



1960

260201

260201

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 ORGANICOS", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME, domiciliada en BASILIA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

5. La presente invención se refiere a nuevos valiosos colorantes orgánicos que presentan el radical de un ácido pirimidincarboxílico que contiene enlazado por lo menos a un átomo de carbono del anillo heterocíclico un átomo de halógeno. Se refiere, ante todo, a colorantes hidrosolubles de esta naturaleza, o sea ventajosamente a los colorantes orgánicos hidrosolubles que presentan, aparte de por lo menos uno, y preferentemente más que un grupo hidrosolubilizador, un radical de fórmula

260201



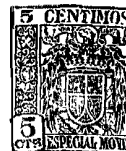
metilsulfonilo, o más ventajosamente un grupo hidrosolubilizador, intensamente ácido, ionizado, como un grupo $\text{HO}_2\text{S}-\text{O}-$, un grupo de ácido carboxílico o sulfónico, también pueden presentar substituyentes ulteriores, particularmente no hidrosolubilizadores, tales como átomos de halógeno, grupos nitro, acilamino, alquilo o alcoxi.

Los colorantes según la invención pueden ser preparados a base de componentes de colorante de los que por lo menos ya contiene uno de los substituyentes indicados. Tales componentes de colorante pueden ser preparados según métodos de por sí conocidos, por ejemplo por condensación según Friedel-Crafts, o mediante acilación de compuestos apropiado con un halogenuro de ácido halogenopirimidincarboxílico, particularmente con el cloruro de ácido 2,6-dibromo- o 2,6-dicloropirimidin-4-carboxílico.

Compuestos apropiados para esta finalidad son por ejemplo monosminas que presentan, aparte del grupo amino a transportar, un substituyente transformable en un grupo amino diazotable, o diaminas que pueden ser monoaciladas. Para una monoacilación tal son particularmente apropiadas las diaminas aromáticas que presentan en posición orto con respecto a un grupo amino un substituyente negativador, vg. un grupo de ácido sulfónico, de ácido carboxílico, o un átomo de cloro. Como componentes de copulación han de mencionarse compuestos que presentan, además de un grupo amino u oxígeno de que depende la copulación, o bien de un grupo cetometileno, un grupo amino acilable, o un substituyente transformable, después de la copulación, en un grupo amino de esta naturaleza.

En vez de introducir los radicales de ácido halogenopirimidincarboxílico en componentes de colorante antes de la

260201



- preparación de colorante, también pueden ser incorporados en colorantes acabados. Así se obtiene, mediante transposición de colorantes que contienen un grupo amino scilable, ante todo, un grupo $-NH_2-$, por condensación, por ejemplo con el
5. cloruro de ácido 2,6-dibromo-, o 2,5-dicloro-pirimidin-4-carboxílico, valiosos colorantes que presentan un sustituyente apto para reaccionar que pueden reaccionar químicamente con materiales textiles como superpoliamidas, superpoliuretanos, lana y algodón.
10. Como colorantes orgánicos que pueden ser preparados así, o mediante condensación con un halogenuro de ácido halogenopirimidincarboxílico en presencia de un catalizador según Friedel-Crafts, el efecto entran en consideración colorantes de las clases más diversas, por ejemplo, colorantes
15. de tina, nitrocolorantes, colorantes de estilbano, colorantes de scridona, de xanteno, de tioxantona, de azina, tiazina y dioxiazina, colorantes de ftalocianina ácidos, colorantes de entraquinona ácidos y, particularmente azocolorantes, o sea mono- y poliazocolorantes tanto los exentos de metal, como
20. los metalizados, particularmente los que contienen cobre, cromo, o cobalto. Resultados particularmente buenos son obtenidos con azocolorantes solubles que no tienen o por lo menos ninguna afinidad marcada para el algodón, y que presentan más que un grupo ácido hidrosolubilizador.
25. Como ejemplos de colorantes que contienen grupos amino scilables que pueden ser scilados con arreglo al presente procedimiento, se mencionan los siguientes:
30. aminoazocolorantes que son obtenidos mediante saponificación de scilaminiazocolorantes, por reducción del grupo nitro de azocolorantes que contienen grupos nitro, o por co-

