

25



P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

222005

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES TINA",
a favor de CIBA Soci t  Anonyme, de nacionalidad suiza, do-
miciliada en BASILEA, (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invenci n se refiere a un procedimiento
para la preparaci n de colorantes tina.

- Es conocido el preparar colorantes tina por tratamien-
to con medios alcalinos condensadores, por ejemplo en una
5. fusi n alcalina de 6,Bz-1-di-(alfa-antraquinonilamino)-ben-
zantronas, de cuyos colorantes en general se admite que pre-
sentan un anillo hexagonal que contiene nitr geno (v ase la
memoria de patente alemana N  517.442), adem s, por la memo-
ria de patente alemana N  743.592, asimismo es conocido, el
10. someter los colorantes as  obtenidos, a un tratamiento con

222005

25 M



una mezcla de cloruro de aluminio anhidro y cloruro de tío-
nilo, eventualmente con adición de sales que rebajan el pun-
to de fusión.

- Ahora bien, se ha encontrado que se puede preparar
5. valiosos colorantes tina, si se trata las materias obtenidas por condensación alcalina a base de 6,Bz-1-di-(alfa-antraquinonilamino)-benzantronas, con cloruro de aluminio, con adición de ácido clorosulfónico.

- Los productos a utilizar como materias de partida
10. para el presente procedimiento pueden estar ulteriormente substituídos y presentar, por ejemplo los substituyentes mencionados en las patentes antes citadas. No obstante, se emplea ventajosamente como materia de partida el producto obtenible por condensación alcalina de 6,Bz-1-di-(alfa-antraquinonilamino)-benzantrona, no ulteriormente substituída.
- 15.

- Para llevar a cabo el presente procedimiento pueden utilizarse mezclas de cloruro de aluminio y de ácido cloro-
sulfónico que presentan sensiblemente más de una parte de cloruro de aluminio por parte de ácido clorosulfónico, por
20. ejemplo aproximadamente 3 a 20 partes de cloruro de aluminio. En algunos casos se obtiene resultados ventajosos con mezclas que contienen a lo menos 4 a 5 partes y no esencialmente más que 10 partes de cloruro de aluminio anhidro por parte de ácido clorosulfónico. A estas mezclas se puede adicio-
25. nar, además, de modo conocido, materias que rebajan el punto de fusión, como cloruro sódico, fluoruro sódico y sales similares. En algunos casos es conveniente preparar la fusión de cloruro de aluminio a temperatura relativamente alta hasta que se haya formado una mezcla homogénea, enfriando se-
30. guidamente a la temperatura reaccional deseada, antes de adi-



25

222005

cionar el clorosulfónico y el producto de condensación antes mencionado.

5. Para llevar a cabo la reacción puede utilizarse ventajosamente temperaturas situadas cerca de 100° , a cuyo efecto el límite inferior de la temperatura está dado por el hecho de que algunas fusiones apenas ya no resultan agitables a temperaturas de sensiblemente menos que 90° . Al parecer no existe un límite superior crítico de la temperatura. En cambio a temperaturas situadas esencialmente por encima de 140° , en algunos casos se obtiene colorantes de calidad inferior.

10. Los productos obtenidos representan valiosos colorantes tina que pueden ser utilizados del modo usual para teñir y estampar los materiales más diversos, particularmente para la tintura y estampación de fibras celulósicas, como algodón, seda artificial, y lana celulósica a base de celulosa regenerada. Los tintes obtenidos presentan, en muchos casos, una buena solidez al cloro, y se obtiene particularmente también valiosos tonos de color aceituna de buena pureza y homogeneidad. Respecto a estas propiedades se distinguen ventajosamente de los colorantes según la memoria de patente alemana N^o 743.592, antes citada.

15. En los ejemplos siguientes, en tanto que no se indica otra cosa, las partes significan partes en peso, los tantos por ciento porcentajes en peso, y las temperaturas están indicadas en grados Celsius.

E J E M P L O 1.

