



265702

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 DE TINA ANTRAQUINONICOS", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME, domiciliada en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a nuevos colorantes de tina antraquinónicos que presentan dos radicales antraquinónicos iguales o diferentes, unidos entre sí por un puente 1,3,5-triazínico, y un grupo, por lo menos, de sulfonsulfatoalquilamida con tres, por lo menos, átomos de carbono entre el grupo sulfato y el átomo de nitrógeno amídico.

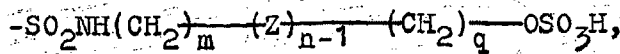
El radical sulfamida radica de conveniencia directamente en uno de los dos núcleos antraquinónicos o en un núcleo aromático que está ligado al puente triazínico.

De sumo interés son los colorantes de tina que con-



265702

tienen el radical de la fórmula



en la que

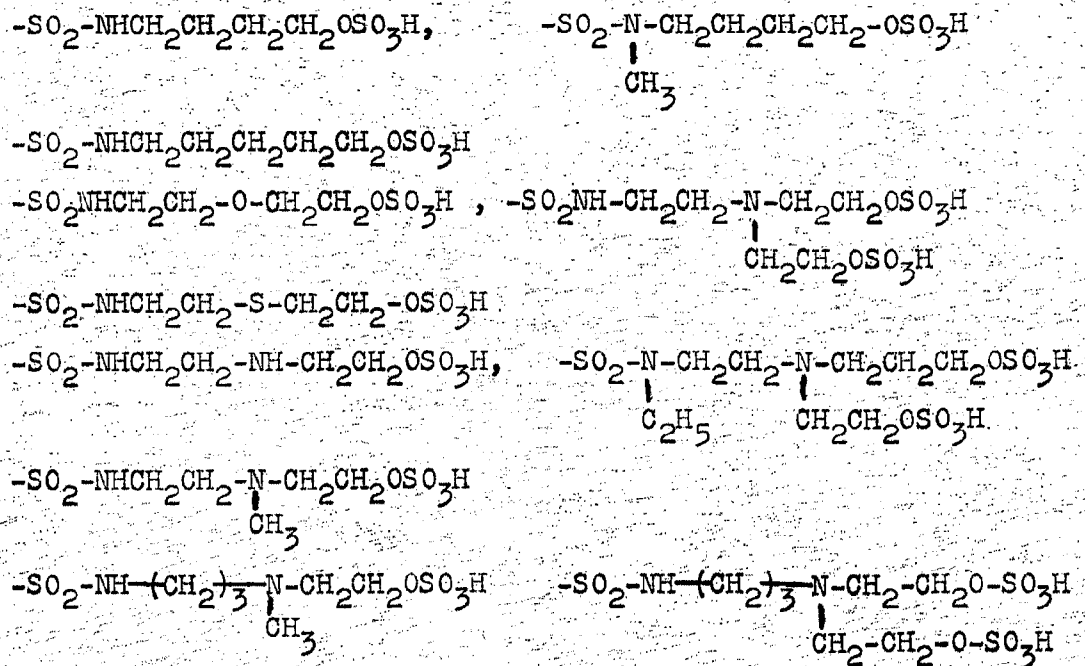
n significa 1 o 2,

m y q significan cada una 2 o 3, y

5. Z significa uno de los grupos $-\text{CH}_2-$, $-\text{O}-$, $-\text{S}-$ o sobre todo $-\text{N}-$ o bien $-\text{N}-$
 $\begin{array}{c} | \\ \text{C} \\ | \\ \text{H}_2 \\ | \\ \text{C} \end{array}$ p-1 p-1 $(\text{CH}_2)_q \text{OSO}_3\text{H}$

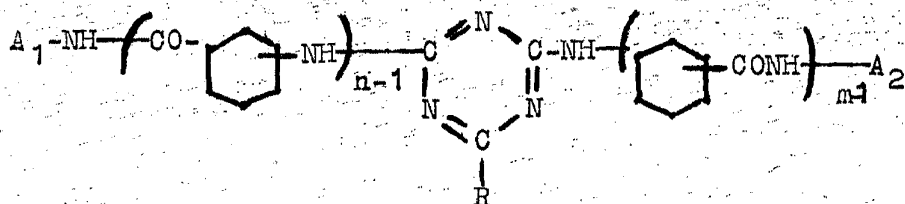
en donde p significa un número entero por valor de 6 a lo sumo.

10. Los colorantes que se han de emplear de acuerdo con este invento contienen de preferencia tres radicales sulfamida a lo sumo, por ejemplo radicales de las fórmulas

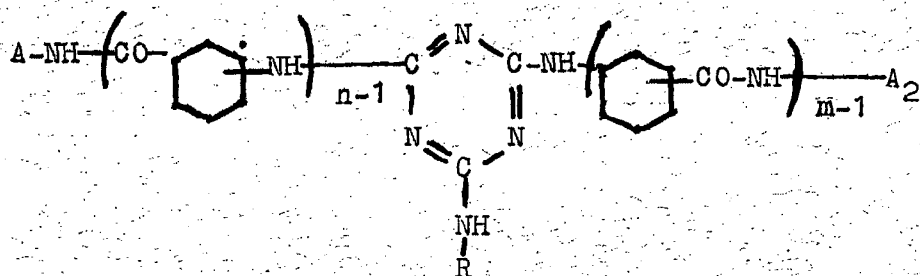


15. En los colorantes de este invento, el puente triazínico consiste en un puente 2-cloro-triazínico o un puente 2-fenil-, fenoxi- o fenilamino-1,3,5-triazínico que está unido, en posición 4 y 6, a sendos radicales antraquinónicos por medio de un grupo amino. Especial interés tienen los colorantes de las fórmulas

265792



y



en las que

n y m representan números enteros por valor de 2 a lo sumo,

A₁ y A₂ significan cada una un radical antraquinónico, que puede presentar grupos acilamino y en particular grupos aroilamino, y

5.

R significa un radical fenilo,

al mismo tiempo que uno, por lo menos, de los radicales A₁, A₂ y R contiene un grupo sulfamida de la clase indicada.

10.

Se llega a los nuevos colorantes si:

a) se combinan entre sí dos colorantes aminoantraquinónicos por reacción con, por lo menos, un compuesto triazínico dihalogenado, escogiendo para ello los materiales de partida de manera que uno por lo menos de los dos núcleos antraquinónicos y/o uno de los núcleos aromáticos eventualmente presentes en el compuesto triazínico presenten un grupo sulfonsulfatoalquilamido con 3, por lo menos, átomos de carbono entre el grupo sulfato y el átomo de nitrógeno amídico, o

15.

b) se esterifican, con agentes sulfatantes, colorantes correspondientes que, en vez del grupo sulfato, presentan un grupo

20.

