

AÑO 1958

Expediente núm.

240965



REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INVENCIÓN

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE INVENCIÓN** por 20 años, en España

a favor de

CIBA SOCIETE ANONYME, de nacionalidad

suiza domiciliado en **BASILEA (Suiza)**

calle de - - - - - núm. - -

por:

« **PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE NUEVOS COLORANTES DE LA SERIE DE LAS IMIDAS DE ÁCIDO PERIDICARBOXÍLICO** »

Nº 6769

Agente Sr. **JAIMÉ ISERN MIRALLES**



P A T E N T E
D E
I N V E N C I Ó N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE NUEVOS COLORANTES DE LA SERIE DE LAS IMIDAS DE ÁCIDO PERIDICARBOXÍLICO", a favor de la firma suiza CIBA SOCIÉTÉ ANONYME, residente en BASILEA (Suiza).

- / -

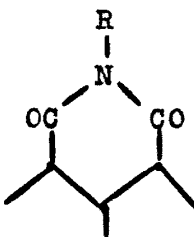
MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente solicitud se refiere a nuevos colorantes de la serie de las imidas de ácido peridicarboxílico que contienen, aparte de a lo menos un grupo ácido hidrodisolvente, como mínimo un radical que presenta a lo menos un átomo de halógeno lábil.

5.

Por colorantes de imida del ácido peridicarboxílico se entiende compuestos que contienen la agrupación de fórmula

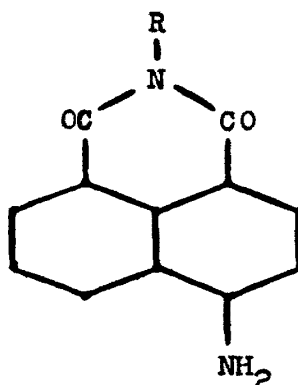
(I)





en la que R significa un átomo de hidrógeno, un radical alquilo o arilo. Los representantes más sencillos de esta clase de colorantes constituyen las imidas de ácido 4-naftálico amarillas, de fórmula

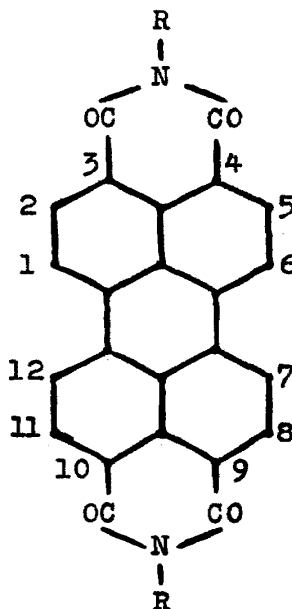
(II)



5.

que tienen importancia, en ausencia de grupos ácidos hidrosolventes, como colorantes de la lana. Las imidas de ácido perilentetracarboxílico de fórmula

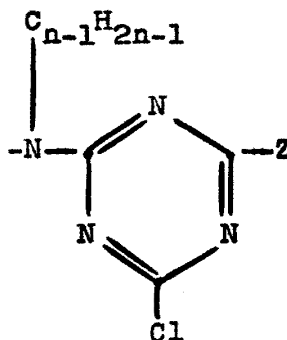
(III)



por otra parte, son valiosos colorantes tina rojos hasta violetas.



De interés particular son los colorantes que contienen el grupo de formula



en la que significan

5. n un número entero por valor de a lo sumo 5, y
- Z un átomo de cloro, un grupo oxi, un grupo alcoxi, un grupo amino que puede estar substituído por grupos alquilo, oxialquilo, por ejemplo grupos oxietilo, o un radical arilo incoloro o de color, particularmente uno que contiene grupos hidrodisolventes.
10. Como ejemplo de un radical arilo incoloro se cita el radical benceno y como ejemplo de un radical arilo de color un radical de la arilaminoantraquinona.
15. Se llega a los nuevos colorantes, transponiendo colorantes imídicos de ácido peridicarboxílico que contienen a lo menos un grupo amino acilable, con compuestos que contienen como mínimo dos átomos de halógeno lábiles, y substituyendo eventualmente, en los compuestos así obtenidos, átomos de halógeno lábiles por otros substituyentes, a cuyo efecto se selecciona las materias de partida de tal manera que a lo menos
20. un componente presenta un grupo ácido hidrodisolvente, y a cuyo efecto, no obstante, la materia final aún tiene que conte-

240965



ner a lo menos un átomo de halógeno lábil.

5. Como compuestos que contienen a lo menos dos átomos de halógeno lábiles, entran en consideración principalmente heteroanillos de 6 eslabones con un mínimo de dos átomos de nitrógeno, por ejemplo dicloro-1,3-diazinas, pero particularmente la tricloro-1,3,5-triazina, llamada cloruro de cianuro. En lugar de cloruro de cianuro se puede utilizar, asimismo, productos de condensación primarios del mismo que presenten dos átomos de cloro y, en vez del tercer átomo de cloro, un grupo NH_2 o un radical orgánico, por ejemplo el radical de una amina.
10. También se puede partir, para la preparación de los colorantes que contienen un átomo de cloro sustituible único, de un colorante que presenta dos de tales átomos de cloro, substituyendo en tales colorantes de diclorotriazina uno de ambos átomos de cloro por transposición con amoníaco, agua, o con un amino- u oxicompuento alifático o aromático.
- 15.

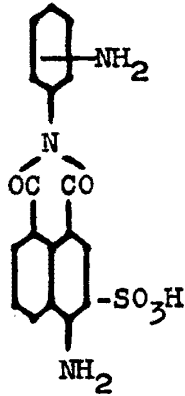
20. Los compuestos a utilizar como materias de partida deben presentar a lo menos un grupo amino acilable y contienen, preferentemente, un grupo ácido hidrodisolvente, por ejemplo un grupo de ácido carboxílico, o de ácido sulfónico. En tanto que no presenten un grupo hidrodisolvente, éste debe estar presente en el segundo componente de reacción.

