

229.905



P A T E N T E **229905**
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN COLORANTE TINA",
a favor de CIBA SOCIÉTÉ ANONYME, de nacionalidad suiza, domi-
ciliada en BASILEA, (Suiza).

= . =

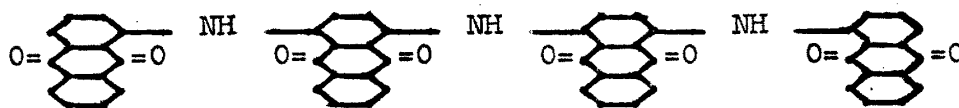
MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento
para la preparación de un colorante tina.

5. Por la patente española N^o 197.955 se ha llegado a
conocer un procedimiento para la preparación de colorantes
tina, según el cual se somete a la reacción de carbazoliza-
ción con cloruro de aluminio bajo adición de una base tercia-
ria exenta de grupos hidroxilo, preferentemente de una base
piridínica, a la tetrantrimida lineal, de fórmula .



229905



El colorante gris que tira a rojo, obtenible según este procedimiento, se distingue por muy buena solidez a luz y lavado, si bien presenta la desventaja de que no es sólido al clorito.

Ahora bien, se ha encontrado que se llega a un colorante

5. te gris, hasta gris que tira a color aceituna, sólido al clorito, si se utiliza en la carbazolización de la tetrantrimida lineal, por cada parte de tetrantrimida a lo menos dos partes, pero preferentemente 4 a 6 partes de cloruro de aluminio y la cantidad correspondiente de base terciaria, y si la duración de
10. la carbazolización es de a lo menos 3, pero preferentemente de 5 a 8 horas, y si la temperatura de carbazolización queda situada entre 130 y 150°.

El compuesto que sirve en el presente procedimiento como materia de partida, de la fórmula anterior, puede ser

15. preparado a base de 1 mol de 4,4'-diamino-1,1'-diantrimida técnica y 2 moles de 1-cloroantraquinona, o de una 4-halogeno-1,1'-diantrimida y 4-amino-1,1'-diantrimida, o bien de una 1-halogeno-antraquinona y 4-amino-1,1'-4',1''-triantrimida, por transposición en un disolvente de elevado punto de ebullición,
20. como nitrobenzeno, bajo adición de medios fijadores de ácidos y cantidades catalíticas de sales de cobre o de polvo de cobre.

Como ejemplo de una base terciaria, apropiada para el presente procedimiento, ha de mencionarse la trietilamina.

25. Pero son particularmente apropiadas las bases cíclicas, como quinolina, o acridina, ante todo bases piridínicas, como la propia piridina y sus homólogos más próximos, por ejemplo me-



229905

tilpiridinas como alfa-picolina, o mezclas de bases piridínicas, como la mezcla de alfa,gamma-picolina técnica.

5. La proporción entre cloruro de aluminio y base terciaria debe ser elegida de modo que a aproximadamente 100° se origine una masa fundida bien agitable. Al utilizar bases piridínicas se muestra como conveniente una proporción de cloruro de aluminio a base terciaria, de 1:1.6 - 1:2.

10. Como temperatura de carbazolización entre 130 y 150° se elige convenientemente una que esté situada a unos 140° que no difiere por ejemplo más que unos cuantos grados de ella.

15. En los ejemplos siguientes, donde no se mencione 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. 25 partes de cloruro de aluminio son incorporadas a 10-100° en 50 partes de piridina anhidra, bajo agitación. A 100-110° se adiciona entonces 5 partes de 1,1'-4',1"-4",1"-tetrantrimida. La temperatura es aumentada dentro de 45 minutos a 139-141°. Se agita durante 6 horas a 140° y se vierte la mezcla reaccional en 1000 partes de agua fría. La mezcla reaccional es destilada con vapor de agua y se filtra el colorante por aspiración, lavándolo y secándolo. Forma un polvo oscuro que se disuelve en ácido sulfúrico concentrado, dando color negro pardusco y que tiñe algodón de tina parda en sólidos tonos grises que tiran a color aceituna.

E J E M P L O 2.

30. 40 partes de cloruro de aluminio son incorporadas a 10-100° en 80 partes de piridina anhidra, bajo agitación. A 100-110° se adiciona entonces 20 partes de 1,1'-4',1"-4",1"-



229905

-tetrانtrimida. La temperatura es aumentada dentro de 45 minutos a 139-141°. Se agita durante 8 horas a 140° y se vierte la mezcla reaccional en 1000 partes de agua fría. La mezcla reaccional es destilada al vapor de agua y el colorante es filtrado por aspiración, lavado, y secado. Forma un polvo oscuro que se disuelve en ácido sulfúrico concentrado, dando color negro pardusco y que tinte al algodón de tina parda en tonos grises sólidos.

5.

E J E M P L O 3.

10.

