico a 0 - 5°.

El pH de la mezcla se mantiene entre 5 y 6 y se sigue
 20 agitando hasta terminar la copulación. De la solución marrón se
 sala el colorante a 20° con un 20 % de cloruro sódico. El precipitado
 se separa por succión, se lava con solución al 20 % de cloruro sódico
 y el producto de fórmula



25 se seca a 40° en vacío. El colorante tiñe, según el procedimiento de

teñido del ejemplo 1 el algodón, desde flota larga en tonalidades oliva tirando a marrón. Los teñidos muestran muy buenas solidez a la luz y al mojado.

5 En forma análoga se pueden obtener ulteriores colorantes, si los componentes antraquinónicos mencionados en la tabla IX, columna II, se condensan con fluoruro cianúrico y a continuación con el componente de copulación de la columna III y finalmente se copulan con ellos las sales diazónicas de las aminas de la columna IV.

10 T A B L A IX

Ejemplo Nº	Componente antraquinónico	Componente copulación	Componente diazónico	Tonalidad
15 161	ácido 1-amino-4-(3'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,4'-disulfónico	ácido 6-amino-1-naftol-3-sulfónico	ácido 2-amino-5-metoxibencenosulfónico	corinto
20 162	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,3'-disulfónico	"	"	"
25 163	"	"	ácido 4-aminobenceno-1,3-disulfónico	oliva tirando a marrón
30 164	"	"	ácido 7-aminonaf-talen-1,3,6-trisulfónico	marrón
35 165	"	"	ácido 3-aminonaf-talen-1,5-disulfónico	marrón tirando a rojo

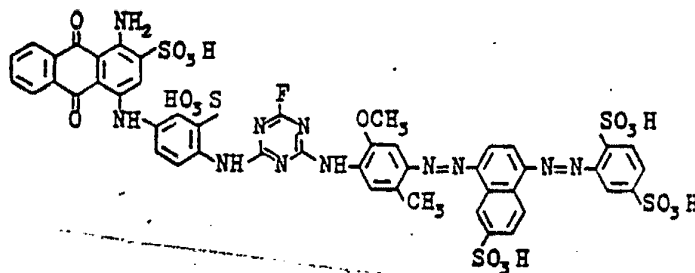
T A B L A IX (continuación)

Ejemplo Nº	Componente antraquinó- nico	Componente copulación	Componente diazóico	Tonalidad	
5 10 15	166	ácido 1-amino- 4-(4'-amino- fenilamino)- antraquinon- 2,3'-disul- fónico	ácido 7- amino-1- naftol-3- sulfónico	ácido 2- aminoben- ceno-1,4- disulfó- nico	gris
	167	"	"	ácido 4- aminoben- ceno-1,3- disulfó- nico	gris
	168	"	"	ácido 2- aminoben- ceno-sul- fónico	corinto

20 Ejemplo 169

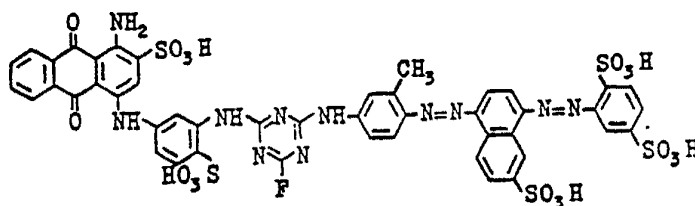
9,8 g de ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,3'-disulfónico se condensan en la forma descrita en el ejemplo 2 en 200 cc de agua con 2,0 cc de fluoruro cianúrico a un pH de 4,2 - 4,7 y 0 - 5°. A la solución del colorante difluortriazinilanthaquinónico se agrega una solución ajustada a un pH de 7 de 12,7 g de ácido 4-(4'-amino-5'-metoxi-2'-metil-fenilazo)-1-(2'',5''-disulfofenilazo)-naftalin-6-sulfónico en 250 cc de agua y a 0 - 5° se mantiene el pH en la mezcla de reacción en 6,0. Después de seguir agitando durante unas 3 horas bajo éstas condiciones ha terminado la condensación. El colorante se sala con 20 % de cloruro sódico de la solución marrón, el precipitado se separa por succión y se lava con solución al 20 % de cloruro sódico. Después de secar se obtiene

un producto que, según el procedimiento de teñido del ejemplo 1, tiñe el algodón en tonalidades marrones con buenas solideces y que corresponde a la fórmula