25. Como ejemplo de imidas de ácido peridicarboxílico apropiadas para el presente procedimiento, se menciona las imidas del ácido 4-aminonaftalina-1,8-dicarboxílico-3-sulfónico obtenidas por condensación del ácido 4-nitro-naftálico con aminas primarias, particularmente con aquéllas de la serie bencénica, por reducción del grupo nitro y por sulfación, por ejemplo el compuesto de fórmula



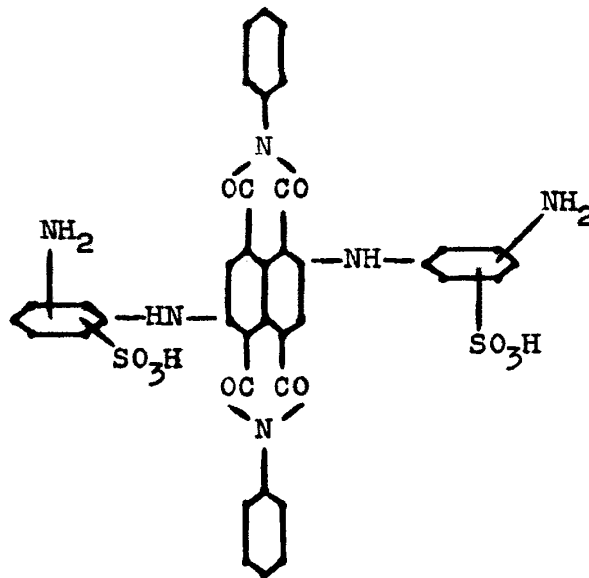
240965

(IV)



o las diimidas del ácido naftalin-1,4,5,8-tetracarboxílico, como por ejemplo el compuesto de fórmula

(V)



- De las imidas de ácido perilentetracarboxílico se cita, particularmente aquéllas de fórmula (III) en la que R significa un radical de ácido aminobencensulfónico. Tales compuestos pueden ser obtenidos, convenientemente mediante el ácido perilentetracarboxílico, por ejemplo con 2 moles de ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico. En el esqueleto de perileno también pueden estar presentes substituyentes, por ejemplo grupos oxi o alcoxi, particularmente sendos grupos metoxi en posición
- 5.
- 10.



6 y 7.

5. La transposición de las imidas del ácido peridicarboxílico con los compuestos que contienen a lo menos dos átomos de halógeno lábiles, tiene lugar, preferentemente, en solución acuosa a temperaturas relativamente bajas, por ejemplo a 0-70°C en presencia de un fijador de ácidos, por ejemplo de un carbonato alcalino, si bien se debe dosificar éste de modo que el pH de la solución no rebase 7. A un pH más alto existe el riesgo de que todos los átomos de halógeno lábiles sean substituídos.

10.

15. Con los colorantes obtenibles con arreglo al procedimiento pueden ser teñidos o estampados géneros polihidroxilados, particularmente celulósicos y, precisamente tanto fibras sintéticas, por ejemplo a base de alcohol polivinílico, celulosa regenerada o viscosa, como asimismo materiales naturales, por ejemplo lino o, ante todo, el algodón. Convenientemente se utiliza, al efecto, soluciones acuosas de los colorantes que entran en cuenta. Con tales soluciones que pueden contener, convenientemente, sales más o menos neutras, ante todo inorgánicas, como cloruros alcalinos o sulfatos, eventualmente asimismo fijadores de ácidos, preferentemente inorgánicos como carbonatos de metal alcalino, fosfatos de metal alcalino, boratos o perboratos de metal alcalino, o bien sus mezclas, particularmente mezclas tampón de tales medios, el género a teñir es teñido según la invención preferentemente en frío, o a temperatura sólo moderadamente aumentada, pero si no están presentes álcalis, también en caliente, por ejemplo a 60-80°. Los colorantes indicados, que contienen grupos lábiles reaccionan durante el proceso tintóreo con el material polihidroxilado a teñir, después de lo cual se fijan probablemente por combina-

20.

25.

30.

60 1965



5. sión química. La adición de fijadores de ácidos que presentan reacción más alcalina que el carbonato sódico, al baño tintóreo, pueda tener lugar ya al principio del proceso tintóreo; pero convenientemente estos medios alcalinos son adicionados de tal manera que el pH del baño tintóreo, que al principio presenta reacción debilmente ácida hasta neutra, o débilmente alcalina, vaya ascendiendo paulatinamente durante todo el proceso tintóreo.

10. Una forma de realización particularmente conveniente del presente procedimiento consiste en impregnar el género a teñir, no como en el procedimiento de tinte directa, en un baño tintóreo a una proporción de baño de 1 lo menos 1:3, y usualmente incluye de más que 1:10, con solamente una parte de la solución de colorante necesaria para el logro del matiz deseado (de modo que el colorante disuelto en el baño tintóreo está eventualmente en equilibrio con el colorante que se encuentra en el sustrato a teñir) y en teñir en esta parte de baño de modo que el colorante o bien se desarrolla en la fibra o bien es fijado de algún modo por el baño tintóreo en la fibra, paulatinamente, sino en impregnar con la totalidad de la solución de colorante necesaria para el logro del tono de color deseado, o en estampar con una tinta de estampación que contiene el colorante, y así fijar el colorante aplicado al género a teñir.

15. La fijación de los colorantes en el género impregnado de este modo con la solución de colorante es llevada a cabo después de la impregnación. Para esta finalidad los materiales impregnados pueden ser sometidos, eventualmente después de previo secado y, si la solución de impregnación no contenía fijadores de ácidos, por ejemplo a un tratamiento con soluciones alcalinas acuosas, y, con una solución de hidróxido alcalino

20.



240965

- que contiene sal, en caliente o en frío, siendo calentados con vapor de agua o, por ejemplo, en una corriente de aire caliente, durante un tiempo breve. Con el empleo de baños de impregnación prácticamente neutros y exentos de materias que ceden álcali, en caso deseado, el género puede ser dejado, antes de la fijación, en reposo durante un tiempo prolongado, lo cual, según la instalación del equipo de aparatos existente, puede significar una ventaja. En vez de efectuar la fijación recurriendo a un baño alcalino separado, se puede adicionar a la solución de impregnación ya desde el principio, álcali o un medio que cede álcali, como bicarbonato sódico, vaporizando los materiales impregnados directamente y sometiéndolos a un tratamiento térmico sin secado intermedio y sin tratamiento intermedio con álcali.
5. En vez de preparar las soluciones utilizadas para la impregnación recogiendo en agua los colorantes indicados y, eventualmente, sales más o menos neutras, inorgánicas, simultánea o individual y sucesivamente, los colorantes y las sales pueden ser elaborados asimismo en preparaciones pastosas o, preferentemente, secas. A las preparaciones utilizables para la preparación de la solución de impregnación, además de las sales, o en su lugar, pueden ser adicionados no-electrólitos, como urea, eventualmente también sales tampón, o medios aptos para ceder álcali, por ejemplo al calentar.
10. En vez de hacerlo por impregnación, los colorantes reseñados pueden ser aplicados, según el presente procedimiento, por estampación a los materiales a teñir. Para esta finalidad se utiliza por ejemplo una tinta de estampación que contiene, aparte de los medios auxiliares usuales en la estampación, por ejemplo mojanter y **espesantes**, a lo menos uno de los colo-
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



24 0965

rantes indicados y, eventualmente, un fijador de ácidos, o una sustancia que puede ceder un tal medio.

5. Como medios auxiliares para la preparación de las pastas de estampacion entran en cuenta, por ejemplo, urea y espesantes como alcoxicelulosa, por ejemplo metilcelulosa, algodón, alginatos, etc.