260201



- pulación de aminas aromáticas diezolucas con componentes de copulación que contienen grupos aminor scilables, como por ejemplo 1-amino-3-alkil- o -scilaminobencenos, arilidas de ácido beta-cetocarboxílico, m- o p-amino-anil-5-pirazolonas, ácidos aminonaftolsulfónicos y similares; aminocolorantes de la serie de las entraquinonas, como ácido 1-amino-(3'- o -4'-aminofenilamino)-entraquinon-2-sulfónico, ácido 1-amino-4-(4'-aminofenilamino)-entraquinon-2'- o -3'-sulfónico, ácido 1-amino-4-(4'-aminofenilamino)-entraquinon-2,2'- o -2,3'-disulfónico, ácido 1-amino-4-(3'-aminofenilamino)-entraquinon-2,4'-disulfónico, ácido 1-amino-4-(4'-aminofenilamino)-entraquinon-2,3',5- , 2,3',6-, -2,3',7- o -2,3',8-trisulfónico, ácido 1-amino-4-(4'-aminofenilamino)-entraquinon-2,2',5-trisulfónico, ácido 1-amino-4-(3'-aminofenilamino)-entraquinon-2,2',8-trisulfónico; además, ácido 1,5-dioxi-4,8-diaminoentraquinon-2,6-disulfónico, ácido 1,4- o 1,8-diaminoentraquinon-2-sulfónico, 4-, 5-, o 8-amino-1-scilaminoentraquinonas (que son obtenidas por scilación con 1-aminoentraquinonas que en posición 4, 5 u 8 presentan un grupo nitro, mediante halogenuros de ácido sulfo- o disulfobenzóico y reducción posterior del grupo nitro en un grupo amino), ácidos aminodibenzoantronsulfónicos y ácidos amino-isodibenzoantronsulfónicos (que pueden ser obtenidos mediante introducción de dos grupos de ácido sulfónico en aminodibenzoantrona o en amino-isodibenzoantrona) además, se obtiene por ejemplo de 1 mol de un cloruro de ácido di-, tri- o tetrasulfónico de un derivado de entraquinona coloreado, o a base de 1 mol de un cloruro de ácido ftalocianinatri- o -tetrasulfónico, mediante amidación parcial con un mol de una diamina, por ejemplo con un mol de un ácido diaminobencensulfónico, o bien de sus monoacilderivados, muy va-

26-201



5. liosos colorantes utilizables como sustancias de partida en el presente procedimiento que contienen, después de la hidrólisis de los grupos de cloruro de ácido sulfónico no transpuestos y del grupo acilamino eventualmente presente, un grupo amino acilable que pueden ser acilados según la invención, por ejemplo con el cloruro de ácido 2,6-dicloro-pirimidin-4-carboxílico, o con el bromuro de ácido 2,6-dibromo-pirimidin-4-carboxílico.

10. La acilación de los compuestos utilizables como componente de colorante, por ejemplo como componente diazoico y de copulación y de los colorantes que contienen un grupo amino acilable, es llevada a cabo, convenientemente, en presencia de fijadores de ácidos, como acetato sódico, hidróxido o carbonato sódicos, y bajo condiciones relativamente suaves, por ejemplo en disolventes orgánicos, o a temperaturas relativamente bajas en medios acuosos.

20. Los halogenuros de ácido halogenopirimidincarboxílico que se necesitan para la transposición según el invento con colorantes, o bien con componentes de colorantes, pueden ser preparados, tratando ácidos carboxílicos o ácidos oxicarboxílicos correspondientes, particularmente el ácido 2,6-dihidroxi-pirimidin-4-carboxílico (también ácido uracil-carboxílico o ácido urótico) con medios de halogenación que son aptos para transformar grupos de ácido carboxílico en grupos de halogenuro de ácido carboxílico, y substituyendo grupos hidroxilo en enlace heterocíclico, por átomos de halógeno.

30. Como medios de halogenación de esta naturaleza han de mencionarse, ante todo, los tri- y pentahalogenuros de fósforo, particularmente pentacloruro de fósforo y mezclas



260207

de oxiclóruo de fósforo.

5. La transformación del ácido uracilcarboxílico en los halogenuros de ácido halo enopirimidincarboxílico según la invención es efectuada convenientemente en caliente bajo condiciones anhidras. El aislamiento de los halogenuros formados del medio reaccional puede tener lugar mediante destilación.

10. Los colorantes obtenidos de los halogenuros halogeno-pirimidincarboxílicos según el procedimiento indicado son nuevos. Son apropiados para la tintura y estampación de los materiales más diversos, particularmente de materiales polihidroxilados de estructura fibrosa, como substancias que contienen celulosa, o sea tanto de fibras sintéticas, por ejemplo de celulosa regenerada, como asimismo de materiales naturales, vg. lino, o ante todo, algodón. Si son hidrosolubles, 15. entonces se prestan para el teñido según el llamado método de tintura directa y, asimismo, según el procedimiento de estampación, o de tintura por fulardeo. Los colorantes pueden ser fijados químicamente en el género a teñir mediante tratamiento alcalino y térmico, por ejemplo por vaporizado.

20. Con la finalidad de mejorar las solideces a la humedad es recomendable someter las tinturas y estampaciones obtenidas a un enjuagado a fondo con agua fría y caliente, eventualmente con adición de un agente de efecto dispersante o que fomente la difusión de porciones de colorante no fijadas.

25. Las coloraciones obtenibles con los colorantes según la invención en fibras celulósicas, por regla general, se distinguen por la pureza de sus tonalidades, por una buena solidez a la luz y, ante todo, por eminentes solideces a la humedad.

