



272229

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE NUEVOS COLORANTES DE TINA", a favor de la firma suiza CIBA SOCIÉTÉ ANONYME, residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

- Este invento se refiere a nuevos colorantes de tina que presentan por lo menos un grupo sulfatoalquilamino unido a un núcleo que contiene dos átomos de nitrógeno en un anillo heterocíclico o a un radical triazínico exento de cloro, y por lo menos 4, y de preferencia por lo menos 5, anillos condensados o por lo menos 2 radicales antraquinónicos. El concepto "colorantes de tina" abarca los colorantes que por reducción pueden convertirse a una forma llamada "leuco" o "tina", que presenta para las fibras de celulosa natural o regenerada mejor afinidad que la
- 5.
- 10.

272229



- forma no reducida, y que se puede volver por oxidación otra vez al sistema cromóforo primitivo. Como colorantes de tina apropiados cabe mencionar en particular los de la serie antraquinónica, por ejemplo los que contienen un núcleo antraquinónico y además anillos condensados, de preferencia por lo menos 2 anillos carbocíclicos o heterocíclicos condensados, o que se componen de varias unidades antraquinónicas, así como los colorantes de tina de la serie del ácido perileno-tetra-carboxílico. Como es natural, los colorantes pueden
5. contener además los substituyentes habituales en los colorantes de tina, como por ejemplo átomos de halógeno, grupos alcoxi o grupos acilamino, pero deben presentar por lo menos un grupo sulfatoalquilamino unido a un núcleo que presente 2 átomos de nitrógeno en un anillo heterocíclico o a un
10. anillo triacínico exento de cloro. Sumamente valiosos son los colorantes de tina de la clase mencionada que presentan como único grupo acuosolubilizante uno o varios grupos sulfatoalquilamino con cadenas de alquileo inferior rectas o ramificadas.
15. Se llega a los nuevos colorantes si se trata con agentes sulfatantes un colorante de tina que presente por lo menos 4, y de preferencia por lo menos 5, anillos condensados o por lo menos 2 radicales antraquinónicos y un grupo hidroxilamino unido a un núcleo que presente 2 átomos de
20. nitrógeno en un anillo heterocíclico o a un anillo triazínico exento de cloro.
25. Para la preparación de los colorantes de tina iniciales que presentan un grupo hidroxilalquilamino del tipo mencionado, se puede condensar un compuesto heterocíclico polihalogenado que presente 2 a 3 átomos de hidrógeno
- 30.



272229

- en un anillo pentagonal o hexagonal, por ejemplo cloruro de ácido ciamelúrico, cloruro de triclanógeno, bromuro de triclanógeno, tri- y tetracloropirimidina, tetracloropiridazina, dicloroquinoxalina y análogos, de una parte con un colorante de tina que presente un grupo amino acilable y por lo menos 4, y de preferencia por lo menos 5, anillos condensados o por lo menos 2 radicales antraquinónicos, y de otra parte hidroxilaminas primarias o secundarias.
- 5.
- Al emplear cloruro o bromuro de triclanógeno, la condensación ha de efectuarse de manera que se obtengan productos provistos de grupos hidroxialquilamino que no presenten ya en el núcleo triazínico ningún átomo de halógeno.
- 10.
- Como colorantes de tina que contienen grupos amino acilables y con por lo menos 4 anillos condensados o por lo menos 2 núcleos antraquinónicos, entran en consideración, por ejemplo:
- 15.
- la 4-aminoantraquinon-2,1(N)-acridona,
 - la 5-amino-1,9-isotiazolantrona,
 - la 4- ó 5-amino-antrapirimidina,
- 20.
- las amino-acediantronas,
 - el 4- ó 5-amino-1,1'-diantrimidocarbazol,
 - el 4- ó 5-amino-5'-benzoilamino-diantrimidocarbazol,
 - el 4-amino-4'-benzoilamino-diantrimidocarbazol,
 - el 4,4'-diamino-1,1'-diantrimidocarbazol,
- 25.
- el 4,5'-diamino-1,1'-diantrimidocarbazol,
 - el 5,5'-diamino-1,1'-diantrimidocarbazol,
 - las 4-aminoantrapiridonas,
 - la aminodibenzantrona,
 - la aminoisodibenzantrona,
- 30.
- la aminoantantrona,

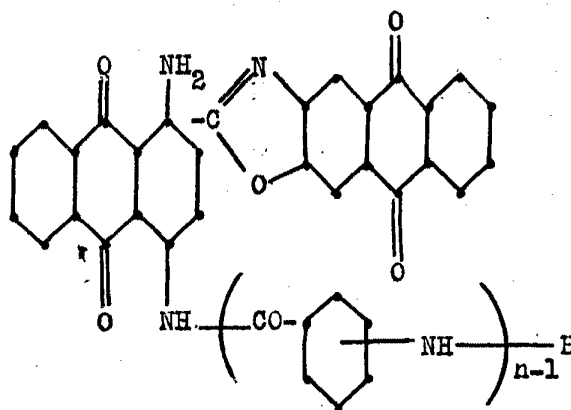


272229

- la aminobenzantrona,
- la aminoflavantrona,
- la aminopirantrona,
- la aminodibenzopirenquinona,