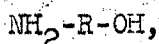
205702



hidroxi, o

5. c) se amidan colorantes de tina antraquinónicos que presentan dos radicales antraquinónicos iguales o diferentes, unidos entre sí por un puente 1,3,5-triazínico, y por lo menos un grupo de haluro sulfónico, con sulfato-alquilaminas que contienen por lo menos 3 átomos de carbono entre el grupo sulfato y el grupo amino que reacciona con el grupo de haluro sulfónico.

10. Los compuestos antraquinónicos que sirven de materiales de partida en la forma de realización b) del procedimiento y que contienen un grupo sulfon-oxialquilamido de la clase indicada, por ejemplo un grupo $-SO_2-NH-R-OH$ en que R significa una cadena de alquileno con 3 átomos de carbono por lo menos, eventualmente interrumpida por heteroátomos, se obtienen convenientemente, por reacción de un haluro sulfónico utilizable como material de partida en la forma de realización c) del procedimiento, con una oxialcalilamina, sobre todo una de la fórmula



20. en que R tiene el significado indicado antes.

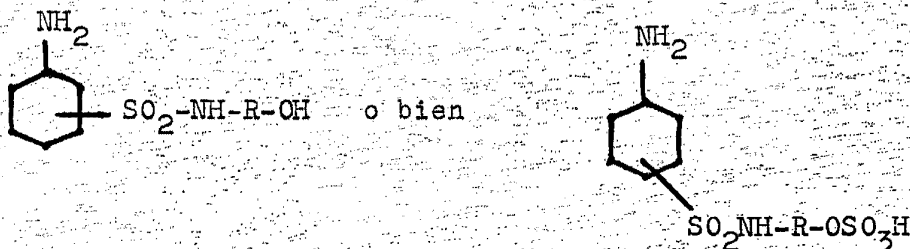
25. Los colorantes de partida pueden contener el grupo sulfohaluro, ya sea en uno de los radicales antraquinónicos o en ambos, ya sea en el radical fenílico, eventualmente unido al núcleo triazínico. En este caso el radical fenílico puede estar todavía ulteriormente substituído, por ejemplo por grupos oxi o alcoxi permanentes en la posición orto.

30. La síntesis de los colorantes conforme a la forma de realización a) del procedimiento se lleva a cabo convenientemente por condensación de 2 antraquinonas, iguales o diferentes, que contienen grupos amino acilables, con una dihalogen-

265702



y en particular una 2,4-diclorotriazina que contiene en posición 6 un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno o un radical arilo, en cuyo caso debe estar presente en el radical arilo un grupo sulfonsulfatoalquilamido de la clase indicada, si en las aminoantraquinonas empleadas no existe ninguno de esos grupos sulfamido. Empleando cloruro de triclorógeno se obtiene una diantraquinonilamino-clorotriazina en la que el cloro del radical triazínico puede reemplazarse por reacción con amoníaco, o en particular con una amina de las fórmulas



10. Como ejemplos de aminoantraquinonas cabe mencionar:
- la 1-aminoantraquinona,
 - la 1-amino-4-metoxiantraquinona,
 - la 1-aminoantraquinon-6 o -7-sulfon-N-(delta-oxibutil)-amida, y
 - la 1-amino-4-, -5- o -8-benzoilaminoantraquinona.

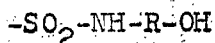
15. Estas últimas pueden estar substituidas en los radicales bencénicos, por ejemplo, mediante átomos de halógeno o grupos alcoxi, alquilo, trifluorometilo, sulfamido o alquil-sulfonilo. También entran en consideración las aminoantraquinonas que contienen además anillos carbocíclicos o heterocíclicos yuxtapuestos, por ejemplo la 4-amino-antraquinon-2,1-(N)-acridona, la 5-amino-1,9-isotiazolantrona, la 4- o 5-aminoantrapirimidina, así como los aminodiantirimidocarbazoles, las aminopirantronas o las aminodibenzantronas. Además merecen mencionarse las 1,4-diamino-2-acilantraquinonas, por ejemplo la 1,4-diamino-2-benzoil- y en particular la 1,4-diamino-2-
- 20.
- 25.

265702



acetilanttraquinona, de las que es sabido que en condiciones normales únicamente es acilable en posición 4 el grupo amino.

Los compuestos que contienen el radical de la fórmula



5. se tratan convenientemente con agentes que cedan el radical sulfúrico. Esto se efectúa ventajosamente con ácido sulfúrico concentrado, en frío, por ejemplo a temperatura entre 0 y 30°, para mayor ventaja con 5 partes, por lo menos, de ácido sulfúrico por 1 parte de colorante. La sulfatación puede llevarse también a cabo con óleum o ácido clorosulfónico o sus compuestos de adición con bases terciarias o amidas, por ejemplo piridina, trietilamina o dimetilformamida.
- 10.

- Las condensaciones que, conforme a este invento, son necesarias en las modalidades de realización a) y c) se llevan a cabo convenientemente en presencia de agentes fijadores de ácido como los hidróxidos o carbonatos alcalinos en medios orgánicos o acuosos.
- 15.

- Los colorantes obtenidos pueden aislarse de la mezcla de preparación y elaborarse en forma de preparados secos utilizables para tintorería. El aislamiento se efectúa de preferencia por filtrado. Los colorantes aislados pueden secarse, eventualmente después de adición de medios de "coupage" de reacción neutra o débilmente alcalina; de preferencia el secado se efectúa a temperaturas no demasiado elevadas, eventualmente bajo presión reducida.
- 20.

- Los nuevos colorantes son aptos para teñir los más diversos materiales, y en particular para teñir o estampar materiales textiles de celulosa natural o regenerada según los procedimientos usuales de tina y de estampado. Con ellos se obtienen tinturas y estampados intensos e iguales, que se dis-
- 25.



265702

tinguen por excelentes propiedades de solidez a la luz y a la mojadura.

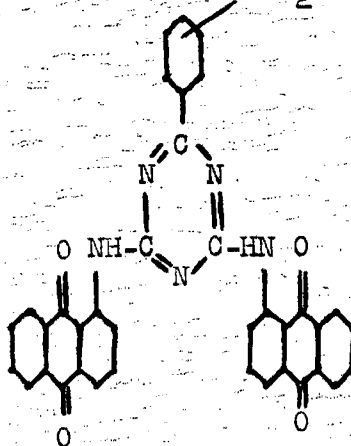
5, Se supone que en el baño tintóreo o sobre la fibra, por acción del álcali, el radical OX se disocia como heteroátomo, eventualmente formando un anillo heterocíclico de 5 o 6 miembros con el átomo de nitrógeno del grupo sulfamido, o sea que el colorante se transpone a una forma insoluble.

10. En comparación con los colorantes de tina convencionales, los colorantes de tina empleables según este invento presentan la gran ventaja de poderse tinar mucho más rápidamente. Además, se necesita para la tinación una cantidad notablemente menor de agente reductor. La fácil tinabilidad de estos colorantes del invento los hace sumamente aptos para el teñido en continuo.

