



229665

229665

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

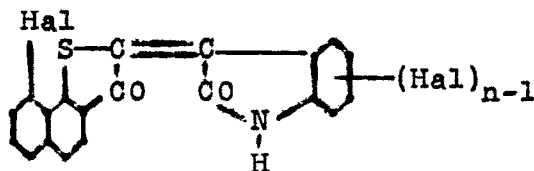
por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES INDIGOI-
DES", a favor de CIBA SOCIETE ANONYME, de nacionalidad suiza,
domiciliada en BASILEA, (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento
para la preparación de colorantes indigoides.

Se ha encontrado que se obtiene valiosos colorantes
indigoides que corresponden a la fórmula



5. en la cual significan
Hal halógeno, y



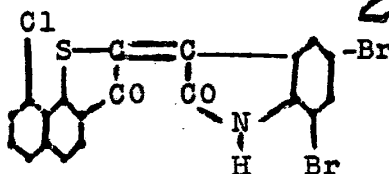
- 6

n un número que vale de 1 a 3, **229665**
si se condensa un 8-halógeno-1,2-naftoxitiofeno con isatina
o, preferentemente, con sus derivados halogenados en el nú-
cleo bencénico.

5. Una materia de partida particularmente apropiada para el presente procedimiento es el 8-cloro-1,2-naftoxitiofeno. Este puede ser obtenido según procedimiento conocido por cierre de anillo mediante cloruro de aluminio en el cloruro de ácido 8-cloro-1-naftil-tioglicólico.
10. Como segundo componente entran en consideración, además de la isatina no substituída, ante todo los derivados de la isatina halogenados en el núcleo bencénico, particularmente los mono- y dibromoisatinas.
15. Se muestra particularmente valioso el colorante que es obtenido si se condensa el 8-cloro-1,2-naftoxitiofeno con 5,7-dibromoisatina.
20. La condensación puede ser causada de modo conocido, reuniendo los componentes en un disolvente indiferente, como benceno, o en un benceno clorado, particularmente monoclorobenceno, por ejemplo a temperatura ligeramente aumentada.
25. Se muestra como particularmente conveniente el llevar a cabo el cierre de anillo del cloruro de ácido 8-cloro-1-naftil-tioglicólico para formar el 8-cloro-1,2-naftoxitiofeno y su subsiguiente condensación con la isatina, en el mismo medio reaccional, por tanto, sin aislamiento del producto intermedio.
- Los colorantes obtenidos, pero particularmente el colorante de fórmula



229665⁻⁶



pueden utilizarse de modo conocido para el teñido de los materiales más diversos, como lana, seda, fibras superpoliamídicas, seda artificial al acetato, pero particularmente de fibras a base de celulosa natural y regenerada. No obstante, resultan particularmente apropiados para la estampación según los procedimientos usuales, por ejemplo también en mezcla con otros colorantes tina. Con ellos se obtiene estampaciones de tonos pardos opacos que se distinguen por buena solidez a luz y frote.

5. Los colorantes también pueden ser transformados, de modo conocido, en leucoesterderivados, particularmente en derivados del leucoéster sulfúrico, y ser utilizados según los métodos usuales en esta clase de colorantes para el teñido y la estampación.

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

E J E M P L O 1.

20. 253 partes de ácido 8-cloro-1-naftil-tioglicólico, 1800 partes de clorobenceno, y 98 partes de tricloruro de fósforo, son calentadas a 95° y mantenidas durante unas horas a esta temperatura. Después del enfriamiento a 45° se incorpora 140 partes de cloruro de aluminio, a cuyo efecto se forma por cierre de anillo el 8-cloro-1,2-naftoxitiofeno. A esta masa reaccional se añade una suspensión de 305 partes de 5,7-

25.