5. asi como los compuestos de las fórmulas

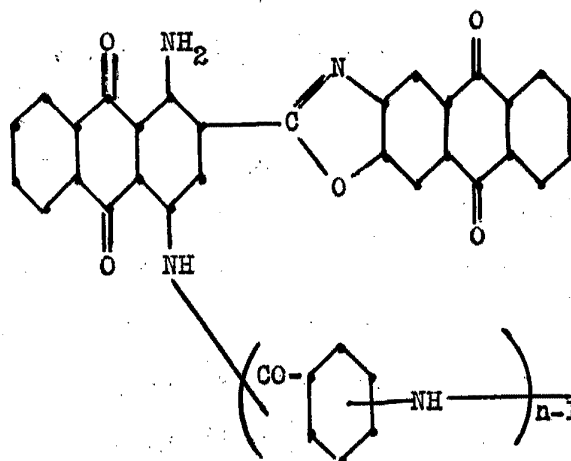
10.



y

15.

20.



(donde $\underline{n} = 1 \text{ ó } 2$)

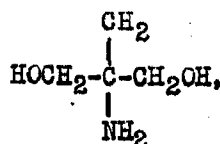
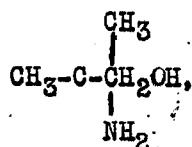
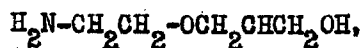
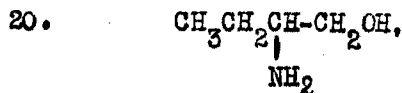
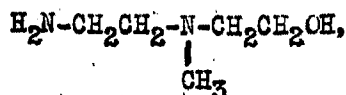
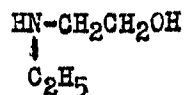
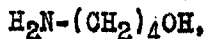
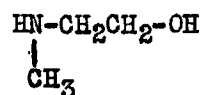
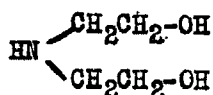
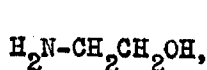
25



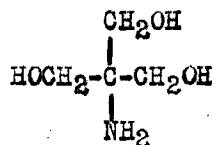
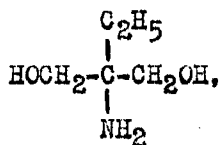
272229

Estos colorantes de tina provistos de grupo amino se tratan convenientemente con agentes de acilación que contienen el anillo cianúrico en enlace externo, por ejemplo haluros de ácido triazinilaminobenzoico.

5. En concepto de hidroxialquilaminas entran en consideración, según el procedimiento aquí expuesto, de preferencia las que contienen 2 a 8 átomos de carbono, y de hecho tanto las de cadena recta como las provistas de radicales alquilo ramificados. Como ejemplos cabe mencionar
10. las hidroxialquilaminas de las fórmulas siguientes:



272229



5. Para la condensación es conveniente elegir las proporciones molares de modo que por uno o dos grupos amino acilables del colorante de tina inicial entre por lo menos una molécula del compuesto polihalogenado, y luego reemplazar en el producto de condensación originado otros átomos de halógeno, por reacción con las hidroxialquilaminas mencionadas. En el caso de productos de condensación triazínicos, deben reemplazarse por grupos hidroxialquilamino todos los átomos de helógeno.
- 10.
15. La sulfatación de los grupos hidroxilo en los productos de condensación así obtenidos puede llevarse a cabo por métodos ya de sí usuales, por ejemplo mediante ácido sulfúrico concentrado, para mayor conveniencia con ácido sulfúrico al 100% o con óleum al 1 a 10% a temperatura ambiente o con calentamiento. En ciertos casos es factible también
20. la sulfatación por medio de ácido clorosulfónico, para mayor conveniencia en aminas terciarias como la piridina.
- Los colorantes obtenidos según el procedimiento aquí expuesto son nuevos. Se prestan para teñir los más diversos materiales, pero en particular para teñir o estampar
25. materiales textiles de celulosa natural o regenerada por los procedimientos ordinarios de tinte en tina y estampación. Las tinturas y los estampados que así se obtienen se distinguen por excelentes propiedades de solidez a la luz
30. y a la mojadura. En general, la solidez a la ebullición en



5. sosa es también excelente. Las tinturas obtenidas con los colorantes de este invento son también sólidas al lavado en seco y a la migración. Los tejidos teñidos pueden por lo tanto estratificarse con resinas artificiales, por ejemplo con cloruro de polivinilo, sin que el colorante emigre hacia dentro del plástico, cosa importante sobre todo para la preparación de cueros o pieles artificiales.