15. En los ejemplos que siguen, las partes significan, en tanto no se indique otra cosa, partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso; las temperaturas están registradas en grados Celsius.

E J E M P L O 1.

20. A 13 partes del sulfocloruro de colorante de la fórmula SO_2Cl



(obtenido por condensación del sulfocloruro de 2-fenil-4,6-diclorotriazina-(1,3,5) con 2 moles de 1-aminoantraquinona en



265702

en nitrobencono) en 140 partes de nitrobencono, se instilan lentamente a 120-125° 4,1 partes de 4-aminobutanol-(1) en 20 partes de nitrobencono y se prosigue la agitaci3n durante dos horas todav3a a 125° y 1 hora a 140°. Despu3s del enfriamiento, se separa por filtraci3n el colorante, recristalizado en agujitas finas, se le lava con benceno, alcohol y agua y se le seca.

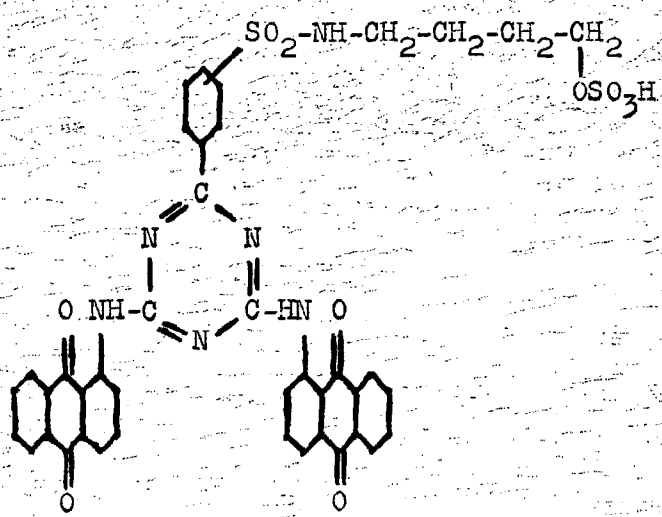
5.

10 partes del producto de condensaci3n as3 obtenido se vierten y se disuelven, a temperatura de 0 a 5°, en 180 partes de 3cido sulf3rico al 96%. Luego se vierte la soluci3n en unas 800 partes de agua helada y se separa por filtraci3n. La torta de filtro h3meda, se suspende en unas 500 partes de agua y se neutraliza con lej3a s3dica. Luego se separa por filtraci3n y se seca en vac3o a temperatura de 60 a 70°.

10.

15.

El nuevo colorante corresponde al 3cido libre de la f3rmula



Se le puede emplear de la manera siguiente:

0,75 partes del colorante se amasan con 250 partes de agua caliente. La suspensi3n de colorante as3 obtenida se a3ade a una soluci3n, calentada a 50°, de 10 vol3menes de lej3a s3dica al 30% y 6 partes de bisulfito s3dico en 1750 partes

20.



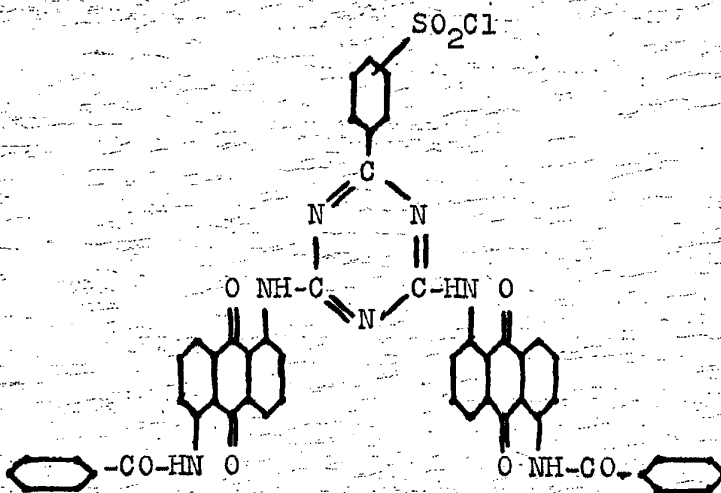
de agua, con lo que se produce instantaneamente tinación. En el baño tintóreo así obtenido se tiñen 50 partes de algodón durante 45 minutos, a temperatura de 50 a 60°, con adición de 40 partes de cloruro sódico. Después del teñido, se oxida el

5. material, se le lava, se le acidifica, se le vuelve a enjuagar bien y se le enjabona en ebullición. Se obtiene una tintura límpida, de color amarillo que tira al verde, con excelentes propiedades de solidez.

10. El sulfocloruro de la 2-fenil-4,6-dicloro-triazina-(1,3,5)- puede obtenerse por sulfocloración de la 2-fenil-4,6-dioxitriazina-(1,3,5) con ácido clorosulfónico y tratamiento del sulfocloruro de la 2-fenil-4,6-dioxitriazina con pentacloruro fosfórico en oxicloruro fosfórico.

E J E M P L O 2.

15. A 7 partes del sulfocloruro del colorante de la fórmula



20. (obtenido por condensación del sulfocloruro de 2-fenil-4,6-diclorotriazina-(1,3,5) con 2 moles de 1-amino-5-benzoilamino-antraquinona en nitrobeneno) en 100 partes de nitrobeneno, se instilan lentamente, a temperatura de 120 a 125°, 1,8 partes de 4-aminobutanol-(1) en 20 partes de nitrobeneno y se prosi-

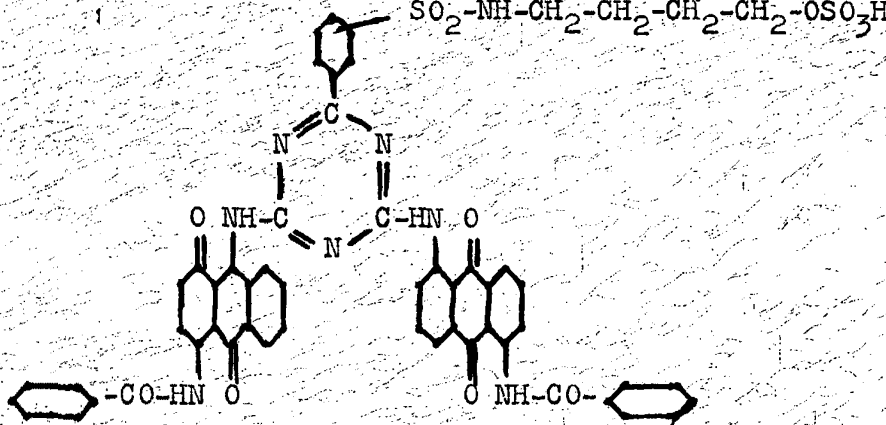


205707

que la agitación durante 4 horas todavía a 130° y 1 hora a 140°. Después del enfriamiento, se separa por filtración el colorante cristalizado, se le lava con benceno, alcohol y agua y se le seca.