30. Los colorantes hidrosolubles según la invención también son apropiados para teñir y estampar materiales textiles

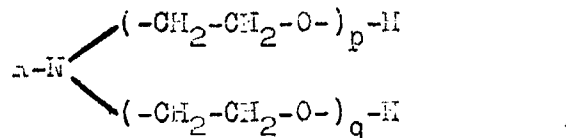


260201

que contienen nitrógeno, como cuero, seda y, ante todo, lana así como fibras de superpoliamida o de superpoliuretano de baño débilmente alcalino, neutro, o ácido, por ejemplo acético. Ante todo, son adecuados para la tinción de fibras que contienen nitrógeno, como lana, de baño ácido hasta neutro, con adición de compuestos que presentan por lo menos un átomo de nitrógeno básico en el que esté enlazado por lo menos un radical que contiene una cadena de éter poliglicólico, a cuyo efecto la molécula contiene por lo menos cuatro

grupos -C-C-O-

10. (preferiblemente grupos -CH₂-CH₂-O-) y por lo menos 4 átomos de carbono que no pertenecen a tal grupo, por ejemplo con adición de un compuesto de nitrógeno de fórmula



en la que significan

15. R un radical hidrocarburo, alifático preferentemente no ramificado, con por lo menos 12, preferiblemente 16 a 20 átomos de carbono, y

p y q números enteros, a cuyo efecto la suma de p + q importa por lo menos 4 y, preferentemente, 6 a 16.

20. Las coloraciones obtenidas con tales colorantes sobre la lana son excelentemente sólidas a lavado y batinado.

Con la finalidad de estabilización pueden ser adicionados a los colorantes según la invención, medios de amortiguamiento como medios de atemperación; como tales entran en cuenta, por ejemplo, boratos o fosfatos, vg. mezclas de fosfato



260201

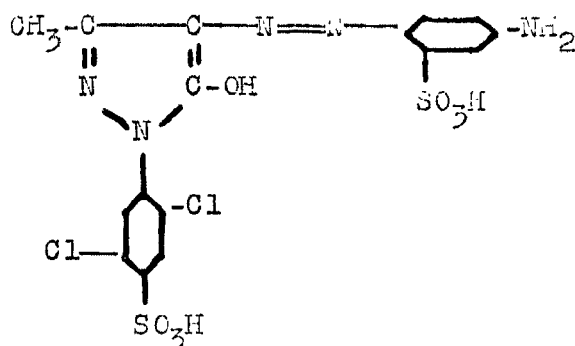
mono- y disódico.

En los ejemplos siguientes, 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.

5.

EJEMPLO 1.

10,44 partes del colorante de fórmula



son neutralizadas en 300 partes de agua con carbonato sódico y mezcladas con 8,95 partes de acetato sódico anhidro. Bajo enérgica agitación se deja arluir a 0 - 5° una solución de 4,55 partes de cloruro de ácido 2,5-dicloro-pirimidin-4-carboxílico en 50 partes de acetona. Después de terminada la acilación la mezcla reaccional es ajustada a pH 9 con carbonato sódico y el colorante precipitado es separado por filtración.

15.

El producto así obtenido tinte el algodón en tonos amarillos. Las tinturas presentan una eminente solidez al lavado y una buena solidez a la luz.

20.

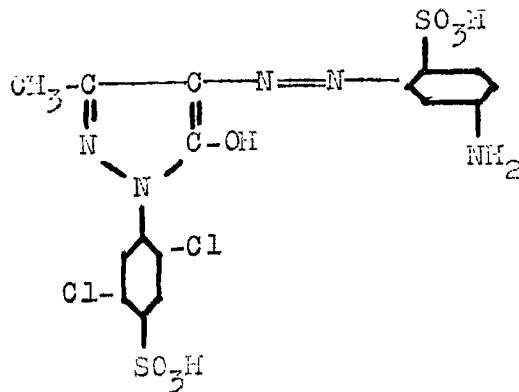
Si se utiliza en lugar del cloruro de ácido 2,5-dicloro-pirimidin-4-carboxílico, la cantidad correspondiente de bromuro de ácido 2,5-dicloro-pirimidin-4-carboxílico, entonces se obtiene un colorante con propiedades similares.

Si se utiliza para la acilación 10,44 partes del colo



260201

rante de fórmula



procediendo del modo antes indicado, entonces se obtiene un colorante que tiñe el algodón en tonos amarillos que tiran a verde muy sólidos.

5. El cloruro de ácido 2,6-dicloro-pirimidin-4-carboxílico, utilizado para la condensación, puede ser preparado como sigue: 54,9 partes de ácido 2,6-dioxi-pirimidin-4-carboxílico (ácido orótico); son calentadas juntamente con 100 parte
10. en volumen de oxiclорuro de fósforo y 165 partes de pentacloruro de fósforo en un baño de aceite a 110 - 115°. Se produce una enérgica generación de ácido clorhídrico, y al cabo de 1 a 2 horas se ha formado una solución clara.

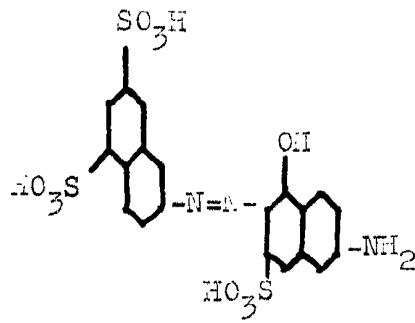
15. Después de unas cuantas horas se deje enfriar la mezcla reaccional y se somete el conjunto a una destilación al vacío. Después de la segregación del oxiclорuro de fósforo destila el cloruro de ácido 2,6-dicloro-pirimidin-4-carboxílico como aceite incoloro, a 130,5 a 132°, a una presión de 19 mm de Hg.