10. Los colorantes preparados según este invento se pueden tinar por lo general con mucha facilidad, a menudo y a temperatura ambiente y eventualmente con agentes de reducción suaves, y presentan muy buena capacidad de igualización y de penetración del tinte. Gracias a la fácil tinabilidad de estos colorantes, puede renunciarse a la preparación de polvos o pastas de dispersión fina.

15. En los ejemplos que siguen, las partes significan, en tanto no se exprese otra cosa, partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso; las temperaturas están registradas en grados Celsius. Entre una parte en peso y un volumen existe la misma proporción que entre el gramo y el mililitro.

20. EJEMPLO 1

25. 20 partes de aminodibenzantrona (contenido de nitrógeno= 3,67%) se suspenden con agitación en 300 partes de nitrobenceno seco y se calienta a temperatura de 160 a 170°. A continuación se añade la solución de 13 partes de cloruro de triclorógeno en 80 partes de nitrobenceno, se trata con 0,5 partes de piridina anhidra y se prosigue la agitación durante 12 horas a 170°. Después de enfriar a 30°, se aísla por filtración el producto de cianuración

30. y se le lava con nitrobenceno. El material del filtro de



272229

gris azulado a un negro azulado de muy buenas propiedades de solidez frente a la mojadura y excelente solidez a la luz.

5. Se llega a un colorante de propiedades semejantes si en la esterificación, en lugar de la cantidad indicada de ácido sulfúrico al 100%, se emplea la misma cantidad de ácido clorosulfónico a temperatura de 0 a 4° o la misma cantidad de o-diclorobenceno, que contenga 27 partes de piridina y 48 partes de ácido clorosulfónico, con calentamiento durante varias horas a 60°.
- 10.

EJEMPLO 2

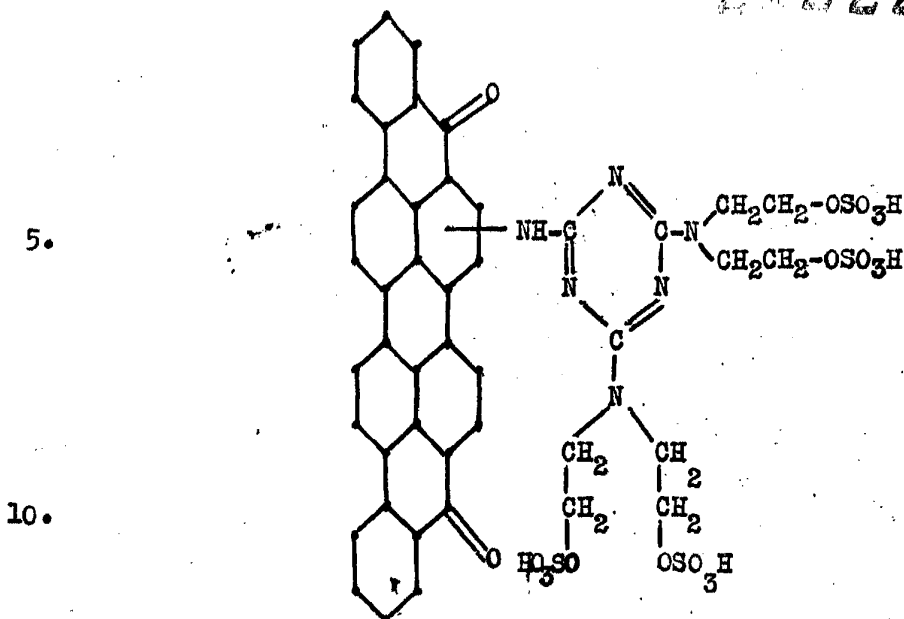
- 25 partes del producto de condensación de 20 partes de aminodibenzantrona (contenido de nitrógeno = 3,48%) y 13 partes de cloruro de triclorógeno se incorporan en pequeñas porciones y a temperatura de 160 a 170° a 200 partes de dietanolamina y se agita durante 3 horas a dicha temperatura. Después de enfriar, se vierte en agua y se aísla por filtración el producto de la reacción; se le lava a fondo con agua y acetona y se le seca en vacío a 90°.
- 15.

20. El producto de condensación seco se incorpora luego gradualmente a 300 partes de monohidrato de ácido sulfúrico y se agita a temperatura ambiente durante 3 horas. A continuación se vierte en agua helada, se aísla por filtración el colorante, se le lava hasta neutralidad y se le seca en vacío a 80°.
- 25.

El colorante de la fórmula presenta



272229



15. se tina con mucha facilidad y tiñe el algodón y la celulosa regenerada, en tina violeta de bisulfito, con tonos de un gris azulado a negro azulado, de muy buenas propiedades de solidez frente a la mojadura.