229665

-dibromo-isatina en 500 partes de clorobenceno y se calienta a 95°. Al cabo de breve tiempo se forma un colorante pardo oscuro. Para aislarlo se destila con vapor de agua el clorobenceno. El producto remanente es filtrado, purificado con lejía de sosa diluída, y secado. El colorante forma un polvo violetapardusco que se disuelve en ácido sulfúrico concentrado, dando un color rojo vinoso, y tinte al algodón de tina amarilla, dando tonos pardonegruzcos.

5.

E J E M P L O 2.

10.

Si en el ejemplo 1 se substituye la 5,7-dibromoisatina por 216 partes de 5,7-dicloroisatina, entonces se obtiene un colorante de similares propiedades.

E J E M P L O 3.

15.

Si en el ejemplo 1 se substituye la 5,7-dibromoisatina por 226 partes de 5-bromoisatina, entonces se obtiene igualmente un colorante de similares propiedades.

E J E M P L O 4.

20.

Si en el ejemplo 1 se substituye la 5,7-dibromoisatina por 147 partes de isatina, entonces se forma un polvo pardo que se disuelve en ácido sulfúrico concentrado dando un color violetarrojizo y que tinte al algodón de tina amarilla en tonos pardos.

E J E M P L O 5.

25.

30 partes del colorante obtenido según el ejemplo 1, son bien humectadas con 20 partes de alcohol y 120 partes de agua, siendo seguidamente mezcladas con 700 partes de espesativo de potasa, 30 partes de lejía de sosa de 36° Bé, 20 partes de hidrosulfito sódico, calentando a 50-60°. Después del enfriamiento se adiciona aún 80 partes de formaldehido sulfóxilato sódico y se muele en el molino de colorantes en húmedo.

30.



229665⁶

- Después de la estampación y el secado se vaporiza durante 8 horas en el Matherplatt exento de aire, se enjuaga en agua fría, seguidamente se reoxida a 40°, se enjuaga con 3 partes/litro de perborato y 2 partes de ácido acético al 40%, y se enjabona durante 10 minutos a 80-90°. Finalmente se enjuaga bien otra vez.
- 5.

Preparación del espesativo de potasa:

70 partes de almidón de trigo son bien amasadas con una mezcla de

10. 100 partes de agua,
100 partes de glicerina, seguidamente mezcladas con
170 partes de tragacanto 60 : 1000,
140 partes de British Gum. El conjunto es hervido durante 1/2 hora y enfriado bajo agitación. Seguidamente se añade
15. 170 partes de potasa disueltas en
250 partes de agua, otra vez brevemente hervido y enfriado.
1000 partes = 1 kg.

20. 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, porcentajes, temperaturas, y aparatos más adecuados, por quedar todo ello comprendido en el espíritu de las reivindicaciones.



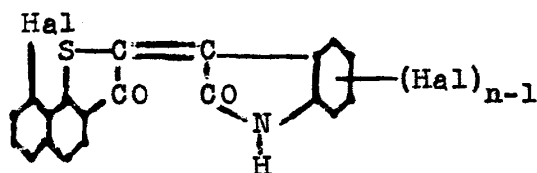
- 6 J 15

229665

NOTA

Descrito el objeto de la invención, se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad suiza número 21846 del 7 de Julio de 1955.

5. 1. Procedimiento para la preparación de colorantes indigoides de fórmula general



en la cual significan

Hal halógeno, y

n un número que vale de 1 a 3,

10. c a r a c t e r i z a d o porque se condensa un 8-halógeno-1,2-naftoxitiofeno con isatina o, preferentemente, con sus derivados halogenados en el núcleo bencénico.

15. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se utiliza como materias de partida, por una parte 8-cloro-1,2-naftoxi-tiofeno y, por la otra una dibromoisatina.

3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque una de las materias de partida es la 5,7-dibromoisatina.

20. 4. Procedimiento para la preparación de colorantes indigoides.

Según se describe y reivindica en la presente memoria



- 6 J

229665

que consta de siete hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 6 de Julio de 1956.

CIBA SOCIETE ANONYME

p.a.

JAIME ISERN MIRALLES
P. P.

tr:jpt
o/mp.