20. EJEMPLO 2.

11,03 partes del colorante de fórmula



260201



5. son neutralizadas con carbonato sódico en 500 partes de agua. A la solución enfriada a 5°, seguidamente, se deja afluir una solución de 5 partes de cloruro de ácido 2,6-dicloro-pirimidin-4-carboxílico en 10 partes de tolueno, a cuyo efecto mediante adición simultánea a gotas de solución de carbonato sódico 2-n es mantenido el pH de la solución entre 6 y 7.

Después de que haya tenido lugar la acilación el colorante es precipitado por adición de cloruro potásico.

10. El producto así obtenido tiñe el algodón en tonos de un anaranjado rojizo.

EJEMPLOS 3 a 16.

15. Por acilación de los colorante aminoszoicos de la columna II con cloruro de ácido 2,6-dicloro-pirimidin-4-carboxílico según las indicaciones de los ejemplos 1 y 2, son obtenidos colorantes ulteriores que tiñen el algodón en los tonos indicados en la columna III.

I	II	III
3		amarillo

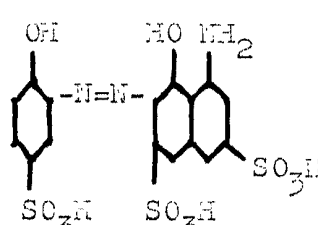
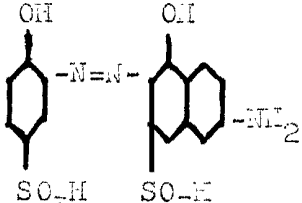
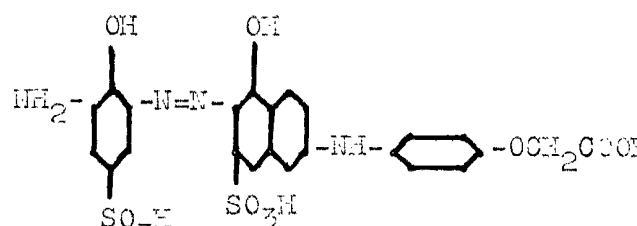
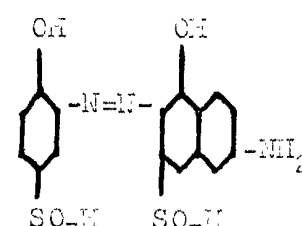
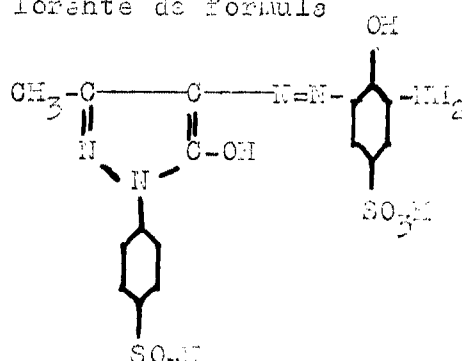
260201



I	II	III
4		amarillo
5		amarillo
6		naranjaado
7		rojo que tira azul
8	<p>Complejo de cobre del colorante de fórmula</p>	rojo



200200

9	<p>Complejo de cobre del colorante de fórmula</p> 	violeta
10	<p>Complejo de cromo 1:2 del colorante de fórmula</p> 	Corinto
11	<p>Complejo de cromo 1:2 del colorante de fórmula</p> 	azul marino
12	<p>Complejo de cobalto 1:2 del colorante de fórmula</p> 	burdeos
13	<p>Complejo de cobalto 1:2 del colorante de fórmula</p> 	pardo amarillento

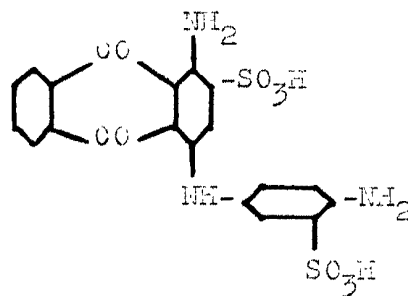
260201



14		anaranjado pardusco
15		rojo .
16		amarillo
16a		amarillo

EJEMPLO 17.

9,78 partes del colorante de fórmula

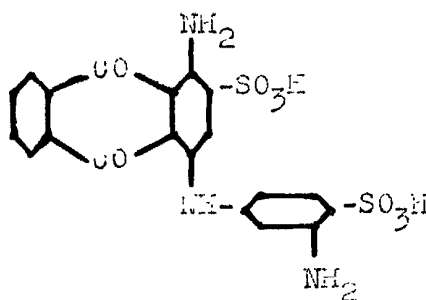




son neutralizadas en 100 partes de agua con hidróxido sódico y mezcladas con 7 partes de acetato sódico anhidro. Seguidamente se deja afluir bajo agitación una solución de 4,65 partes de cloruro de ácido 2,6-dicloro-pirimidin-4-carboxílico en 20 partes de benceno. Al cabo de 1 a 2 horas la mezcla reaccional es ajustada con carbonato sódico al pH 8 y el colorante precipitado es separado por filtración.