E J E M P L O 3

20. 9 partes de aminodibenzantrona (contenido de nitrógeno = 3,21%) se suspenden con agitación en 200 partes de nitrobeneno seco y se calienta a temperatura de 160 a 170°. A continuación se añade la solución de 6 partes de 2,4,5,6-tetracloropirimidina disueltas en 50 partes de nitrobeneno, se trata seguidamente con 0,5 partes de piridina

25. y se prosigue la agitación durante 20 horas a 130°. Después de enfriar hasta temperatura ambiente, se aísla por filtración el producto de condensación y se le lava con nitrobeneno y luego con acetona. Este material del filtro de succión se incorpora entonces, agitando, en pequeñas porciones y a

30. temperatura de 150 a 160°, a 100 partes de monoetanolamina

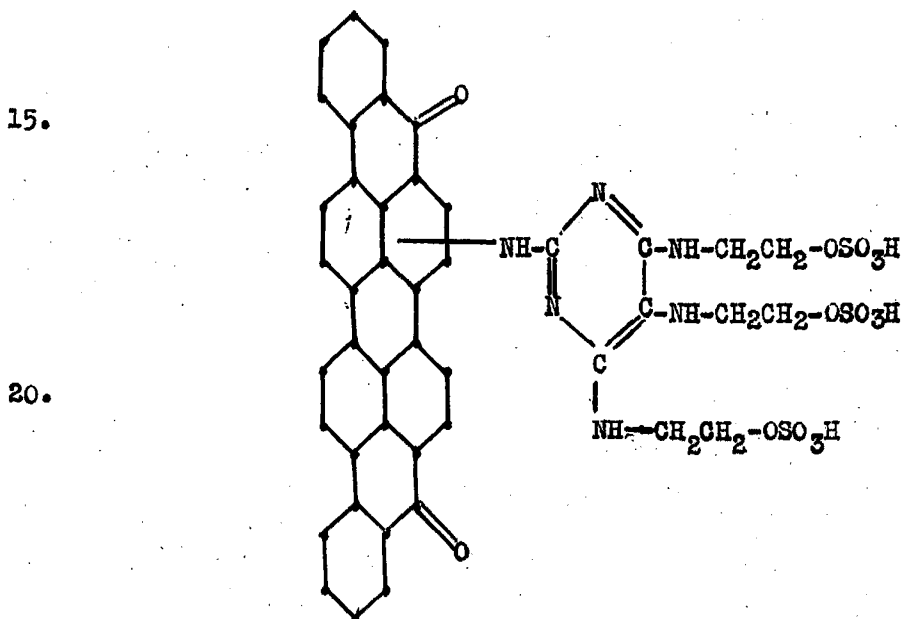


202229

y se hierve 2 horas en reflujo. Después del enfriamiento, se vierte en agua y se aísla por filtración el producto de la reacción; se le lava con agua, luego con acetona y por último se seca en vacío a 70°.

5. El producto seco se incorpora seguidamente en pequeñas porciones a 170 partes de monohidrato de ácido sulfúrico y se esterifica a temperatura ambiente durante 2 horas. Luego se vierte la preparación en agua helada, se aísla el colorante por filtración, se le lava con agua hasta neutralidad y se le seca en vacío a 80°.

El nuevo colorante, de la fórmula presenta



25. se tina con mucha facilidad y tinte el algodón y la celulosa regenerada, en tina de bisulfito alcalino, con tonos grises de muy buenas propiedades de solidez.

Se obtienen colorantes de propiedades análogas si



72229

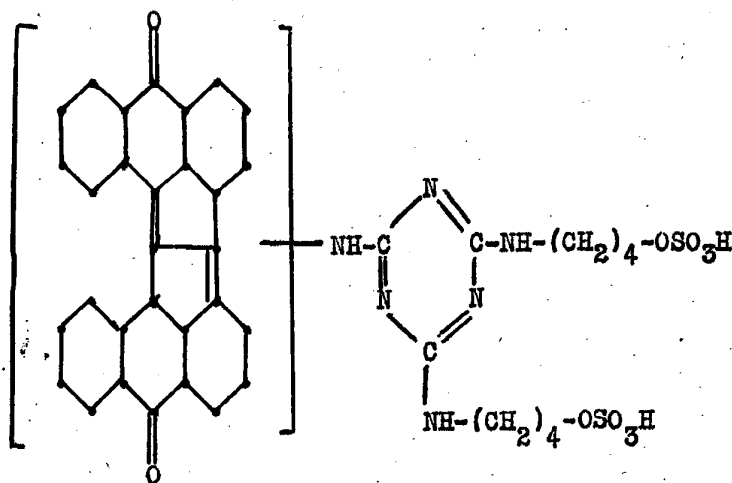
en este ejemplo, en lugar de la 2,4,5,6-tetracloropirimidina, se emplea la cantidad equivalente de 2,4,6-tricloropirimidina o la cantidad correspondiente de 2,4,6-tribromopirimidina.