5.

La transformación en el colorante de la fórmula

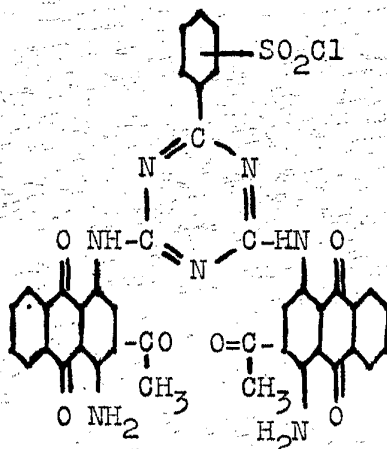


se efectua tal como se ha descrito en el ejemplo 1. Sobre algodón y celulosa regenerada, procediendo conforme al ejemplo 1, se obtienen tinturas límpidas de color anaranjado dorado, con excelentes propiedades de solidez.

10.

EJEMPLO 3.

7 partes del sulfocloruro de colorante de la fórmula



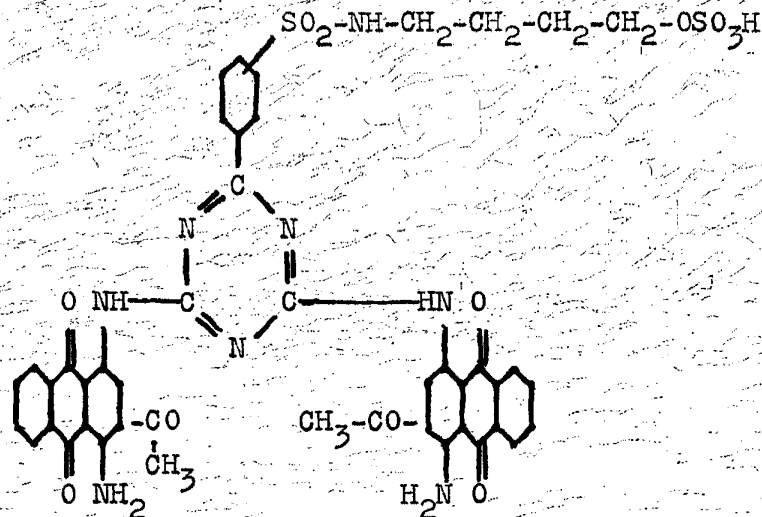
(obtenido por condensación del sulfocloruro de 2-fenil-4,6-diclorotriazina-(1,3,5) con 2 moles de 1,4-diamino-2-acetil-



205102

antraquinona en nitrobenzono) se condensan según el ejemplo 2 con 4-aminobutanol y se esterifican según el ejemplo 1 con ácido sulfúrico.

El nuevo colorante, de la fórmula



5. tiñe el algodón y la celulosa regenerada con tonalidades azules de excelentes propiedades de solidez.

E J E M P L O 4.

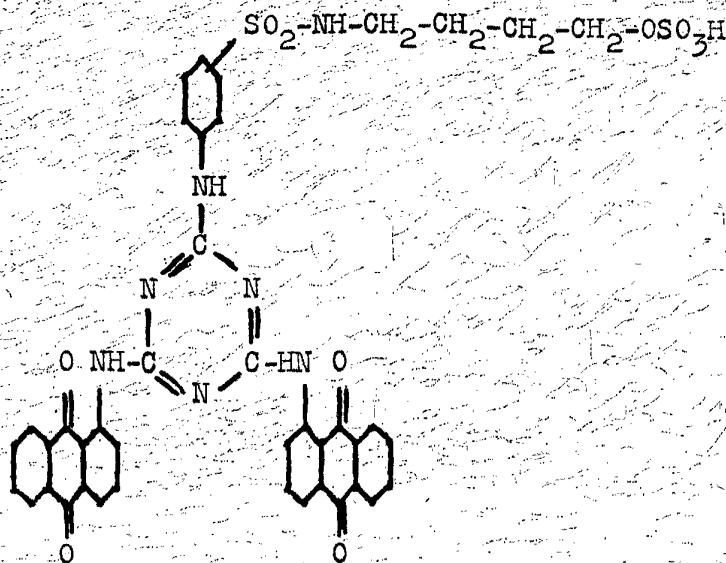
10. 11,2 partes del producto de condensación de 2 moles de 1-aminoantraquinona con 1 mol de cloruro de triclorógeno se calientan a temperatura de 180 a 185°, durante 6 horas y con agitación, en 120 partes de nitrobenzono, con 14,6 partes de 3-aminobencen-(delta-hidroxibutil)-sulfamida. Después del enfriamiento se separa por filtración, se lava con benceno, alcohol y agua y se seca.

15. 10 partes del producto de condensación así obtenido se vierten y se disuelven, lentamente y con agitación, a temperatura de 0 a 5°, en 180 partes de ácido sulfúrico al 96%.

20. Se termina la operación en forma análoga a la descrita en el ejemplo 1. El nuevo colorante corresponde como ácido libre a la fórmula



205702



El algodón y la celulosa regenerada se tiñen, por el método indicado en el ejemplo 1, con tonalidades amarillas de excelentes propiedades de solidez.

5. Se obtienen colorantes semejantes si, en lugar de la 3-aminobencen-(delta-hidroxitil)-sulfamida, se condensa con las amins reseñadas en la columna I de la tabla que sigue y los colorantes obtenidos se transforman en semiésteres de ácido sulfúrico tal como se ha descrito antes; los matices constan en la columna II





205702

I	II
$\text{NH}_2\text{-}\langle \text{C}_6\text{H}_{10} \rangle\text{-SO}_2\text{-NH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{OH}$	amarillo
$\text{NH}_2\text{-}\langle \text{C}_6\text{H}_{10} \rangle\text{-SO}_2\text{-NH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{OH}$	amarillo
$\text{NH}_2\text{-}\langle \text{C}_6\text{H}_{10} \rangle\text{-SO}_2\text{-NH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH-CH}_2\text{-CH}_2\text{OH}$	amarillo
$\text{NH}_2\text{-}\langle \text{C}_6\text{H}_{10} \rangle\text{-SO}_2\text{-N(CH}_3\text{)-CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH-CH}_2\text{-CH}_2\text{OH}$	amarillo
$\text{NH}_2\text{-}\langle \text{C}_6\text{H}_{10} \rangle\text{-SO}_2\text{-N(CH}_3\text{)-CH}_2\text{-CH}_2\text{-N(CH}_3\text{)-CH}_2\text{-CH}_2\text{OH}$	amarillo
$\text{NH}_2\text{-}\langle \text{C}_6\text{H}_{10} \rangle\text{-SO}_2\text{-NH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-N} \begin{cases} \text{CH}_2\text{-CH}_2\text{OH} \\ \text{CH}_2\text{-CH}_2\text{OH} \end{cases}$	amarillo
$\text{NH}_2\text{-}\langle \text{C}_6\text{H}_{10} \rangle\text{-SO}_2\text{-N(CH}_3\text{)-CH}_2\text{-CH}_2\text{-N} \begin{cases} \text{CH}_2\text{-CH}_2\text{OH} \\ \text{CH}_2\text{-CH}_2\text{OH} \end{cases}$	amarillo
$\text{NH}_2\text{-}\langle \text{C}_6\text{H}_{10} \rangle\text{-SO}_2\text{-NH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-N(CH}_2\text{)-CH}_2\text{-CH}_2\text{OH}$	amarillo
$\text{NH}_2\text{-}\langle \text{C}_6\text{H}_{10} \rangle\text{-SO}_2\text{-NH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-N} \begin{cases} \text{CH}_2\text{-CH}_2\text{OH} \\ \text{CH}_2\text{-CH}_2\text{OH} \end{cases}$	amarillo