El colorante tiñe el algodón en tonos azules que tiran a verde.

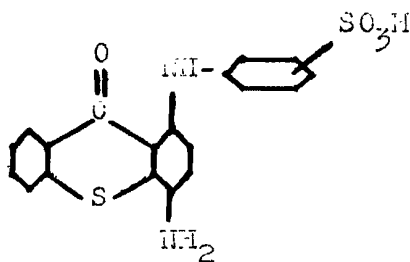
10. Si se utiliza 9,78 partes del colorante de fórmula



y se acila de la manera antes indicada, entonces se obtiene un colorante que tiñe el algodón en tonos azules.

EJEMPLO 18.

Si se utiliza 7,96 partes del colorante de fórmula

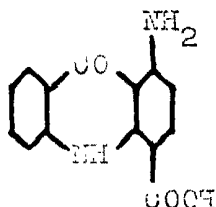


15. y se acila el grupo amino del modo indicado en el ejemplo 1 con cloruro de ácido 2,6-dicloro-pirimidin-4-carboxílico, entonces se obtiene un colorante que tiñe el algodón en tonos amarillos.

260201

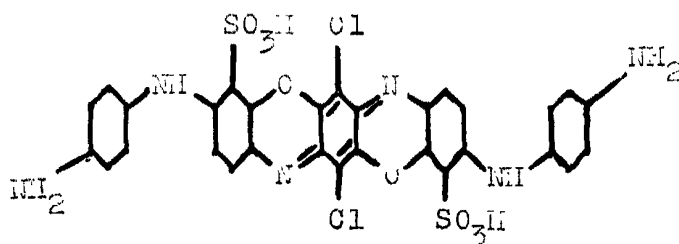


Un colorante amarillo es obtenido igualmente, si es utilizado en lugar del colorante de tioxiantona indicado, el de fórmula



EJEMPLO 19.

5. Si se utiliza 7,27 partes del colorante de fórmula



10. cuya preparación es conocida y descrita por ejemplo en la memoria de patente francesa 1 116 564, acilando ambos grupos amino con cloruro de ácido 2,5-dicloro-pirimidin-4-carboxílico según los datos del ejemplo 1, entonces se obtiene un colorante que tiñe el algodón en tonos azules que tiran a gris.

EJEMPLO 20.

15. 5,75 partes de la m-amino-p-sulfomonofenilamida del ácido ftalocianin-3,3',3'',3'''-tetrasulfónico de cobre son neutralizadas en 300 partes de agua con hidróxido sódico y mezcladas con 5,5 partes de acetato sódico anhidro. A la solución, enfriada a 0 - 5°, se adiciona bajo enérgica agitación una solución de 4,3 partes de cloruro de ácido 2,5-dicloro-pirimidin-4-carboxílico en 25 partes de acetona. Al cabo de

260201



30 minutos se mezcla la mezcla reaccional otra vez con 5,5 partes de acetato sódico anhidro, seguidas por una solución de 4,5 partes de cloruro de ácido 2,6-dicloro-pirimidin-4-carboxílico en 25 partes de acetona. Después de 1 hora el colorante es segregado por adición de 90 partes de cloruro sódico. El producto así obtenido tiñe el algodón en tonos azul turquesa.

EJEMPLO 21.

5,38 partes de ácido 1-amino-3-oxinaftalin-3,6-disulfónico son neutralizadas en 300 partes de agua con hidróxido sódico y mezcladas con 5,26 partes de acetato sódico anhidro. A 5 - 10° se deja afluir seguidamente una solución de 4,65 partes de cloruro de ácido 2,6-dicloro-pirimidin-4-carboxílico en 50 partes de acetona. Al cabo de pocos minutos el grupo amino del ácido 1-amino-3-oxinaftalin-3,6-disulfónico ha quedado totalmente acilado. Después de la adición de 15 partes de bicarbonato sódico se deja afluir a la solución obtenida el diazocompuesto obtenido de 3,46 partes de ácido 1-aminobencen-2-sulfónico. Una vez terminada la copulación el colorante es totalmente precipitado mediante adición de cloruro sódico. El producto obtenido tiñe el algodón en tonos rojos que tiran a azul.

Si se substituye el ácido 1-aminobencen-2-sulfónico por el ácido 1-aminobencen-3- o -4-sulfónico, entonces se obtiene colorantes que dan coloraciones que tiran algo más a azul.

Colorantes con propiedades similares son obtenidos, si se transpone en lugar del ácido 1-amino-3-oxinaftalin-3,6-disulfónico, el ácido 1-amino-3-oxinaftalin-4,6-disulfónico con cloruro de ácido 2,6-dicloropirimidin-4-carboxílico, uti-



26

lizando el producto obtenido como componente de copulación.