5. EJEMPLO 4

- 5 partes de aminoacidiantrona, 4 partes de cloruro de triclorógeno y 100 partes de nitrobenzono seco se agitan durante 8 horas a temperatura de 170 a 180°. Después de enfriar hasta temperatura ambiente, se aísla por filtración el producto de la cianuración, se le lava con nitrobenzono y acetona y luego se le incorpora en pequeñas porciones a 50 partes de 4-aminobutanol. Se calienta la suspensión durante varias horas a temperatura de 110 a 120°, se deja luego enfriar y se aísla por filtración el producto de la reacción.
10. El material del filtro se lava con acetona y se esterifica a temperatura ambiente por reprecipitación en 20 veces la cantidad de ácido sulfúrico al 100%. Se vierte entonces la mezcla sobre agua helada y se aísla el colorante de la fórmula
- 15.

20.

25.





212229

por filtración. El material del filtro de succión se empasta con agua, se ajusta a pH 8,5 con solución de hidróxido sódico y se concentra en vacío a temperatura de 60 a 70° hasta sequedad.

5. Con este colorante se tiñen el algodón y la celulosa regenerada, en tina de bisulfito, con tonos pardos, muy sólidos.

Si en este ejemplo se emplea, en lugar del 4-amino-butanol, la misma cantidad de N-metiletanolamina o de 3-aminopropanol, se obtienen colorantes con propiedades tintóreas análogas.

EJEMPLO 5

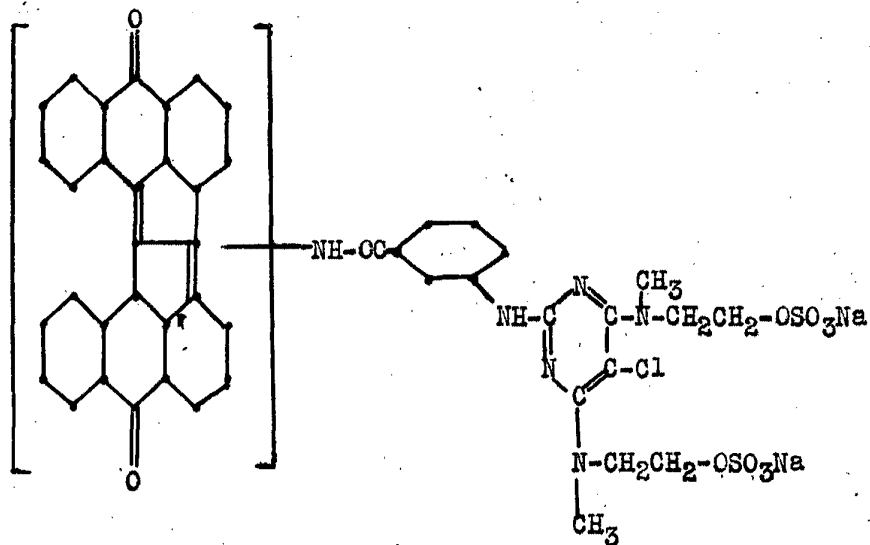
- 7,6 partes de 2-(3'-carboxifenilamino)-4,5,6-tricloropirimidina se transforman en el cloruro de ácido carboxílico correspondiente en 100 partes de nitrobenzono seco con 4 partes de cloruro de tionilo, por calentamiento a temperatura de 95 a 97° durante 2 horas con buena agitación.
15. Después de añadir 8,4 partes de aminoacidiantrona y 0,1 parte de piridina, se condensa con buena agitación a temperatura de 140 a 150° durante 3 horas. Después del enfriamiento, se filtra la suspensión parda, se la lava con nitrobenzono, luego con alcohol y a continuación se le incorpora en pequeñas porciones a 150 partes de dioxano y 50 partes de N-metiletanolamina. Se calienta durante 3 horas a temperatura de 100 a 105°, se deja luego enfriar y se aísla por filtración el producto de la reacción. La torta del filtro se lava con dioxano y luego con acetona y se esterifica por reprecipitación en 15 veces la cantidad de ácido sulfúrico al 100%, a temperatura de 6 a 8°. La mezcla de
20. ácido sulfúrico se vierte en agua helada y se aísla por fil-
- 25.
- 30.



12229

tración el colorante. El material del filtro de succión se empasta con un poco de agua, se ajusta a pH 8 con solución de hidróxido sódico y se seca en vacío a 60°. El colorante, de la fórmula

5.
10.
15.



tiñe el algodón y la celulosa regenerada, en tina de bisulfito alcalino, con tonos pardos sólidos.

20. La 2-(3'-carboxifenilamino)-4,5,6-tricloropirimidina empleada en este ejemplo, puede obtenerse en forma de agujas incoloras de punto de fusión 203 a 205° mediante, por ejemplo, calentamiento durante 4 horas, a temperatura de 70 a 75°, de una solución acuosoalcohólica al 50% de cantidades moleculares de la sal sódica del ácido 3-aminobenzoico y de 2,4,5,6-tetracloropirimidina.