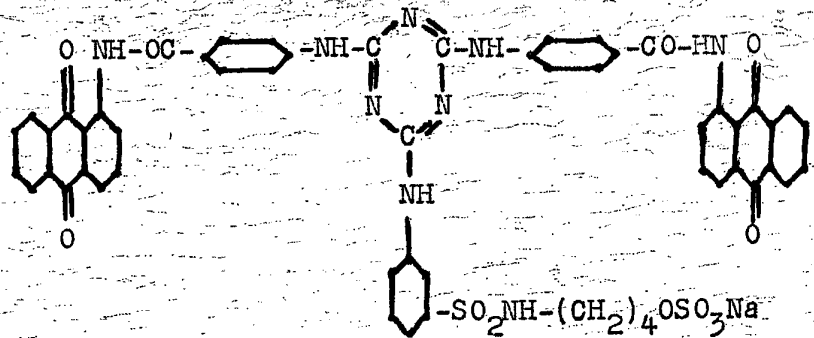
265702

E J E M P L O 5.

- 7,8 partes de 2,4-bis-(4'-carboxifenilamino)-6-cloro-1,3,5-triazina se calientan a 110° , durante 3 horas y con agitación, en 200 partes de nitrobenzeno seco, con 8,0 partes de
5. cloruro de tionilo y 0,5 partes de piridina anhidra. Después de separar por destilación en vacío el exceso de cloruro de tionilo, se añaden a 100° 9,0 partes de 1-aminoantraquinona y se calienta durante 3 horas a temperatura de 130 a 140° . Después de enfriar hasta temperatura ambiente, se aísla por
10. filtración el producto de condensación, de color amarillo, se le lava con nitrobenzeno y metanol y se le seca.
- 8,0 partes de este producto de condensación se suspenden en 100 partes de nitrobenzeno y se añaden 6,0 partes de 3-aminobencen-(delta-hidroxiutil)-sulfamida disueltas en
15. 10 partes de acetona. Se calienta a temperatura de 180 a 185° y se prosigue la agitación a esta temperatura durante 6 horas todavía. Después de enfriar hasta la temperatura ambiente, se aísla por filtración el producto de la reacción, se le lava con acetona y por último con agua y se le seca.
20. 10 partes del producto así obtenido se vierten y se disuelven, lentamente y con agitación, a temperatura de 8 a 10° , en 180 partes de monohidrato de ácido sulfúrico. Luego se vierte en unas 800 partes de agua helada y se separa por filtración. La torta de filtro, húmeda, se suspende en 500
25. partes de agua y se neutraliza con lejía sódica. A continuación se separa por filtración y se seca en vacío a temperatura de 60 a 70° .

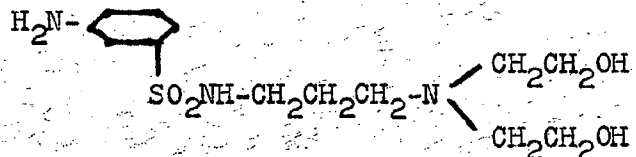
Este colorante, de la fórmula

265702

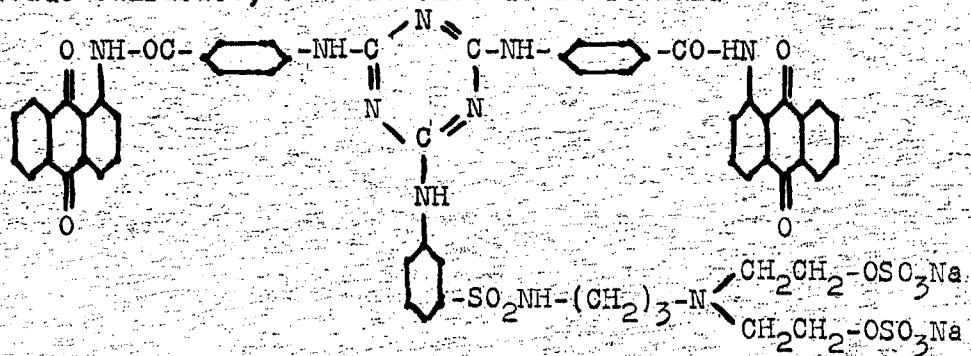


es tinteable incluso en frío y tinte el algodón y la celulosa regenerada, en tina de bisulfito alcalino, con tonalidades amarillas sólidas.

5. Si en este ejemplo se emplea, en lugar de las 6,0 partes de 3-aminobencensulfon-N-(delta-hidroxiutil)-amida, la cantidad equimolecular de 3-aminobencensulfon-N,gamma-(N⁺, N'-bis-hidroxiutil)-aminopropilamida de la fórmula



10. (que se puede obtener por condensación de sulfocloruro de m-nitrobenzono con N,N-dioxiutilpropilendiamina-(1,3) y reducción consecutiva), se obtiene, después de la esterificación con ácido sulfúrico, el colorante de la fórmula



Este colorante es tinteable incluso en frío y tinte el algodón y la celulosa regenerada con tonalidades amarilla de muy buenas propiedades de solidez.



E J E M P L O 6.