- 5. Si se utiliza, en vez del ácido 1-amino-3-oxinftalín-3,6-disulfónico, la correspondiente cantidad del ácido 2-metilamino-5-oxinftalín-7-sulfónico, entonces se obtiene un colorante que tiñe el algodón en tonos anaranjados que tiran a rojo.

4 J E M P L O 22.

- 10. 7,52 partes de ácido 2,4-diaminobencen-1-sulfónico son disueltas en 500 partes de agua y mezcladas con 13 partes de acetato sódico anhidro. A la solución obtenida se deja afluir a 0 - 5° bajo enérgica agitación una solución de 10 partes de cloruro de ácido 2,6-dicloro-pirimidin-4-carboxílico en 25 partes de acetona. Después de que haya tenido lugar la acilación, el producto de condensación formado es dia-

- 15. zotado de modo conocido mediante adición de ácido clorhídrico y nitrito sódico. Por copulación con 16,92 partes de ácido 1-benzoilamino-3-oxinftalín-3,6-disulfónico en solución de bicarbonato alcalino se obtiene un colorante que tiñe el algodón en tonos rojos que tiran a azul.

- 20. Se obtiene un colorante violeta que tira a rojo, si se utiliza como diazocomponente el producto de condensación a base de ácido 2,5-diaminobencen-1-sulfónico y cloruro de ácido 2,6-dicloropirimidin-4-carboxílico.

4 J E M P L O S 23 a 33.

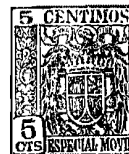
- 25. A base de los diazocomponentes mencionados en la columna II son obtenidos mediante diazotación y copulación con los componentes de copulación indicados en la columna III colorantes ulteriores que tiñen el algodón en los tonos indicados en la columna IV.

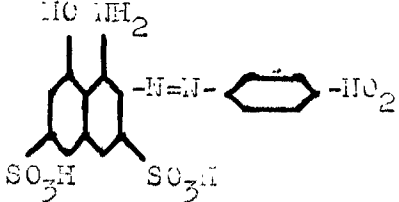
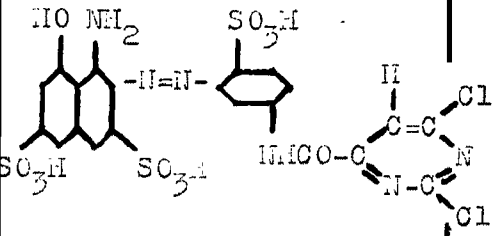


260000

I	II	III	IV
23	Acido 1-aminoben- cen-2-sulfónico	Acido 2-(2',6'-diclo- ro-pirimidin-4'-car- bamido)-5-oxinafta- lin-7-sulfónico	anaranjado
24	ácido 2-naftila- min-4,8-disulfó- nico	ácido 2-(2',6'-diclo- ro-pirimidin-4'-car- bamido)-5-oxinaftalin- -6-sulfónico	rojo
25	ácido 4-(2',6'-di- cloro-pirimidin- -4'-carbamido)-2- -aminobencen-1- -sulfónico	ácido parbitúrico	amarillo que tira a verde
26	id.	o-anisidina de ácido acetoacético	amarillo que tira a verde
27	id.	ácido 1-(2'-naftil)- -3-metil-5-aminopi- razol-4',8'-disul- fónico	amarillo
28	id.	ácido 2-ureido-5- -oxinaftalin-7-sul- fónico	anaranjado
29	id.	ácido 2-naftilsamin- -5,7-disulfónico	anaranjado
30	id.	ácido 1-(2'-cloro- -fenil-3-metil-5- -pirazolón-5'-sul- fónico	amarillo que tira a verde

260201



I	II	III	IV
31	ácido 4-(2',6'-dicloro-pirimidin-4'-carbámico)-2-aminobenzeno-1-sulfónico	ácido 1-(2',6'-dicloro-pirimidin-4'-carbámico)-3-oxinaftalín-3,6-disulfónico	rojo que tira a azul
32	id.		azul que tira a verde
33	id.		azul que tira a verde

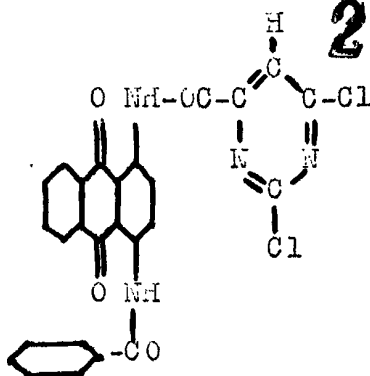
EJEMPLO 34.

3,4> partes de 1-amino-4-benzoilaminosntraquinone son suspendidas en 7> partes de nitrobenzene seco y mezcladas con 2,4 partes de cloruro de ácido 2,6-dicloropirimidin-4-carboxílico. Se condensa durante 5 horas bajo agitación a 125 - 130°, entonces se enfría a temperatura ambiente y se aísla por filtración el colorante cristalizado en agujas, lavando con acetone, y secando al vacío a 40°.

El colorante de fórmula



260201



tiñe el algodón y la celulosa regenerada de la tina de hidrosulfito alcalina en tonos de un rojo anaranjado.