25. Si en este ejemplo se emplea, en lugar de la 2-(3'-carboxifenilamino)-4,5,6-tricloropirimidina, una cantidad equivalente de 2-(4'-carboxifenilamino)-4,6-dicloro-1,3,5-triazina o de 2-(4'-carboxifenilamino)-4-amino-6-cloro-



212229

1,3,5-triazina, se obtienen colorantes de propiedades análogas.

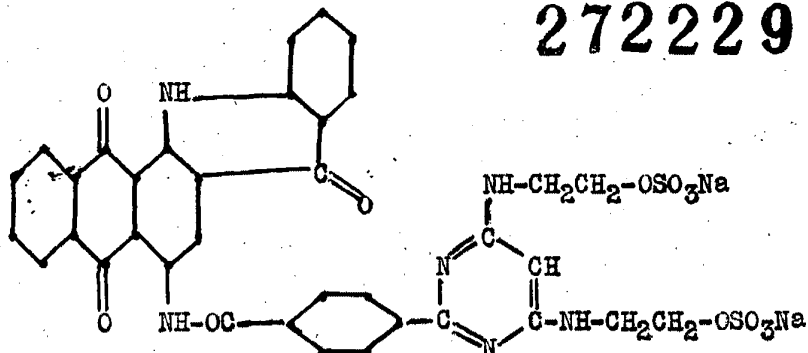
E J E M P L O 6

5. 6,2 partes de 2-(4'-carboxifenilamino)-4,6-dicloro-pirimidina se transforman en el cloruro de ácido carboxílico, en 100 partes de nitrobenceno seco con 4 partes de cloruro de tionilo, por agitación y calentamiento a temperatura de 90 a 100°. Después de añadir 0,1 parte de piridina, se incorporan 6,8 partes de 4-amino-antraquinon-2,1(N)-acridona y se condensa durante 2 horas a temperatura de 120 a 125° y luego durante una hora todavía a temperatura de 145 a 150°. Después de enfriar, se aísla por filtración el producto de acilación, se le lava con alcohol y luego se le deslíe en pequeñas porciones en 100 partes de monoetanolamina.
10. Se calienta durante 3 horas a 110° y después del enfriamiento se vierte sobre agua helada. Se separa por filtración el producto de la reacción, se le lava con agua, luego con acetona y se le seca. Para la esterificación, se incorpora el polvo seco a 100 partes de ácido sulfúrico al 100%, se agita durante 2 horas a temperatura de 4 a 8°, se vierte luego en agua helada y se aísla por filtración el colorante. El material del filtro de succión se empasta con un poco de agua, se ajusta a pH 8 con solución de hidróxido sódico y se concentra en vacío a 60° hasta sequedad.
15. El colorante, de la fórmula
- 20.
- 25.



272229

5.



10.

tiñe el algodón y la celulosa regenerada, en tina de bisulfito alcalino, con tonos azules que tiran al verde, de buenas propiedades de solidez.

15.

La 2-(4'-carboxifenilamino)-4,6-dicloropirimidina empleada en este ejemplo, puede obtenerse en forma cristalina por calentamiento durante varias horas, a temperatura de 70 a 75°, de una solución acuosoalcohólica al 50% de cantidades moleculares de la sal sódica del ácido 4-aminobenzoico y de 2,4,6-tricloropirimidina.

20.

Si en este ejemplo se emplea, en lugar de la 2-(4'-carboxifenilamino)-4,6-dicloropirimidina, la cantidad equivalente de 2-(4'-carboxifenilamino)-4-metil-6-oloropirimidina (que puede obtenerse por calentamiento de una solución acuosoalcohólica al 50% de ácido 4-aminobenzoico y 2,6-dicloro-4-metilpirimidina), se obtiene un colorante de propiedades análogas.

25.

E J E M P L O 7

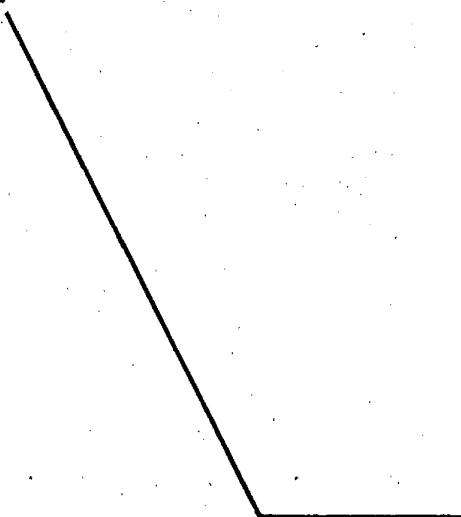
6,85 partes de 2-(3'-carboxifenilamino)-4,6-dicloro-1,3,5-triazina se convierten en el cloruro de ácido carbónico correspondiente con 5 partes del cloruro de tionilo