10. Como fijadores de ácidos y como sustancias que pueden ceder tales medios han de mencionarse, ante todo, sales alcalinas, como cianuro potásico, carbonato potásico, carbonato o bicarbonato sódico, fosfato di- y trisódico, o bien mezclas de fosfato mono-, di- y trisódico, además hidróxidos alcalinos o alcalinotérreos, particularmente hidróxido sódico. Con el empleo de tintas de estampación que no contienen tales medios, el género estampado es sometido a un tratamiento alcalino, preferentemente con una solución de carbonato alcalino intensamente salina o, ventajosamente, con una solución de hidróxido alcalino o alcalinotérreo que contiene sal, siendo expuesto posteriormente a la acción de calor, eventualmente en presencia de vapor de agua. Si en la tinta de estampacion ya está contenido un fijador de ácidos o una sustancia que puede volverse más alcalina por ejemplo al calentar, entonces no es necesario el tratamiento alcalino del género estampado antes del calentamiento, o bien del vaporizado.

25. Según el presente procedimiento las más de las veces se obtiene sobre materias polihidroxiladas, particularmente sobre las celulósicas, incluso con el empleo de colorantes de la definición indicada que no presentan afinidad o ninguna afinidad pronunciada para el algodón, coloraciones y estampaciones muy valiosas, intensas, las más de las veces muy saturadas, de excelentes propiedades de solidez a la humedad y muy buena solidez

30.



240965

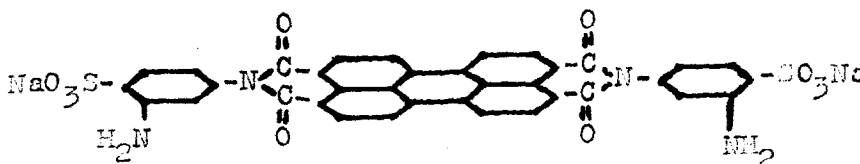
a la luz.

En ciertos casos puede ser ventajoso, someter las coloraciones y estampaciones obtenibles con arreglo al presente procedimiento a un tratamiento posterior. Así las coloraciones obtenidas por ejemplo son enjabonadas convenientemente; mediante este tratamiento posterior son eliminadas las cantidades de colorante no totalmente fijadas. En caso de que los colorantes utilizados para la producción de las coloraciones y estampaciones según el presente procedimiento presenten grupos metalizables, pueden ser sometidos a un tratamiento posterior con medios que ceden metal pesado, particularmente cobre.

En los siguientes ejemplos, en tanto que no se indique otra cosa, las partes significan partes en peso, los porcentajes tantos por ciento en peso, y las temperaturas están indicadas en grados Celsius. Los colorantes, por regla general, son indicados como ácidos libres, pero son utilizados como sales alcalinas.

EJEMPLO 1.

3.9 partes del producto de dicondensación a base de ácido perilen-3,4,9,10-tetracarboxílico y ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico son disueltas en caliente como sal disódica de fórmula

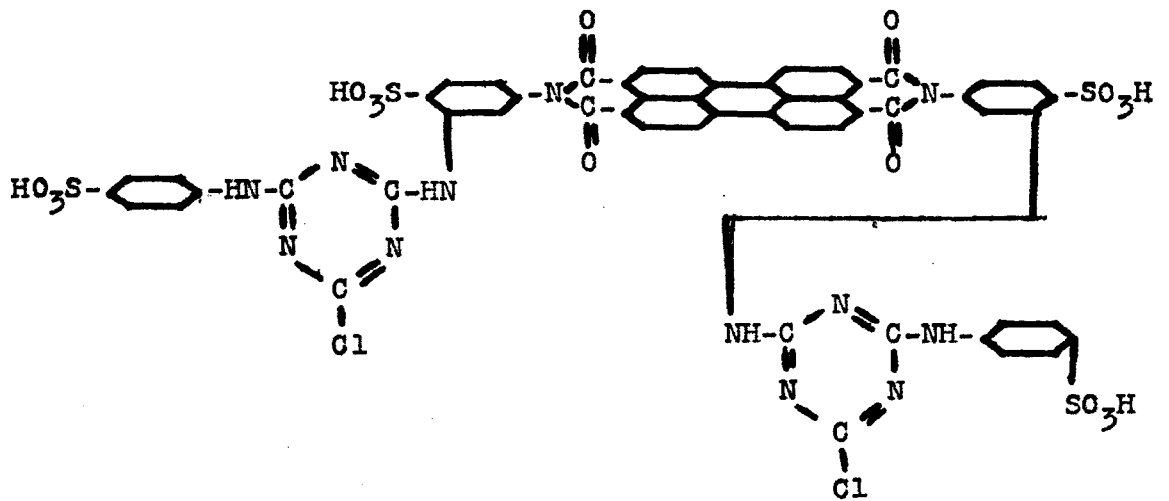


en 200 partes de agua, adicionando después del enfriamiento a 60° la dispersión de 3,4 partes de ácido 2,4-dicloro-6-fenil-amino-1,3,5-triazin-4'-sulfónico como sal sódica en 20 partes



240965

- de agua. Entonces se calienta a 60-65° bajo agitación y continuo control del pH, neutralizando el ácido clorhídrico que va quedando libre, por adición paulatina de en total 5,5 partes en volumen de solución 2-n de carbonato sódico, de tal manera que el pH de la solución puede ser mantenido entre 5,0 y 7,0.
5. De la solución roja, el nuevo colorante es segregado por adición de cloruro sódico, filtrado y secado a 70° al vacío. El colorante probablemente presenta la constitución siguiente:



10. y tiñe el algodón y la celulosa regenerada, según el método tintóreo siguiente, en tonos de un rojo que tira a azul de muy buena solidez al lavado.

- 2 partes de este colorante son disueltas con 80 partes de fosfato trisódico en 400 partes de agua y diluidas a 4000 partes. Después de la adición de 80 partes de cloruro sódico se introduce en este baño tintóreo 100 partes de un tejido de algodón, se aumenta la temperatura dentro de media hora a 60°, se adiciona otra vez 80 partes de cloruro sódico, se hace subir la temperatura dentro de un cuarto de hora a 80° y se mantiene durante media hora a esta temperatura. Entonces se enjuaga y enjabona la coloración amarilla obtenida, durante 15 minutos
- 15.
- 20.



240965

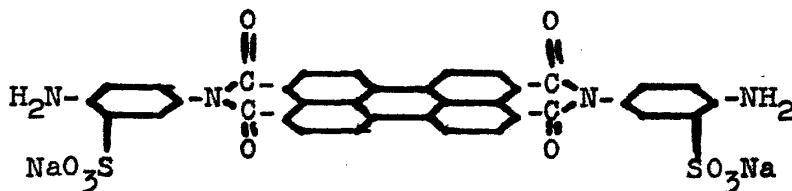
en una solución al 0,3%, hirviendo, de un producto de lavar exento de iones. Se obtiene una coloración roja que tira a azul muy sólida al lavado.