40 partes de cloruro de aluminio son incorporadas bajo agitación a 10-100° en 75 partes de piridina anhidra. A 100-110° se adiciona entonces 10 partes de 1,1'-4',1''-4'',1'''-tetrانtrimida. La temperatura es aumentada dentro de 45 minutos a 139-141°. Se agita durante 4 horas a 140° y se vierte la

15.

mezcla reaccional en 100 partes de agua fría. La mezcla reaccional es destilada por vapor de agua y el colorante es filtrado por aspiración, lavado y secado. Forma un polvo oscuro que se disuelve en ácido sulfúrico concentrado, dando un color negro pardusco y que tinte al algodón de tina parda en tonos grises sólidos.

20.

mezcla reaccional en 100 partes de agua fría. La mezcla reaccional es destilada por vapor de agua y el colorante es filtrado por aspiración, lavado y secado. Forma un polvo oscuro que se disuelve en ácido sulfúrico concentrado, dando un color negro pardusco y que tinte al algodón de tina parda en tonos grises sólidos.

E J E M P L O 4.

25.

50 partes de cloruro de aluminio son incorporadas a 20-100° bajo agitación en 80 partes de una mezcla técnica de alfa- y gamma-picolina que contiene algo de dimetilpiridina. Se calienta a 100° y entonces se añade 10 partes de 1,1'-4',1''-4'',1'''-tetrانtrimida. La temperatura es aumentada dentro de 45 minutos a 140°. Se agita durante 4 horas a 140° y se vierte la mezcla reaccional en 2000 partes de hielo. Se adiciona 300 partes de solución de hidróxido sódico al 30% y se filtra el colorante por aspiración, lavándolo luego a neu-

30.

Se calienta a 100° y entonces se añade 10 partes de 1,1'-4',1''-4'',1'''-tetrانtrimida. La temperatura es aumentada dentro de 45 minutos a 140°. Se agita durante 4 horas a 140° y se vierte la mezcla reaccional en 2000 partes de hielo. Se adiciona 300 partes de solución de hidróxido sódico al 30% y se filtra el colorante por aspiración, lavándolo luego a neu-



229905

tralidad y secándolo. Forma un polvo oscuro que se disuelve en ácido sulfúrico concentrado, dando color negro pardusco y que tiñe al algodón de tina parda en tonos grises sólidos.

E J E M P L O 5.

5. 1.5 partes del colorante obtenido según ejemplo ,
son convertidas en colorante tina con 6 partes en volumen de solución de hidróxido sódico al 30% 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 solución de hidróxido sódico al 30% y 3 partes de hidrosulfito sódico en 200 partes de agua, se adiciona la tina madre anterior y se introduce a 40°, 100 partes de algodón. Al cabo de 15 minutos se añade 20 partes de cloruro sódico y se tiñe a 40-50° durante una hora. Seguidamente el algodón es exprimido, oxidado y terminado de modo usual. Ha quedado teñido en sólidos tonos grises.

10. La invención, en su esencialidad, puede ser llevado a la práctica 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 cabo con los medios, tiempos, temperaturas y proporciones más convenientes, en los aparatos más adecuados, por quedar todo ello comprendido en el espíritu de las reivindicaciones.

- - -

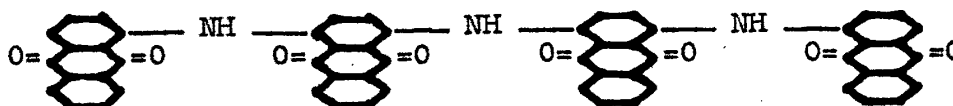


NOTA

229905

Descrito el objeto de la invención se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad suiza número 22154 del 14 de Julio de 1955.

5. 1. Procedimiento para la preparación de un colorante tina por carbazolización de la tetrantrimida lineal de fórmula



10. con cloruro de aluminio, bajo adición de una base terciaria exenta de grupos hidroxilo, caracterizado porque se utiliza en la reacción de carbazolización por cada parte de tetrantrimida, a lo menos 2 partes de cloruro de aluminio y la cantidad correspondiente de base terciaria, y porque la duración de la carbazolización es de a lo menos 3 horas, estando situada la temperatura de carbazolización entre 130 y 150°.
15. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el empleo de una base piridínica.
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque la duración de la carbazolización es de 5 a 8 horas.
20. 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la proporción de tetrantrimida : cloruro de aluminio, queda situada entre 1:2 y 1:6.

229905



5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la proporción de cloruro de aluminio a la base piridínica está situada entre 1:1.6 y 1:2.

5. 6. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el empleo de piridina.

7. Procedimiento para la preparación de un colorante tina.

10. Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 7 hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Barcelona, para Madrid, a 13 de Julio de 1956.

CIBA SOCIETE ANONYME.

p.a.

JAIME ISERN MIRALLES
R. P.

tr:jpt
o/mp.