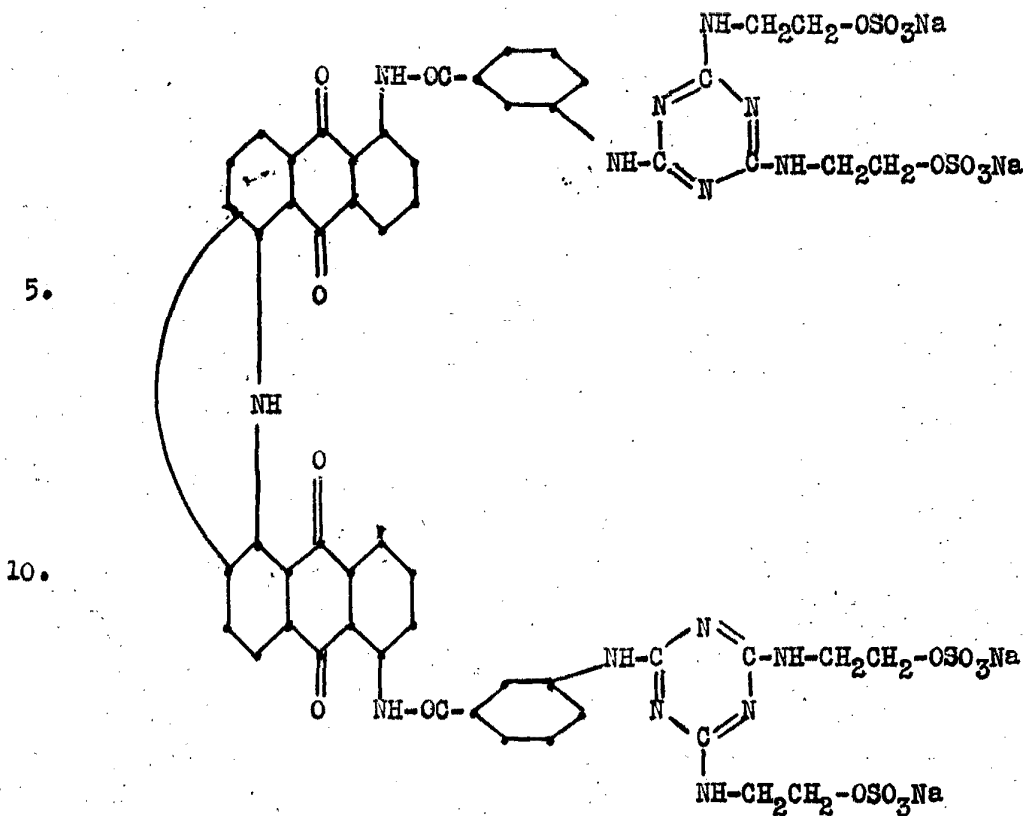


272229

- en 150 partes de nitrobenzeno seco y 0,2 partes de piridina, por agitación y calentamiento a temperatura de 90 a 95° en el curso de 2 a 3 horas. Se separa por destilación en vacío el cloruro de tionilo excedente, se añaden luego 4,6 partes de
5. 5,5'-diamino-1,1'-diantrimidocarbazol y se condensa durante 4 horas a temperatura de 140 a 145° y a continuación durante 6 horas todavía a temperatura de 170 a 180°. Después del enfriamiento, se aísla por filtración el producto de acilación, se le lava con nitrobenzeno y luego con acetona y a
10. continuación se le incorpora en pequeñas porciones a 150 partes de 2-aminoetanol. La suspensión parda se agita durante 4 horas a 105°. Después del enfriamiento, se vierte en agua helada y se aísla por filtración el producto reaccional, se le lava hasta neutralidad y se le seca. Para esterificar,
15. se incorpora el polvo seco a 100 partes de ácido sulfúrico al 100%, se le agita durante 4 horas a temperatura de 5 a 9° y luego se acaba como de ordinario.

El colorante, de la fórmula





15. se tina con facilidad y tñe el algodón y la celulosa regenerada con tonos pardocamarillentos, muy sólidos.

E J E M P L O 8

6,9 partes de 4,5'-diamino-1,1'-diantrimidocarbazol se calientan a temperatura de 160 a 170°, durante 16 horas y agitando, en 250 partes de nitrobenceno y 12,5 partes de cloruro de triclorógeno, con adición de 1,0 parte de piridina. Después del enfriamiento se filtra la suspensión, de color pardo rojizo, y se la lava con nitrobenceno. La torta del filtro de succión, húmeda de nitrobenceno, se suspende a continuación en 200 partes de dioxano y se calienta a 100%, agitando, con 25 partes de 2-amino-2-metil-1,3-propandiol.