5 Ejemplo 170

9,8 g de ácido 1-amino-4-(3'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,4'-disulfónico se condensan en 200 cc de agua a 0 - 5° y a un pH de 4,2 - 4,7 con 1,9 cc de fluoruro cianúrico. Terminada la
 10 reacción se gotea una solución neutralizada de 12,3 g de ácido 1-(4'-amino-2'-metil-fenilazo)-4-(2'',5''-disulfo-fenilazo)-naftalen-6-sulfónico en 150 cc de agua. Aquí se mantiene la mezcla de reacción con solución de sosa al 20 % en un pH de 6,0. Bajo éstas condiciones se deja subir la temperatura lentamente a 20°. Terminada
 15 la condensación se sala el colorante de fórmula



con 125 g de cloruro sódico, el precipitado se separa por succión, la torta de filtrado se lava con solución al 25 % de cloruro sódico y después de agregar 5 cc de una solución de tampón al 10 %, que tiene un pH de 6, se seca a 60°.

5 El colorante tiñe según el procedimiento del ejemplo 1 el algodón de flota larga, ó según las indicaciones del ejemplo 88 por estampación, en tonalidades marrones neutras.

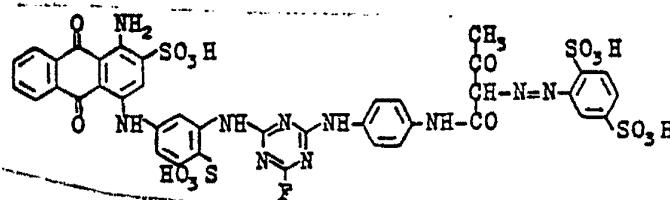
10 Ulteriores colorantes se obtienen por condensación de los componentes antraquinónicos indicados en la tabla X con fluoruro cianúrico y los componentes diazóticos allí mencionados.

T A B L A X

Ejemplo Nº	Componente antraquinó- nico	Componente diazótico	Tonalidad
15	171 ácido 1-amino-4-(3'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,4'-disulfónico	ácido 1-(4'-amino-5'-metoxi-2'-metil-fenilazo)-4-(2'',4''-disulfo-fenilazo)-naftalen-6-sulfónico	marrón
20	172 " "	ácido 2-(5'-amino-2'-sulfo-fenilazo)-7-(2''-sulfofenilazo)-8-amino-1-naftol-3,6-disulfónico	azul oscuro
25	173 ácido 1-amino-4-(3'-amino-2'-metil-fenil-amino)-antraquinon-2,5'-disulfónico	ácido 1-(4'-amino-2'-sulfofenilazo)-4-5''-sulfo-4''-(4'''-metil-fenilamino)-1''-naftilazo/7-naftalen-6-sulfónico	azul oscuro
30	174 ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,3'-disulfónico	" "	azul oscuro
35			

Ejemplo 175

9,8 g de ácido 1-amino-4-(3'-amino-fenilamino)-
 5 antraquinon-2,4'-disulfónico se condensan en 200 cc de agua a 0 -
 5° y a un pH de 4,2 - 4,7 con 1,9 cc de fluoruro cianúrico lenta-
 mente goteado. Terminada la primera etapa de condensación se gotea
 una solución neutralizada de 9,5 g de (4''-amino-anilida) de ácido
 2-(2',5'-disulfofenilazo)-acetoacético en 150 cc de agua y el pH
 10 en la mezcla de reacción se mantiene en 6,0. Se deja subir la tem-
 peratura lentamente a 20° manteniendo el pH en 6. Cuando después de
 agitar durante varias horas haya terminado la reacción se sala el
 colorante de fórmula



15 con 120 g de cloruro sódico, se separa por succión, la torta de
 filtrado se lava con solución al 25 % de cloruro sódico y se seca
 a 40° en vacío.

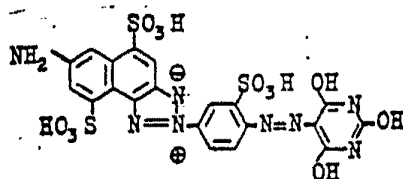
El colorante dá según el procedimiento de estampa-
 ción del ejemplo 88 unos estampados verde-azules con buenas solide-
 ces.

20

Ejemplo 176

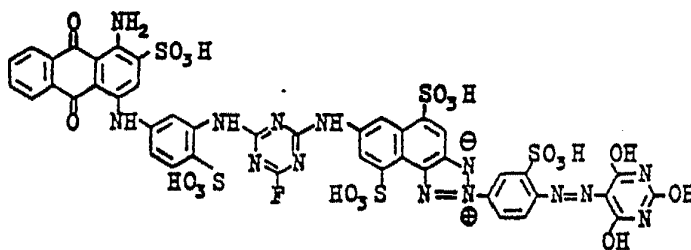
9,8 g de ácido 1-amino-4-(3'-amino-fenilamino)-
 25 antraquinon-2,4'-disulfónico se disuelven en 150 cc de agua y a 0 -
 5° se hace reaccionar por goteado de 1,9 cc de fluoruro cianúrico

manteniéndose el pH con solución al 20 % de sosa en 4,5. Después de agitar brevemente se gotea una solución neutralizada de 31,4 g de un colorante azóico de la siguiente constitución