5. En lugar de fosfato trisódico también se puede utilizar en este ejemplo, con el mismo éxito, carbonato sódico.

10. El producto de dicondensación a base de ácido perilen-3,4,9,10-tetracarboxílico y ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico, utilizado para la preparación de este colorante, puede ser obtenido, por ejemplo, por calentamiento durante 20 horas de los materiales de partida finamente pulverizados en nitrobencono hirviendo, bajo adición de carbonato potásico. Pero el mismo es obtenido, asimismo, por calentamiento de ácido perilen-3,4,9,10-tetracarboxílico y la sal sódica del ácido 1,3-diaminobencen-4-sulfónico en medio acuoso, débilmente acético, si se calienta los componentes reaccionales en el autoclave, durante 15 horas a 190-200° en la proporción molar de 1:2,5.

E J E M P L O 2.

20. 39 partes del producto de dicondensación a base de ácido perilen-3,4,9,10-tetracarboxílico y ácido 1,4-diaminobencen-2-sulfónico son disueltas en caliente como sal disódica de fórmula



25. en 2000 partes de agua, y mezcladas bajo agitación, después del enfriamiento a 0°, con la solución clara de 18,5 partes de cloruro de cianuro en 80 partes de acetona. A una temperatura de 0 a 4° son adicionadas a gotas y paulatinamente, en total 100

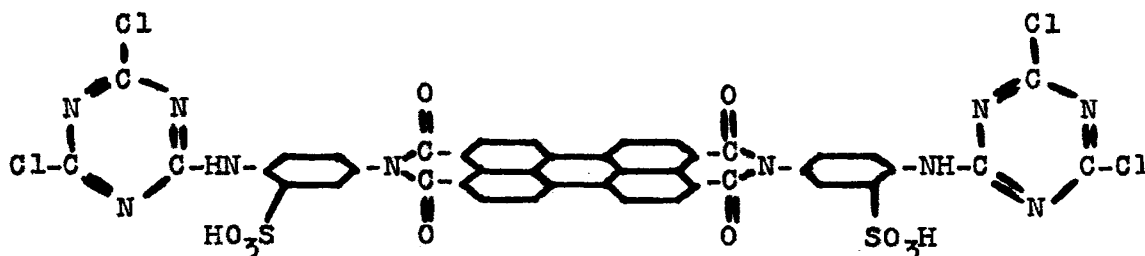


240965

partes en volumen de solución normal de hidróxido sódico de tal modo que el pH de la solución puede ser mantenido continuamente entre 5,0 a 7,0. De la solución de color rojo oscuro el nuevo colorante puede ser precipitado por adición de cloruro sódico.

5. Es filtrado y posteriormente lavado con una solución de 5 partes de fosfato disódico, 3 partes de fosfato monopotásico, así como 30 partes de cloruro sódico en 200 partes de agua, aspirado de modo bien definido y secado en vacío a 30-40°.

Este colorante, de fórmula probable



10. tinte el algodón y la celulosa regenerada, según el método tintórico indicado en el ejemplo 1, en tonos rojos que tiran a azul de muy buena solidez a lavado y al cloro.

Con el colorante se puede teñir, asimismo, según el método siguiente:

15. 2 partes del colorante son disueltas en frío en 2000 partes de agua. Entonces se agrega 100 partes de una solución al 10% de carbonato sódico y 250 partes de una solución al 20% de cloruro sódico. En el baño tintórico así obtenido, se introduce a 20-30° 100 partes de hilo de algodón bien humectado, adicionando al cabo de 30 minutos ulteriores 250 partes de una solución al 20% de cloruro sódico. Se tinte durante ulteriores 60 minutos a 25-35°. Entonces la coloración roja que tira a azul, obtenida, es enjuagada con agua fría, enjabonada a 80-100°, en-



240965

juagada a fondo con agua fría, y secada. Se obtiene una coloración roja que tira a azul, sólida a lavado y al cloro.

El producto de dicondensación, utilizado para la preparación de este colorante, a base de ácido perilen-3,4,9,10-

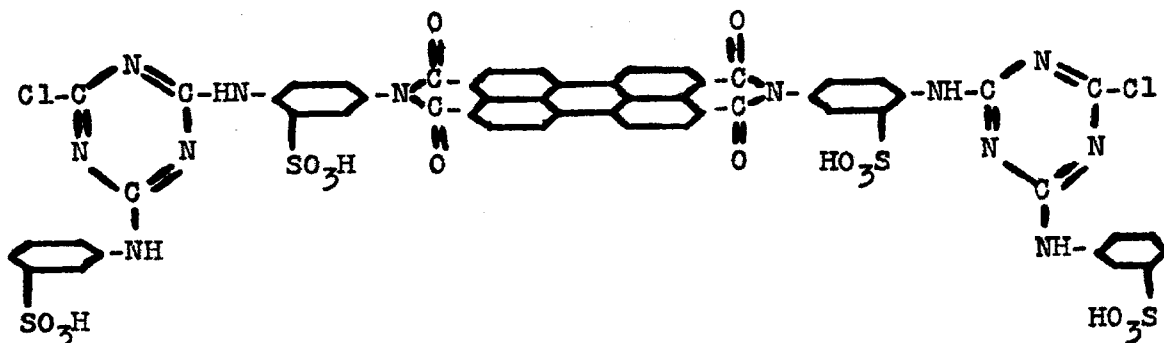
5. -tetracarboxílico y la sal sódica del ácido 1,4-diaminobencen-2-sulfónico, puede ser obtenido, por ejemplo en medio acuoso débilmente acético, si se calienta los componentes reaccionales durante 15 horas en el autoclave a 145-150° en la proporción molar de 1:2,5.

10. E J E M P L O 3.

- 39 partes del producto de dicondensación a base de ácido perilen-3,4,9,10-tetracarboxílico y ácido 1,4-diaminobencen-2-sulfónico son disueltas de modo neutro en caliente en 2000 partes de agua y, después del enfriamiento a 60°, mezcladas bajo agitación con 34,3 partes de la sal sódica del ácido 2,4-dicloro-6-fenilamino-1,3,5-triazin-3'-sulfónico. El ácido mineral que se disocia durante la condensación es neutralizado paulatina adición de 55 partes en volumen de solución 2-n de carbonato sódico de tal manera que el pH permanece, a una temperatura reaccional de 60 a 70°, continuamente entre 5,5 y 7,0. De la solución roja, el colorante es precipitado por adición de cloruro sódico, filtrado y secado en vacío a 70-80°.

Este colorante presenta probablemente la constitución siguiente:

24 0965



y tiñe el algodón, según el método siguiente, en tonos rojos de buena solidez a cloro, lavado y luz.