20. Una mezcla de 400 partes de cloruro de aluminio anhidro, 65 partes de cloruro sódico, 4 partes de fluoruro sódico, es calentada a 200° , durante el tiempo necesario para que se forme una masa fundida homogénea. Se deja enfriar la
- 25.
- 30.



222005^{25 M}

misma a 98°, y se adiciona 50 partes de ácido clorosulfónico en el transcurso de 40 minutos y, seguidamente, dentro de 20 minutos 50 partes del colorante preparado según el ejemplo 1 de la memoria de patente alemana N° 517.442. Después de terminada la incorporación, la mezcla es agitada durante una hora a 98-103°, seguidamente vertida sobre hielo, acidificada al congo mediante ácido clorhídrico, filtrada y secada. El colorante es un polvo verde negruzco y tiñe el algodón en puros tonos de color aceituna de eminentes solideces.

5.

10.

EJEMPLO 2.

Una mezcla de 100 partes de cloruro de aluminio anhidro, 16 partes de cloruro sódico, 20 partes de ácido clorosulfónico, es calentada a 120° hasta que se haya formado una masa fundida, bien agitable. Seguidamente se deja bajar la temperatura de la fusión a 90° y se introduce, a 90-92°, 10 partes del colorante preparado según el ejemplo 1 de la memoria de patente alemana N° 517.442. Seguidamente, la mezcla es agitada durante una hora a 90-92°, y terminada de elaborar como en el ejemplo 1. El colorante es muy semejante al del ejemplo 1.

15.

20.

Se obtiene colorantes de color aceituna ulteriores, muy similares, a temperaturas de hasta 130° y con empleo de cantidades diferentes de ácido clorosulfónico.

EJEMPLO 3.

1.5 partes del colorante obtenido según el ejemplo 1 son entinadas con 6 partes en volumen de lejía de sosa de 36° Bé y 3 partes de hidrosulfito sódico en 100 partes de agua a 40-50°. A un baño tintóreo que contiene 6 partes en volumen de lejía de sosa de 36° Bé y 3 partes de hidrosulfito sódico en 2000 partes de agua, se adiciona la cuba madre

25.

30.



25

222005

anterior y se introduce a 40° 100 partes de algodón. Al cabo de 15 minutos se adiciona 20 partes de cloruro sódico y se tiñe a 40-50° durante una hora. Seguidamente el algodón es exprimido, oxidado y terminado de elaborar del modo usual.

5. Ha quedado teñido en sólidos tonos de color aceituna.

El presente colorante puede teñirse con muy buen resultado, asimismo, según el conocido procedimiento tintóreo de cuba intensamente alcalina, sin adición de cloruro sódico, a aproximadamente 60°.

10. La invención en su esencialidad, puede ser desarrollada en otras formas de realización, que difieran en detalle de las indicadas a título de ejemplo, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, llevarse a la práctica con los medios y aparatos más adecuados por quedar todo ello comprendido en el espíritu de las

15. reivindicaciones.

= . =

N O T A

Descrito el objeto de la invención, se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad suiza nº 6180 del 26 de Mayo de 1954.

20. 1. Procedimiento para la preparación de colorantes tina, por tratamiento de las materias obtenidas partiendo de 6,Bz-1-di-(alfa-antraquinonilamino)-benzantronas, por condensación alcalina con cloruro de aluminio, c a r a c t e - r i z a d o porque el tratamiento con cloruro de aluminio es llevado a cabo con adición de ácido clorosulfónico.

25.

222005



2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se lleva a cabo el tratamiento con cloruro de aluminio a temperaturas de cerca de 100° C.

5. 3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque la materia de partida es el producto obtenible por condensación alcalina a base de 6,Bz-1-di-(alfa-antraquinonilamino)-benzantrona no ulteriormente substituída.

10. 4. Procedimiento para la preparación de colorante tina.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de seis hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 25 de Mayo de 1955.

CIBA Sociéte Anonyme

p.a.

JAIME ISERN MIRALLES

P. P.