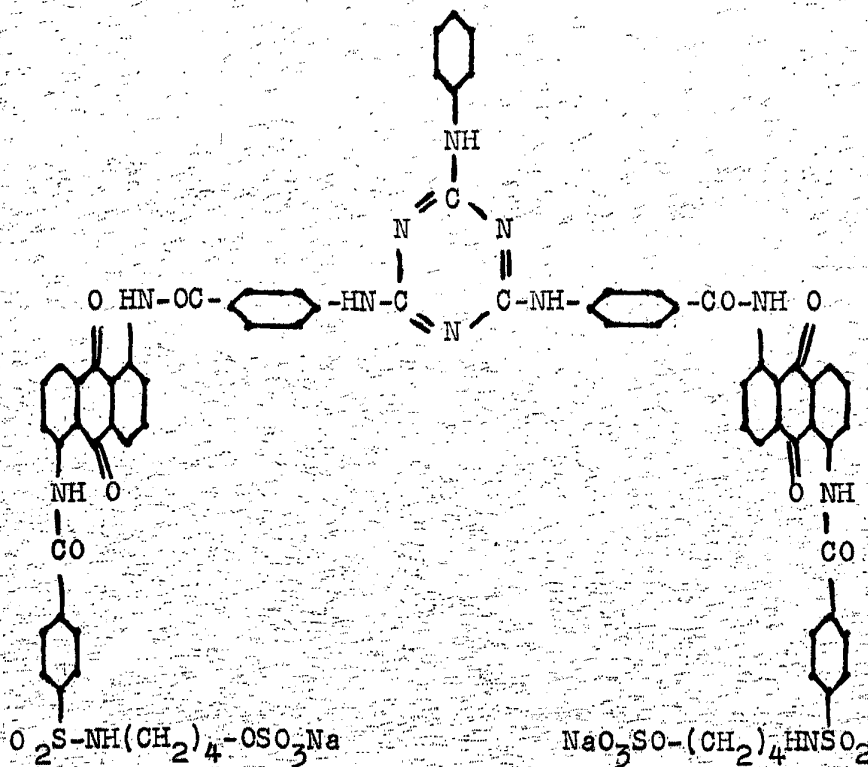
- 7,8 partes de 2,4-bis-(4'-carboxifenilamino)-6-cloro-1,3,5-triazina se disuelven, por calentamiento a 110° en el curso de 3 horas, en 200 partes de nitrobenzeno con 8,0 partes de cloruro de tionilo, para transponer al correspondiente cloruro de ácido bicarboxílico. Después de la destilación en vacío del cloruro de tionilo excedente, se introducen a 100° 10,7 partes de 1-amino-5-nitroantraquinona y se calienta durante 6 horas a temperatura de 130 a 140°. A continuación se añaden todavía 10 partes de anilina y se prosigue la agitación durante 1 hora más. Después del enfriamiento, se aísla por filtración el producto de condensación, de color amarillo, y se le reduce consecutivamente a diamina con exceso de fenilhidrazina en o-diclorobenceno. 3,3 partes de esta amina se disuelven luego en 100 partes de nitrobenzeno hierviente y, después de enfriar hasta 130°, se tratan con una solución caliente de 2,8 partes de sulfobicloruro del ácido p-benzoico en 50 partes de nitrobenzeno. Seguidamente se añaden 0,3 partes de piridina anhidra y se calienta, con buena agitación, a 130° durante 4 horas. Después del enfriamiento, se separa por filtración el colorante amarillo y el material del filtro de succión se agita a temperatura de 120 a 125° en 100 partes de nitrobenzeno. A continuación se instilan, en el curso de 1 hora, 2,7 partes de 4-aminobutanol en 30 partes de nitrobenzeno y se prosigue calentando, con agitación, durante 6 horas a temperatura de 120 a 125° y durante 2 horas más a temperatura de 145°. Después del enfriamiento, se aísla por filtración la suspensión de colorante, de color pardo amarillento, se lava con alcohol y agua y se seca en vacío a 70°.
5. 10. 15. 20. 25. 30.
- 10 partes del producto así obtenido se disuelven lenta-



265702

5. mente y con agitación, a temperatura de 8 a 10°, en 200 partes de monohidrato de ácido sulfúrico. A continuación se vierte en agua helada y se filtra. La torta de filtro, húmeda, se suspende en 500 partes de agua y se neutraliza con solución de hidróxido sódico. Luego se filtra y se seca en vacío a temperatura de 60 a 70°.

El colorante, de la fórmula presunta



tiñe el algodón y la celulosa regenerada con tonalidades amarillas sólidas.

10. Si en este ejemplo se emplea, en lugar de la 2,4-bis-(4'-carboxifenilamino)-6-cloro-1,3,5-triazina, la misma cantidad de 2,4-bis-(3'-carboxifenilamino)-6-cloro-1,3,5-triazina, se obtiene un colorante de propiedades igualmente buenas.

E J E M P L O 7.

15. 8,4 partes de aminoacodiantrona se calientan a temperatura de 170 a 180°, durante 9 horas y con agitación, con

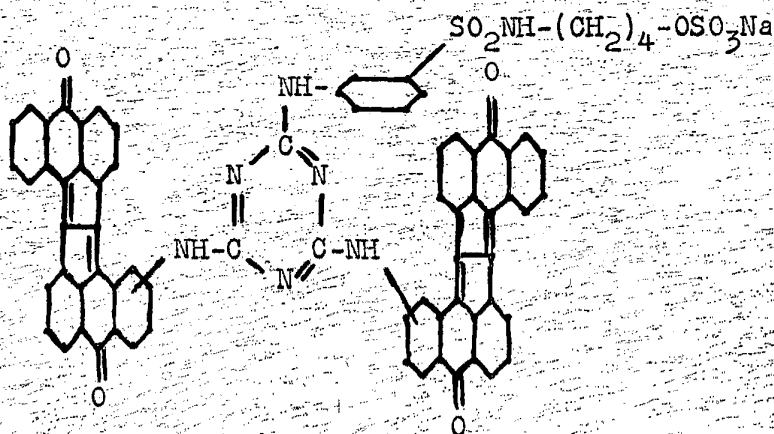


205702

5. 1,8 partes de cloruro de triclorógeno en 150 partes de nitro-benceno seco, hasta el final de la condensación. Seguidamente se instilan en el curso de una hora 6,0 partes de 3-aminobencen-sulfon-N-(delta-hidroxi-butyl)-amida diluidas con 10 partes de dioxano. Se prosigue la agitación a 180° durante 6 horas to-davía, y luego se deja enfriar hasta la temperatura ambiente. Se aísla el colorante por filtración, se le lava con alcohol y se le seca en vacío a 70°.

10. 10 partes del producto así obtenido se vierten y se disuelven, lentamente y con agitación, a temperatura de 8 a 10°, en 200 partes de monohidrato de ácido sulfúrico. Lue-go se vierte sobre 1000 partes de agua y se filtra. La torta de filtro, húmeda, se suspende en 400 partes de agua y se neu-traliza con solución de hidróxido sódico; a continuación se filtra y se seca en vacío a temperatura de 60 a 70°.

Este colorante, de la fórmula



tiñe el algodón y la celulosa regenerada, en tina de bisulfito alcalino, con tonalidades pardas muy sólidas.

E J E M P L O 8.