5. 1 parte del colorante es disuelta en 100 partes de agua. Con esta solución se impregna a 80° en el Foulard un tejido de algodón y se exprime el líquido en exceso de tal modo que el tejido retiene 75% de su peso en solución de colorante. El género así impregnado es secado, seguidamente impregnado a temperatura ambiente en una solución que contiene 10 gramos de hidróxido sódico y 300 gramos de cloruro sódico por litro, exprimido a
10. 75% de absorción de líquido y vaporizado durante 60 segundos a 100-101°. Entonces es enjuagado, tratado en solución al 0,5% de bicarbonato sódico, enjuagado, enjabonado durante un cuarto de hora en una solución al 0,3% de un producto de lavar exento de iones a temperatura de ebullición, enjuagado y secado. Resulta una coloración roja, fijada sólida a la ebullición.
- 15.

20. Si en este ejemplo, en la síntesis del colorante en lugar del ácido 2,4-dicloro-6-fenilamino-1,3,5-triazin-3'-sulfónico, se utiliza el ácido 2,4-dicloro-6-fenilamino-1,3,5-triazin-2'-sulfónico, o el ácido 2,4-dicloro-6-fenilamino-1,3,5-triazin-4'-sulfónico, o cantidades equimoleculares de producto de monocondensación del ácido 1-aminobencen-2,5-disulfónico y cloruro de cianuro, o del ácido 2-aminonaftalin-6-sulfónico y cloruro de cianuro, o del ácido 2-amino-4,8-disulfónico y cloruro

240965

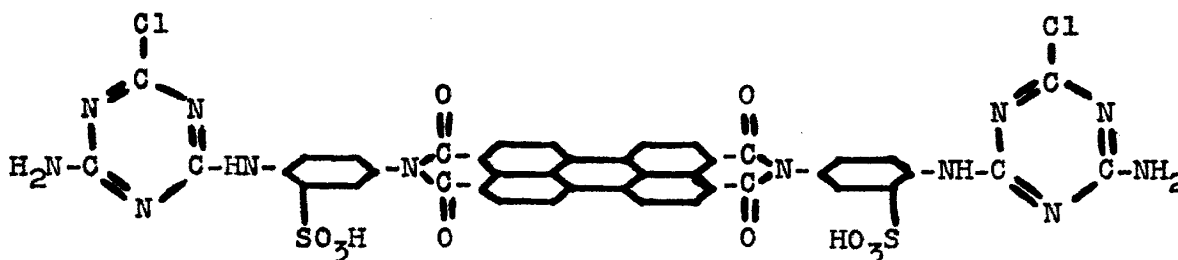


de cianuro, entonces son obtenidos colorantes con propiedades similares.

E J E M P L O 4.

5. 39 partes del producto de dicondensación a base de ácido perilen-3,4,9,10-tetracarboxílico y ácido 1,4-diaminobenceno-2-sulfónico son condensadas con 18,5 partes de cloruro de cianuro, tal como se describe en el ejemplo 2. Después de terminada la condensación se deja afluir lentamente 150 partes en volumen de una solución 2-n de hidróxido amónico, calentando ulteriormente bajo agitación durante 1 hora a 35°.

Por adición de cloruro sódico, el colorante de fórmula probable



es precipitado de su solución, aislado por filtración y secado en vacío a 70°.

15. El algodón y la celulosa regenerada son teñidos, según el método tintórico indicado en el ejemplo 3, en tonos rojos sólidos a cloro, lavado y luz.

20. Si en este ejemplo, en lugar de la solución 2-n de hidróxido amónico se utiliza 15 partes de una solución al 40% de monometilamina, o 100 partes en volumen de una solución normal de hidróxido sódico, o 15 partes de monoetanolamina, o 25 partes de dietanolamina, entonces se obtiene colorante con propiedades similares.



240965

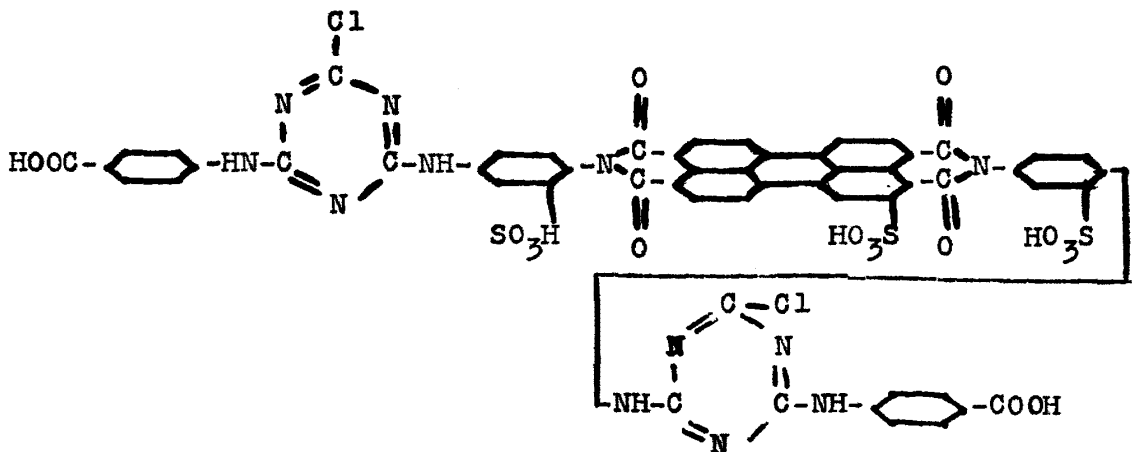
E J E M P L O 5.

5. A una solución de 1,9 partes de cloruro de cianuro en 10 partes de acetona son añadidas bajo agitación, 20 partes de hielo. La fina suspensión de cloruro de cianuro así formada, seguidamente es vertida en una solución enfriada a 0° de 1,4 partes de ácido 4-aminobenzoico en 40 partes de agua y 10 partes en volumen de solución normal de hidróxido sódico. Se agita a un pH de 6,0-7,0 hasta que ya no se puede comprobar la presencia de nada de ácido aminobenzoico.

10. Entonces se hace afluir a este producto de condensación a base de cantidades equimoleculares de cloruro de cianuro y ácido 4-aminobenzoico, la solución de 3,9 partes de producto de dicondensación del ácido perilen-3,4,9,10-tetracarboxílico y ácido 1,4-diaminobencen-2-sulfónico en 200 partes de agua. A 60-70° se mantiene continuamente el pH entre 6,0 y 7,0, de modo correspondiente al ácido mineral que queda libre paulatinamente, por adición de en total 20 partes en volumen de solución normal de hidróxido sódico.

20. Por adición de cloruro sódico el colorante puede ser precipitado totalmente, después de lo cual es aislado por filtración y secado en vacío a 70°.

Este colorante de fórmula



240965



tinte el algodón y la celulosa regenerada según el método indicado en el ejemplo 3 en tonos rojos de buena solidez a cloro, lavado y luz.