- Si se substituye en el ejemplo anterior la 1-amino-4-benzoilaminoantraquinona por la cantidad equimolecular de 1-amino-5-benzoilamino-antraquinona, entonces se obtiene un colorante amarilló con propiedades similares.

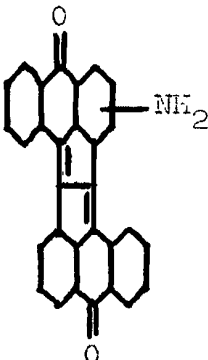
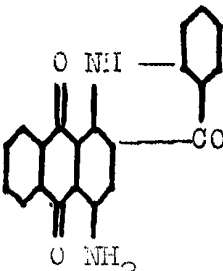
E J M H P L O S 35 a 38.

10. Colorantes similares que tiñen algodón y celulosa regenerada en los tonos indicados en la columna III de la tabla siguiente, son obtenidos, si es utilizada en el ejemplo 34, en lugar de la 1-amino-4-benzoilaminoantraquinona, la cantidad equimolecular de los productos de partida relacionados en la columna II de la tabla siguiente.

I	II	III
35		rojo anaranjado
36		violeta azulada

260201



I	II	III
37		pardo amarillento
38		azul verdoso

Ejemplo del teñido de algodón

2. 2 partes del colorante obtenido según el ejemplo 1, párrafo 1, son disueltas en 100 partes de agua. Con esta solución se impregna en el fulará un tejido de algodón y se exprime el líquido excesivo de modo que el género retenga un 75% de su peso en solución de colorante.

10. El género así impregnado es secado, luego impregnado a temperatura ambiente con una solución que contiene por litro 10 g de hidróxido sódico y 200 g de cloruro sódico, exprimido a 75% de aumento de líquido y vaporizado durante 30 segundos a 100 - 101°. Entonces es enjuagado, tratado en solución de bicarbonato sódico al 0,5%, enjuagado, enjabonado durante 1/4 hora en una solución al 0,5% de un producto de lavar exento de iones, a temperatura de ebullición, en-



260201

jugado y secado.

Resulte una tinte amarilla fijada sólida a la ebullición.

Ejemplo del teñido de lana

9. Se disuelve 2 partes del colorante obtenible según el ejemplo 1, párrafo 1, en 4000 partes de agua, se adiciona 10 partes de sulfato sódico cristalizado y se introduce a 40 - 50°, 100 partes de lana bien humectada en el baño tintóreo, así obtenido. Entonces se añade 2 partes de ácido acético al 40%, se espura dentro de 1/2 hora a ebullición y se tiñe hirviendo durante 3/4 de hora. La lana, finalmente es enjuagada con agua fría y secada. La lana queda teñida en tonos amarillos sólidos al lavado, de buena solidez a la luz.

10. Prescripción de estampación

- 2 partes del colorante obtenido según el ejemplo 1, párrafo 1, son disueltas, mezcladas con 20 partes de urea, en 28 partes de agua y amesadas en 40 partes de un espesamiento de alginato sódico al 5%. Entonces son adicionadas aun 10 partes de una solución de carbonato sódico al 10%.

20. Con esta tinta de estampación es estampado un tejido de algodón en una máquina de estampar de rodillos, el estampado obtenido es secado y vaporizado durante 3 minutos a 100° en vapor saturado. Entonces el tejido estampado es enjugado a fondo en agua fría y caliente, y secado.

Teñido mediante fulardeo y fijado térmico

- 2 partes de colorante son mezcladas con 2 partes de carbonato sódico y 20 partes de urea disueltas en 30 partes de agua.
20. Con esta solución es impregnado un tejido a base de