20. 13,6 partes del producto de condensación de 1 mol de 4,6-dicloro-2-[(5')-benzoylaminoantraquinonil-(1')-amino]-1,3,5-triazina y 1 mol de 1-aminoantraquinona (obtenida por condensa-



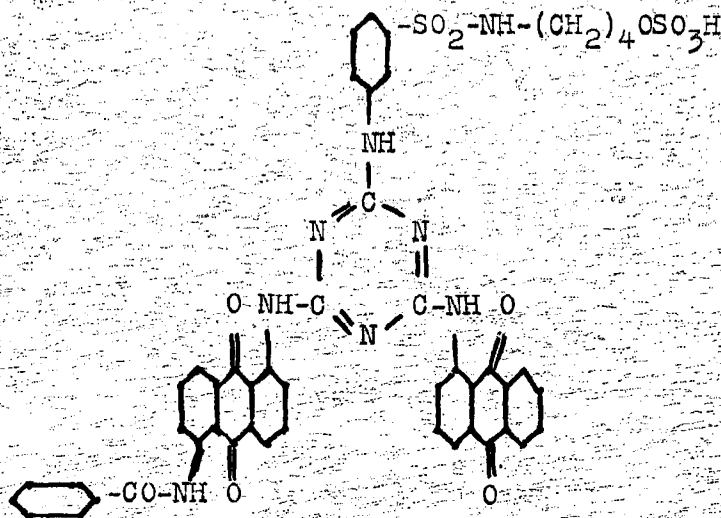
205702

ción a 160° en nitrobencono) se calientan a temperatura de 180 a 185°, con agitación durante 6 horas, con 14,6 partes de 3-aminobencen-(delta-hidroxitil)-sulfamida. Después del enfriamiento, se filtra, se lava con benceno, alcohol y agua y se seca.

5.

10 partes del producto de condensación así obtenido se vierten y se disuelven a temperatura de 0 a 5°, lentamente y con agitación, en 180 partes de ácido sulfúrico al 96%. Se termina la elaboración en forma análoga a la del ejemplo 1. El nuevo colorante corresponde como ácido libre a la fórmula

10.



El algodón y la celulosa regenerada se tiñen, procediendo según el método indicado en el ejemplo 1, con tonalidades de color amarillo dorado, de excelentes propiedades de solidez.

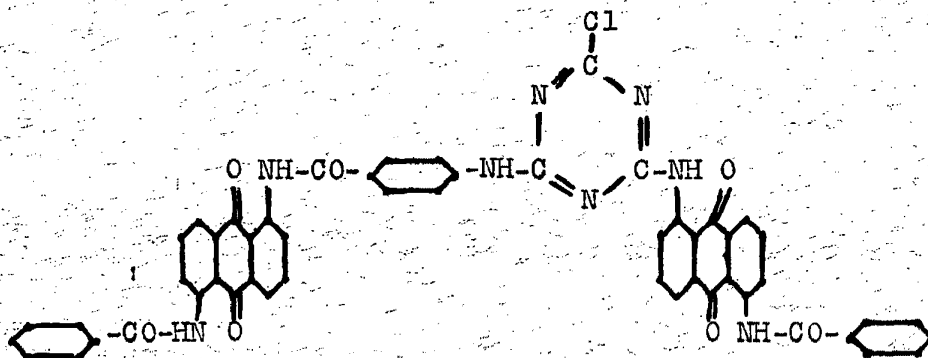
15.

EJEMPLO 9.

18,3 partes del colorante de la fórmula

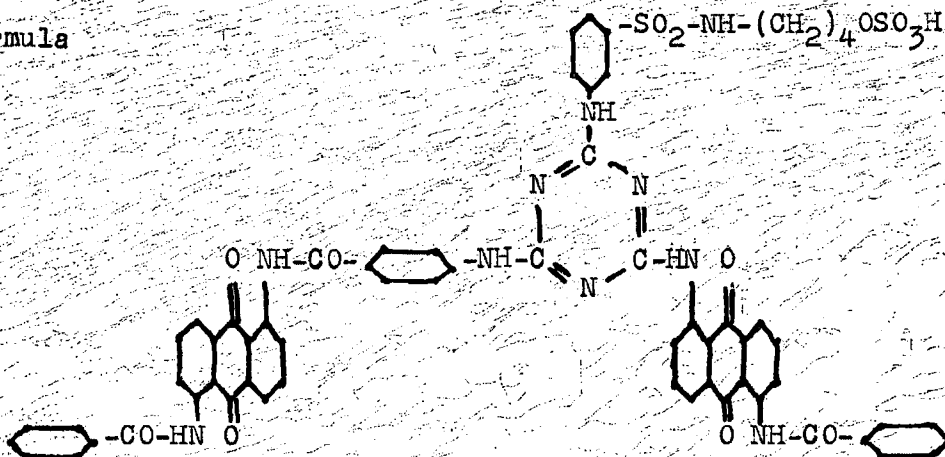


205102



5. se calientan a temperatura de 180 a 185°, durante 6 horas y con agitación, en 180 partes de nitrobenzono, con 14,6 partes de 3-aminobencen-(delta-hidroxitil)-sulfamida. Después del enfriamiento, se filtra, se lava con benceno, alcohol y agua y se seca.

10. 10 partes del producto de condensación así obtenido se vierten y se disuelven a temperatura de 0 a 5°, lentamente y con agitación, en 180 partes de ácido sulfúrico al 96%. La elaboración se termina en forma análoga a la expuesta en el ejemplo 1. El nuevo colorante corresponde como ácido libre a la fórmula



15. El algodón y la celulosa regenerada se tiñen, procediendo según el método indicado en el ejemplo 1, con tonalidades de color anaranjado dorado, de excelentes propiedades de solidez.

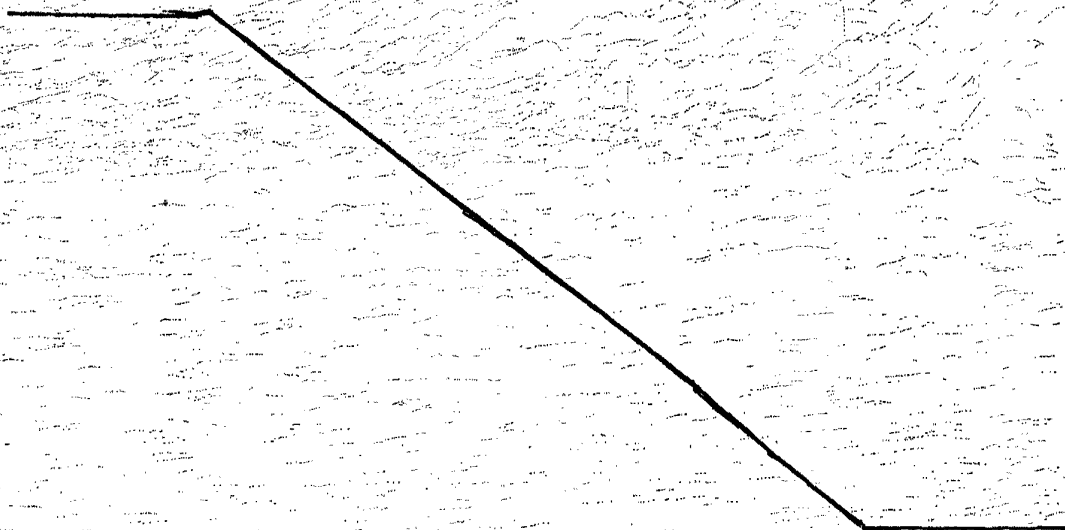


El colorante de la fórmula (1) puede prepararse de la manera siguiente:

14 partes de 1-aminoantraquinon-6-(4'-oxibutil)-sulfamida (preparada por condensación de 6-sulfocloruro de 1-nitroantraquinona con 4-aminobutanol y reducción con sulfhidrato sódico en solución acuosa) se calientan a 150-155°, durante 5 horas y con agitación, en 150 partes de nitrobenzono, con 4,5 partes de 2-fenil-4,6-diclorotriazina-(1,3,5). Después del enfriamiento, se separa por filtración el colorante cristalizado, se le lava con alcohol y se le seca.