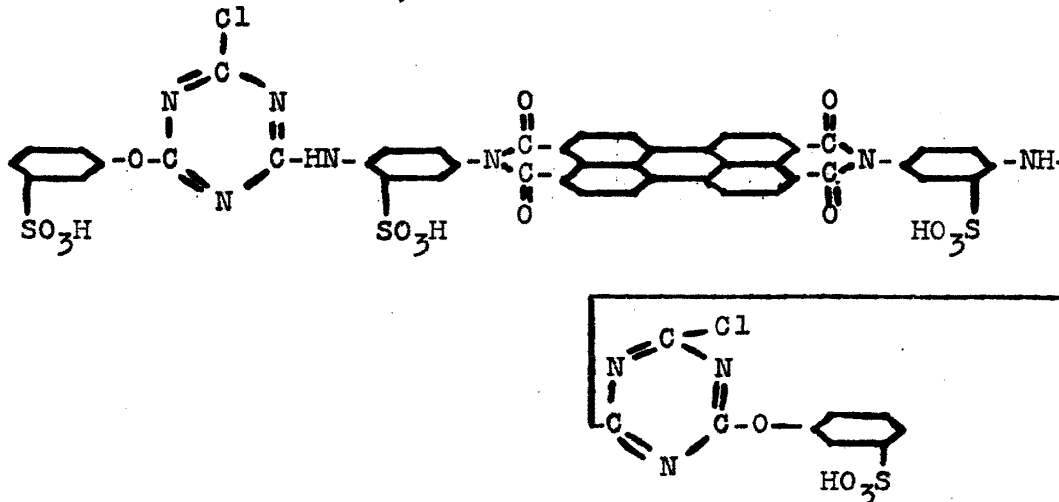
5. Si en este ejemplo en lugar del ácido 4-aminobenzoico, se utiliza una cantidad equimolecular de ácido 2-aminobenzoico, o del ácido 3-aminobenzoico, entonces se obtiene colorantes con propiedades similares.

E J E M P L O 6.

10. 39 partes del producto de dicondensación a base de ácido perilen-3,4,9,10-tetracarboxílico y ácido 1,4-diaminobenceno-2-sulfónico son condensadas con 18,5 partes de cloruro de cianuro del modo descrito en el ejemplo 2. Después de terminada la condensación se deja afluir una solución de 19,6 partes de la sal sódica del ácido 1-oxibencen-3-sulfónico en 300 partes de agua, calentando a 50-60°. A medida que se va disociando ácido mineral es neutralizado ulteriormente bajo agitación a un pH de 15. 5,0 a 7,0, con en total 55 partes en volumen de solución 2-n de carbonato sódico.

20. Por adición de cloruro sódico el colorante puede ser precipitado, después de lo que es aislado por filtración y secado al vacío a 70°.

Este colorante, de esta fórmula





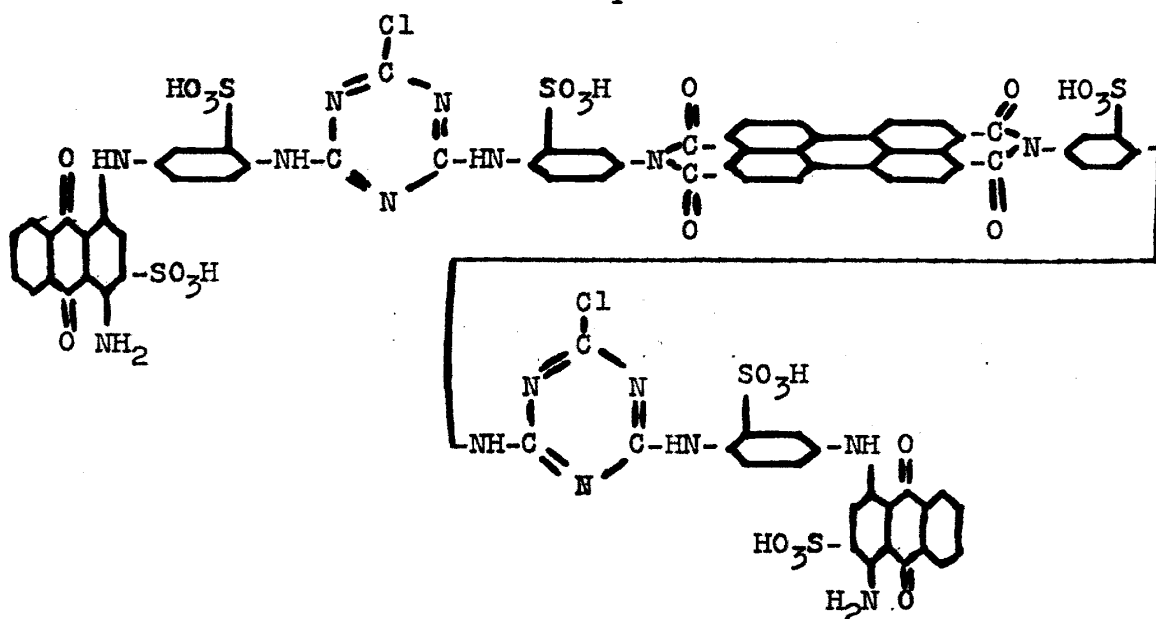
240965

tiñe el algodón y la celulosa regenerada según el método indicado en el ejemplo 3 en tonos rojos de buena solidez al cloro, lavado y a la luz.

E J E M P L O 7.

5. 39 partes del producto de dicondensación a base de ácido perilen-3,4,9,10-tetracarboxílico y ácido 1,4-diaminobenceno-2-sulfónico son condensadas con 18,5 partes de cloruro de cianuro, tal como se describe en el ejemplo 2. Después de terminada la condensación se adiciona inmediatamente la solución de
10. 53,3 partes de la sal disódica del ácido 1-amino-4-(4'-aminofenilamino)-antraquinon-2,3'-disulfónico en 1000 partes de agua. Se calienta a 50-60° y se neutraliza bajo agitación el ácido mineral que se disocia durante la condensación, por adición respectiva de en total 55 partes en volumen de solución 2-n de
15. carbonato sódico, de tal manera que el pH puede ser mantenido continuamente entre 5,0-7,0. Por adición de cloruro sódico el colorante es precipitado de su solución, filtrado y secado en vacío a 70-80°.

Este colorante de fórmula probable



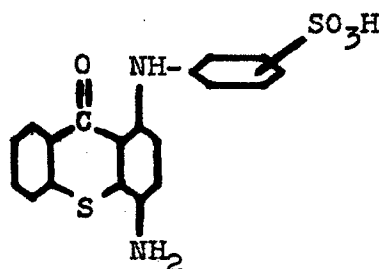


240965

tiñe el algodón y la celulosa regenerada, según el método indicado en el ejemplo 3, en tonos de un violeta de muy buena solidez a lavado y luz.

E J E M P L O 8.