5 en 200 cc de agua. Durante el goteado se mantiene el pH en la mezcla de reacción con solución de sosa entre 6,0 y 6,5 y a continuación se deja subir la temperatura a 20° continuando manteniendo el pH en los límites indicados. Después de terminar la reacción se sala el colorante con 50 g de cloruro sódico. El producto, que correspon-

10 de a la fórmula



se separa por succión, se lava con solución al 15 % de cloruro sódico y después de agregar 5 cc de solución tampón al 10 % del pH 6,0, se seca a 60°. El colorante obtenido tiñe el algodón, desde

15 flota larga según el procedimiento de teñido del ejemplo 1 en fuertes tonalidades verdes tirando a amarillo.

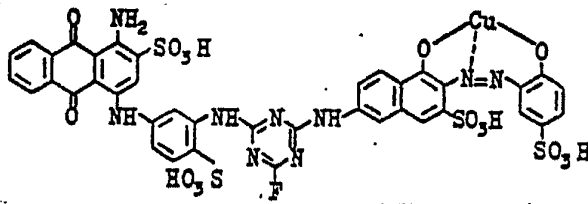
Ulteriores colorantes se obtienen en forma análoga los componentes antraquinónicos y azóicos mencionados en la tabla XI se enlazan entre sí a través de fluoruro cianúrico.

T A B L A X I

Ejemplo Nº	Componente antraquinó- nico	Componente azóico	Tonalidad	
5	177	ácido 1-amino-4-(3'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,4'-disulfónico	5-(5'-amino-2'-sulfo-fenilazo)-1,4-dimetil-6-hidroxi-3-sulfo-metil-2-piridona	verde tiran- do a amari- llo
10	178	"	5-(5'-amino-2-sulfo-fenilazo)-2,4,6-tri-hidroxi-pirimidina	"
15	179	ácido 1-amino-4-(4'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,3'-di-sulfónico	3-(4'-amino-2'-sulfo-fenilazo)-2,4-diamino-5-ciano-6-(3"-sulfo-fenil)-piridina	verde
20	180	"	(4"-amino-3",5"-di-sulfoanilida) de áci- do 2-(5'-amino-2'-sulfo-fenilazo)-aceto- acético	verde tiran- do a amari- llo

Ejemplo 181

9,8 g de ácido 1-amino-4-(3'-amino-fenilamino)-antraquinon-2,4'-disulfónico se disuelven en 200 cc de agua y a 0 - 5° y un pH de 4,5 se condensa con 1,9 cc de fluoruro cianúrico goteado. Después de breve agitación ulterior se gotea una solución neutra de 9,8 g del complejo de cobre del ácido 6-amino-2-(2'-hidroxi-5'-sulfo-fenilazo)-1-naftol-3-sulfónico en 150 cc de agua y la mezcla de reacción se ajusta con solución de sosa al 20 % a un pH de 6,0. Se deja subir la temperatura a 20° continuando el mantenimiento del pH en 6. Cuando la reacción, después de varias horas haya terminado se sala el colorante de fórmula



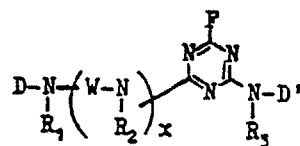
con 60 g de cloruro sódico, el precipitado se separa por succión, la torta de filtrado se lava con solución al 15 % de cloruro sódico y el producto se seca a 40° en vacío. El colorante tiñe el algodón desde flota larga en fuertes tonalidades violetas y dá, en la estampación según el procedimiento del ejemplo 88 asimismo estampaciones violetas.

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

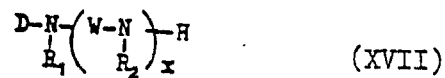
1. Procedimiento para la obtención de colorantes antraquinónicos azóicos reactivos de fórmula

5



donde D significa antraquinonilo, en caso dado sustituido, W representa un miembro puente, $\text{R}_1 - \text{R}_3$ significan H, $\text{C}_1 - \text{C}_4$ -alquilo, en caso dado sustituido, x representa 0 ó 1 y D' significa el resto de un colorante azóico, caracterizado porque compuestos de fórmula

10



y de fórmula



se hacen reaccionar en secuencia arbitraria con fluoruro cianúrico.

15

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

Esta Memoria consta de 61 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

4 ABR 1978

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

J. M. GÓMEZ ACEBO Y POMBO

p. p. Firmado: Alejandro Calle López