La invención, dentro 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.

= . =





265102

N O T A

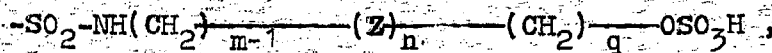
Descrito el invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridades suizas Nº 2306/60 del 1 de marzo de 1.960 y Nº 1206/61 del 2 de febrero de 1.961, existiendo en ambas unidad de invención.

- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
1. Procedimiento para la preparación de colorantes de tina antraquinónicos, caracterizado por: a) combinarse dos colorantes antraquinónicos con por lo menos un compuesto triazínico dihalogenado, eligiendo al mismo tiempo los materiales de partida de modo que uno, por lo menos, de los dos núcleos antraquinónicos y/o un núcleo aromático eventualmente existente en el compuesto triazínico presenten un grupo sulfon-N-(sulfatoalquil)-amido con 3, por lo menos, átomos de carbono entre el grupo sulfato y el átomo de nitrógeno amídico, o ; b) esterificarse, con agentes sulfatantes, colorantes correspondientes que, en vez del grupo sulfato, presentan un grupo hidroxilo, o ; c) amidarse colorantes de tina antraquinónicos que presentan dos radicales antraquinónicos iguales o diferentes, ligados entre sí por un puente 1,3,5-triazínico, y por lo menos un grupo sulfohaluro o halogentriazínico, con sulfato-alquilaminas que contienen 3, por lo menos, átomos de carbono entre el grupo sulfato y el grupo amino reaccionante con el grupo haluro.
 2. Procedimiento en conformidad con lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por emplearse materiales de partida de los que uno por lo menos presenta por lo menos un



265702

radical de la fórmula



en la que

n significa 1 ó 2,

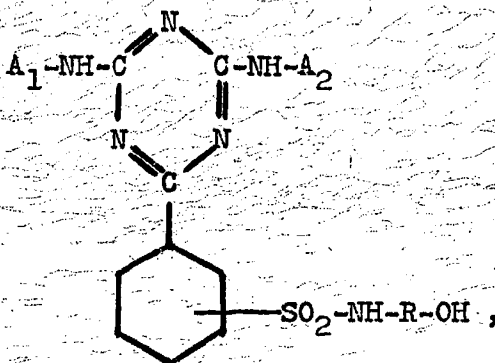
m y q significan cada uno 2 ó 3, y

5. Z significa uno de los grupos $-\text{CH}_2-$, $-\text{O}-$, $-\text{S}-$ o, sobre todo, $-\text{N}-$ o bien $-\text{N}-$,
 $\text{C}_{p-1}\text{H}_{2p-1}$ $(\text{CH}_2)_p-\text{OSO}_3\text{H}$

donde p representa un número entero por valor de 6 a lo sumo.

3. Procedimiento en conformidad con lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por tratarse con un agente sulfatante un colorante de la fórmula

10.



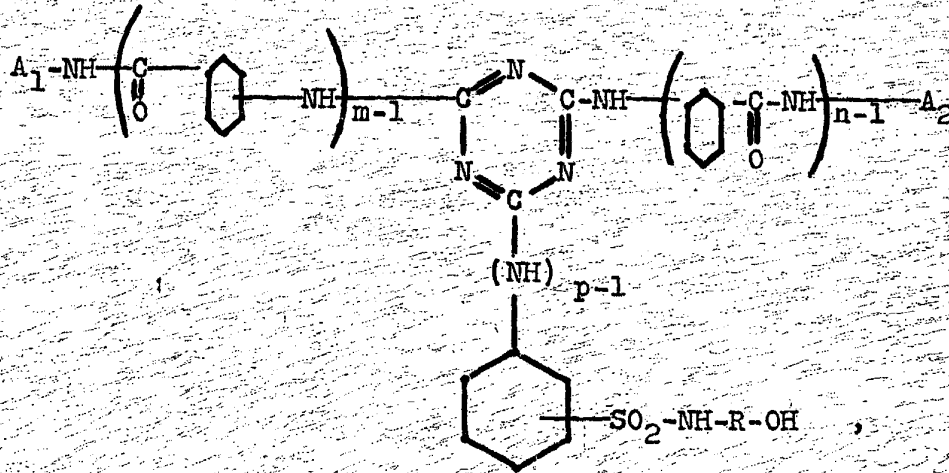
en la que

A₁ y A₂ significan radicales antraquinónicos y

R significa una cadena alquilénica con 4 a 5 átomos de carbono.

15.

4. Procedimiento en conformidad con lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por tratarse con un agente sulfatante un colorante de la fórmula



en la que

m, n y p significan cada uno un número entero por valor de 2 a lo sumo,

A₁ y A₂ significan radicales antraquinónicos y

R significa una cadena alquilénica con 4 a 5 átomos de carbono.

5.

5. Procedimiento en conformidad con lo definido en una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por emplearse como agente sulfatante ácido clorhídrico concentrado.

10.

6. Procedimiento en conformidad con lo definido en la reivindicación 5, caracterizado por efectuarse la reacción con ácido sulfúrico concentrado a temperaturas entre 0 y 30°.

15.

7. Procedimiento en conformidad con lo definido en una de las reivindicaciones 5 y 6, caracterizado por emplearse, por 1 parte de la sulfonoxilalquilamida de colorante de tina, 5 partes, por lo menos, de ácido sulfúrico.

20.

8. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que una variante del mismo, se caracteriza por hacerse reaccionar colorantes de tina que presentan dos núcleos antraquinónicos ligados entre sí por un puente halogentriazínico, con aminas aromáticas que presentan un grupo sulfón-N-(sulfatoalquil)-amido con 3, por lo menos, átomos de carbono en la cadena alifática,



265702

para formar productos de condensación triaminotriazínicos.

9. Procedimiento para la preparación de colorantes de tina antraquinónicos.

5. Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 26 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Barcelona, para Madrid, a 28 de febrero de 1.961.

CIBA SOCIETE ANONYME.

p. a.

JAIME ISERN MALLÉS
P.F.



R/pp.
tr:sb.
M: rm.