5. 39 partes del producto de dicondensación a base de ácido perilen-3,4,9,10-tetracarboxílico y ácido 1,4-diaminobenceno-2-sulfónico son condensadas con 18,5 partes de cloruro de cianuro, tal como se describe en el ejemplo 2. Después de terminada la condensación se añade inmediatamente la solución de 42 partes de la sal sódica del ácido 1-fenilamino-4-amino-tioxanton-sulfónico de fórmula
- 10.

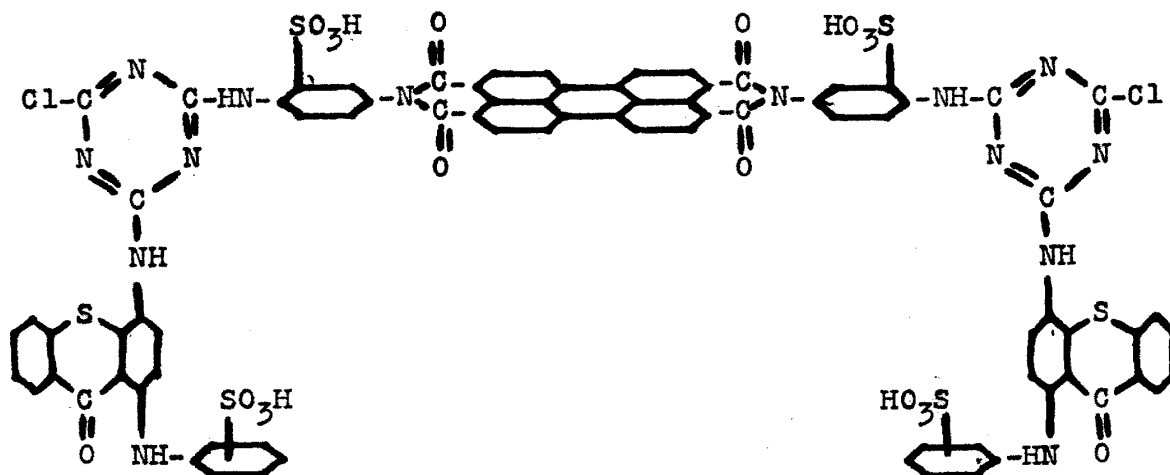


15. en 1000 partes de agua, calentando despacio a 50-60°. A medida que se va disociando ácido mineral es neutralizado ulteriormente bajo agitación a un pH de 5,0-7,0, con un volumen de solución 2-n de carbonato sódico. Por adición de cloruro sódico, el colorante es precipitado, seguidamente, de su solución, aislado por filtración y secado en vacío a 70-80°.

Este colorante de fórmula probable



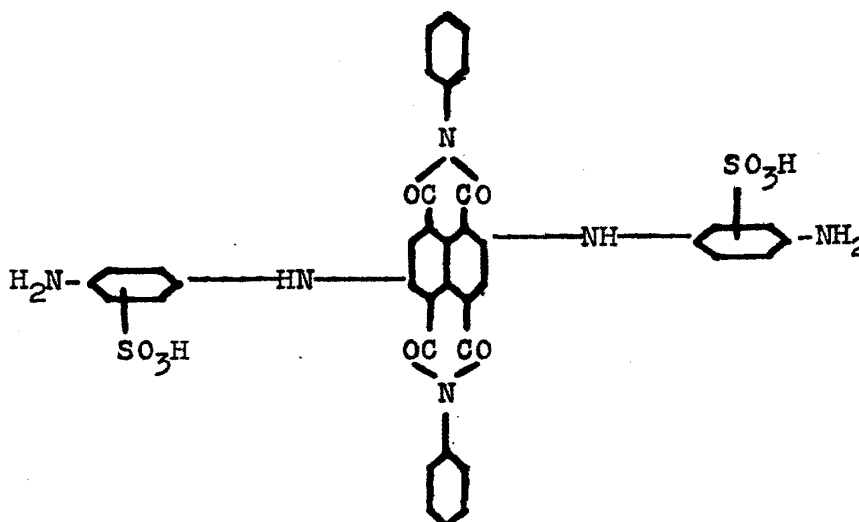
240965



tine el algodón y la celulosa regenerada según el método indicado en el ejemplo 3 en tonos anaranjados de muy buena solidez a lavado y luz.

E J E M P L O 9.

5. 4,2 partes de la sal disódica del ácido 2,6-bis-(4'-aminofenilamino)-naftalin-1,4,5,8-tetracarboxílico-di-fenilimid-disulfónico de fórmula probable



son disueltas en caliente en 200 partes de agua, y adicionadas, después del enfriamiento a 60°, a 3,4 partes de ácido 2,4-dicloro-



240965

ro-6-fenilamino-1,3,5-triazin-3'-sulfónico disueltas como sal
sódica en 20 partes de agua. Entonces se calienta, bajo agita-
ción y permanente control del pH, a 60-70° y se neutraliza el
ácido mineral que va quedando libre por paulatina adición de
5. en total 5,5 partes en volumen de solución 2-n de carbonato
sódico, de modo que el pH de la solución pueda ser mantenido
entre 5,0 y 7,0. El colorante es precipitado de su solución por
adición de cloruro sódico, filtrado y secado a 70° al vacío.

El algodón y la celulosa regenerada son teñidos según
10. el método tintóreo indicado en el ejemplo 3 en tonos grises
que tiran a azul, de muy buena solidez al lavado.

El ácido 2,6-bis-(4'-aminofenilamino)-naftalin-1,4,5,8-
tetracarboxílico-di-fenilimid-disulfónico utilizado en este
ejemplo es preparado del modo siguiente:

15. 10 partes de difenilimida de ácido 2,6-dicloronaftalin-
-1,4,5,8-tetracarboxílico (preparado según Vollmann, A. 531,
105) son hervidas con 16 partes de 1,4-diaminobenceno en 100
partes de N,N-dimetilanilina durante 3 horas bajo reflujo. Al
enfriar se cristaliza el producto de condensación en agujitas
20. de color verde azulado. Es filtrado, lavado con alcohol y se-
cado.

Para la sulfación, se agita 10 partes de este producto
de condensación en 100 partes de Oleum con 5% de contenido en
SO₃, durante 2 horas a 25-30°. Entonces se descarga sobre 100
25. partes de hielo, se filtra al cabo de algún tiempo y lava con
salmuera a neutralidad. El producto secado constituye un polvo
azul oscuro. Probablemente es un ácido disulfónico.

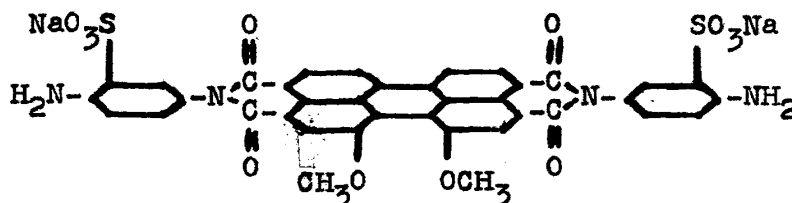
E J E M P L O 10.