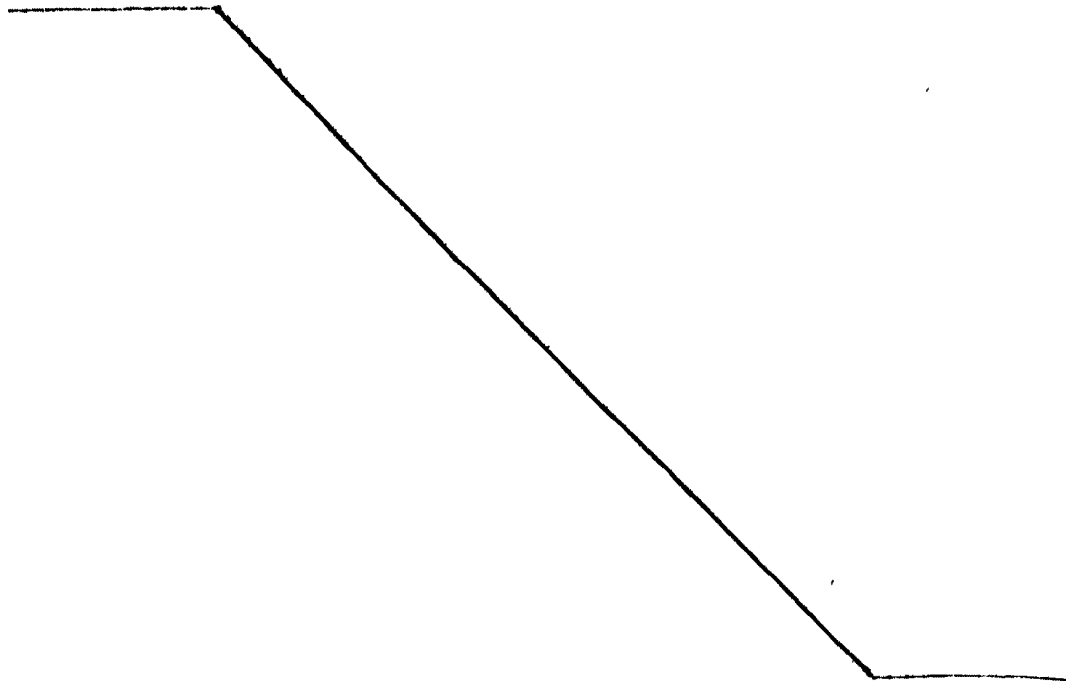
260201

algodón mercerizado, exprimido a 70% de aumento de peso, y secado de tal manera que el género contenga aún aproximadamente 10% de humedad restante.

5. Entonces se somete el tejido a la acción de calor seco de 150° durante 5 minutos, se enjuaga y se enjabona a temperatura de ebullición durante 15 minutos en una solución al 0,3% de un producto de lavar exento de iones, se enjuaga y se seca.

10. La invención, centro de su esencialidad, puede ser desarrollada en otras formas de realización que difieran en detalle de la indicada a título de ejemplo, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba, podrá, pues realizarse con los medios y aparatos más adecuados, por quedar todo ello comprendido dentro del espíritu de las reivindicaciones.

= . =





26.201

H O T A

Descrito el objeto de la invención se declara nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones con prioridades suizas núms. 75 692 del 7 de Agosto de 1949 y 6577/60 del 9 de Junio de 1950, existiendo en ambas unidades de invención:

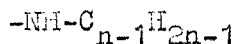
5.

1. Procedimiento para la preparación de colorantes orgánicos, caracterizado porque se introduce en colorantes orgánicos, preferentemente hidrosolubles, el radical de un ácido pirimidincarboxílico que contiene un átomo de halógeno enlazado a por lo menos un átomo de carbono del anillo heterocíclico, según métodos de por sí usuales, mediante condensación, o copulación.

10.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se acilan colorantes orgánicos hidrosolubles que contienen, aparte de por lo menos un grupo hidrosolubilizador ácido, todavía un grupo amino acilable, preferentemente un grupo amino de fórmula

15.



en la que n significa un número entero, con halogenuros de ácido 2,6-dicloropirimidin-4-carboxílico.

20.

3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque como colorantes de antequinonas o azoicos que contienen un grupo amino acilable y, por

20.201.8.46

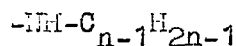


lo menos, un grupo de ácido sulfónico.

- 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 y 3, caracterizado porque se utilizan monozococlorantes que contienen grupos de ácido sulfónico que contienen un grupo NH₂ libre.

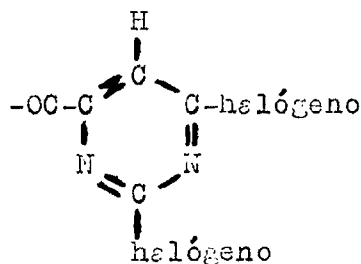
- 5. Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque se utilizan compuestos metálicos complejos, particularmente compuestos de cobre, de cromo, o de cobalto, de azocolorantes que contienen grupos de ácido sulfónico que contienen un grupo NH₂.

- 10. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se acilan colorantes de tina que contienen un grupo amino acilable, preferentemente un grupo amino de fórmula



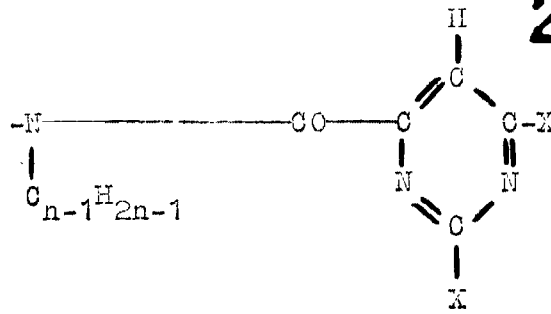
- 15. en la que n significa un número entero, con halogenuros de ácido 2,5-dicloro-pirimidin-4-carboxílico.

- 20. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se preparan azocolorantes hidrosolubles por la vía de copuleción bajo empleo de componentes de colorantes de los que por lo menos uno contiene el radical de fórmula





8. Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque se selecciona por lo menos un componente de colorante que presenta un radical de fórmula



en la que significan

- 5. n un número entero, preferiblemente 1, y ambas
- X cloro, o bromo.

9. Procedimiento para la preparación de colorantes orgánicos.

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

Madrid, a 6 de Agosto de 1940.

CIBA SOCIÉTÉ ANONYME.

P. e. J. M. E. IBERN MIRALLES
P.P.

tr:jpt
a/rm.