30. 42 partes del producto de dicondensación a base de
ácido 6,7-dimetoxi-perilen-3,4,9,10-tetracarboxílico y de la

240965

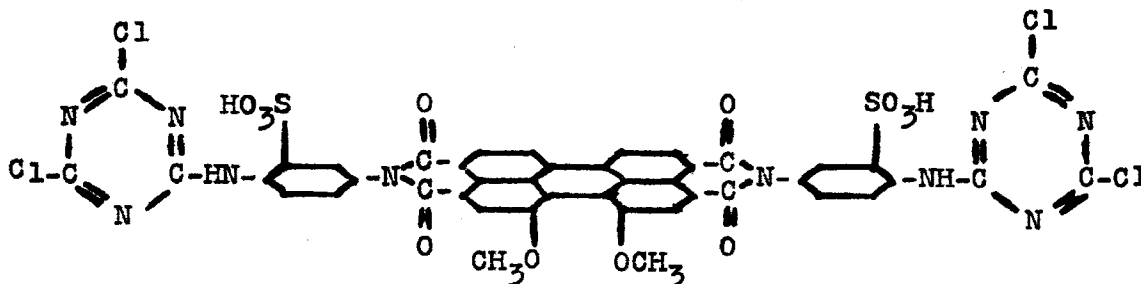


sal sódica del ácido 1,4-diaminobencen-2-sulfónico son disueltas como sal disódica de fórmula



5. en 200 partes de agua y condensadas con 18,5 partes de cloruro de cianuro a 0-4° del modo descrito en el ejemplo 2, y el colorante es aislado.

Este colorante de fórmula



10. tinte el algodón y la celulosa regenerada según los métodos tintóreos indicados en los ejemplos 1 y 2 en tonos de un violeta de muy buena solidez al lavado.

El producto de dicondensación utilizado en el ejemplo anterior, a base de ácido 6,7-dimetoxi-perilen-3,4,9,10-tetracarboxílico y de la sal sódica del ácido 1,4-diaminobencen-2-sulfónico puede ser obtenido por calentamiento en el autoclave a 145-150° durante 10 horas, de las materias de partida indicadas,

15. en la proporción molar de 1:2,5, en medio acuoso ligeramente acético.

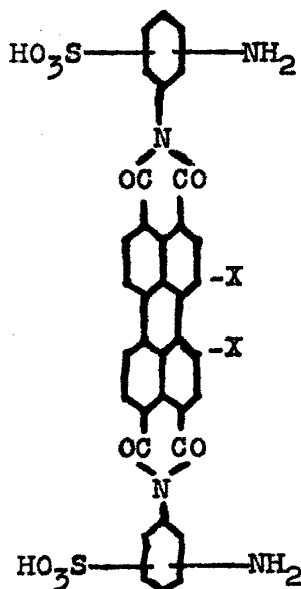
240965



N O T A

Descrito el invento se declaran nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad suizas núms. 43.952 del 18 de marzo de 1.957 y 56.052 del 19 de febrero de 1.958, existiendo en ambas unidad de invención:

5. 1. Procedimiento para la preparación de nuevos colorantes de la serie de las imidas de ácido peridicarboxílico, caracterizado porque se transpone imidas de ácido peridicarboxílico que contienen a lo menos un grupo amino acilable, con compuestos que contienen a lo menos dos átomos de halógeno lábiles, y porque se substituye eventualmente en los compuestos así obtenidos átomos de halógeno lábiles por otros substituyentes, a cuyo efecto se selecciona las materias de partida de tal manera que a lo menos un componente presenta un grupo ácido hidrodisolvente y a cuyo efecto la materia final aún tiene que
10. contener a lo menos un átomo de halógeno lábil.
15. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se parte de compuestos de fórmula

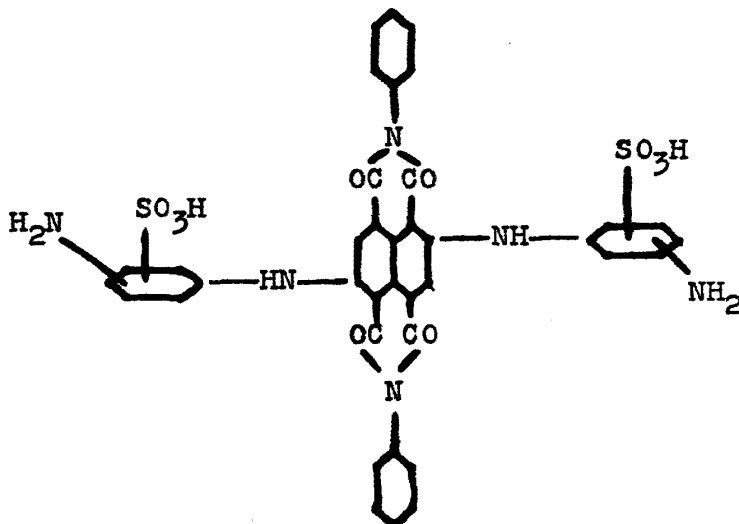


240965



en la que X significa átomos de hidrógeno o grupos alcoxi.

3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se parte de compuestos de fórmula

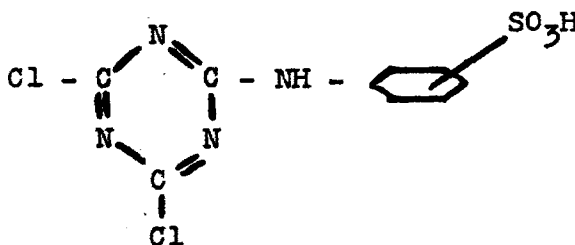


4. Procedimiento según una de las reivindicaciones

5. 1 a 3, caracterizado porque se utiliza como compuesto que contiene a lo menos dos átomos de halógeno lábiles, el cloruro de cianuro.

5. Procedimiento según una de las reivindicaciones

10. 1 a 3, caracterizado porque se utiliza como compuesto que contiene a lo menos dos átomos de halógeno lábiles, el compuesto de fórmula



6. Procedimiento según una de las reivindicaciones

1 a 5, caracterizado porque se lleva a cabo la transposición

240965



en solución acuosa a un pH de a lo sumo 7.

7. Procedimiento para la preparación de nuevos colorantes de la serie de las imidas de ácido peridicarboxílico.

Según se describe y reivindica en la presente memoria, 5. la cual consta de veintiseis hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras, acompañadas de la documentación correspondiente.

Barcelona, para Madrid, a 17 de Marzo de 1.958.

GIBA SOCIETE ANONYME.

10.

p. a.

JAIÑE ISERN MIRALLER

tr:jpt
O/mr y m.m.