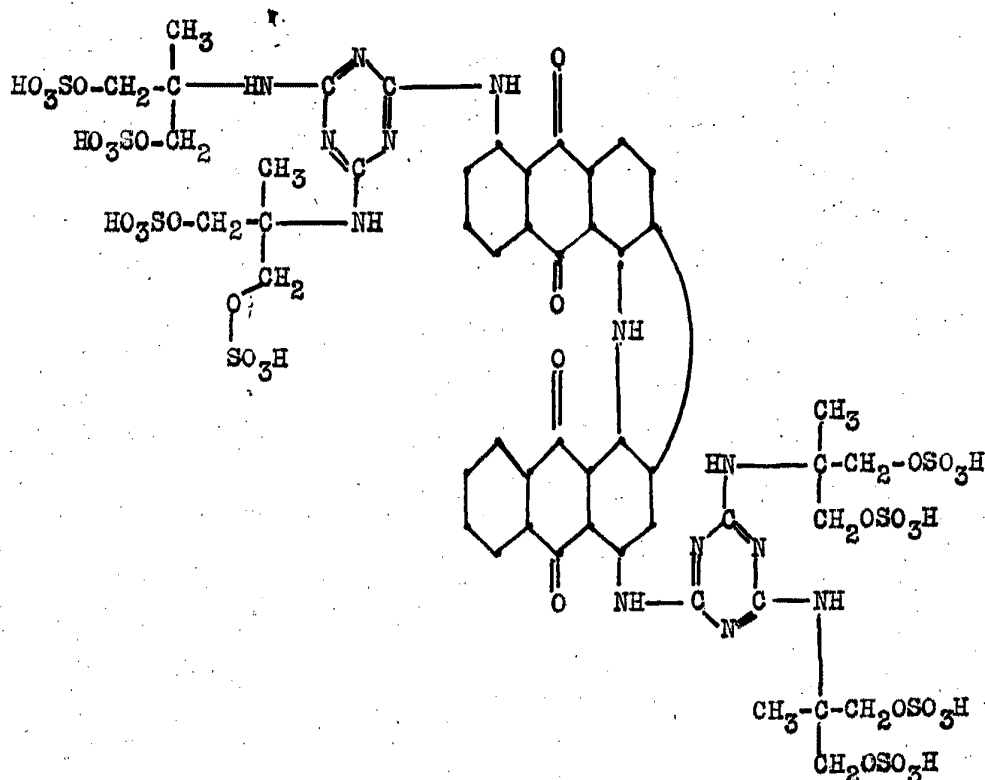


12229

Se mantiene la mezcla en reflujo durante 6 horas y luego se aísla por filtración el producto reaccional. La torta del filtro se lava con dioxano y se seca en vacío a 80°.

5. Para la esterificación, se incorpora la sustancia pulverizada, en pequeñas porciones, a 150 partes de óleum de un contenido de SO₃ del 5%, se agita durante 3 horas y luego se vierte la mezcla cuidadosamente en agua helada. El nuevo colorante, de la fórmula

10.



25.

puede aislarse por filtración y transformarse en la sal sódica por neutralización de la torta del filtro de succión con solución diluida de hidróxido sódico.

30. Este colorante se disuelve fácilmente en la tina y tiñe el algodón y la celulosa regenerada con tonos pardos muy



272229

sólidos.

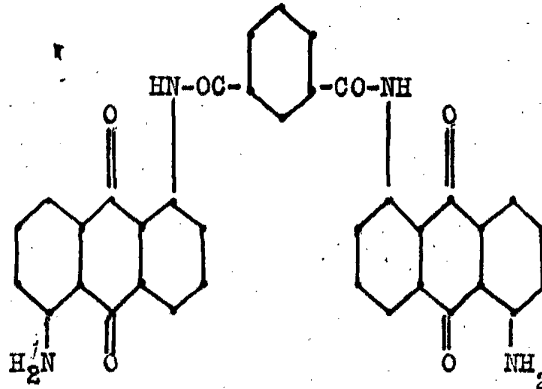
Si en este ejemplo se emplea, en lugar del 2-amino-2-metil-1,3-propandiol, la misma cantidad de 2-amino-butanol o 2-amino-2-metil-1-propanol o tris-(hidroximetil)-aminometano, se obtienen colorantes de propiedades análogas.

5.

EJEMPLO 9

6,1 partes del producto intermediario de colorante de la fórmula

10.



15.

20.

(que puede obtenerse por condensación de 1 mol de bicloruro de ácido isoftálico con 2 moles de 1-amino-5-nitro-antraquinona y reducción consecutiva) se disuelven hirviendo en 200 partes de nitrobeneno seco. Se deja enfriar hasta 170° la solución de color rojo pardusco y luego se le añade la solución de 6,0 partes de cloruro de triclanógeno en 50 partes de nitrobeneno. Después de añadir 0,2 partes de piridina seca, se condensa durante 9 horas a temperatura de 170 a 180°, se deja enfriar y se aísla por filtración el producto de cianuración. Este se lava con acetona y se seca en vacío a 40°.

25.

30.

9,0 partes del producto de cianuración así obte-



272229

- nido se incorporan entonces, a temperatura ambiente, a 150 partes de monoetanolamina y, con agitación, se calienta a temperatura de 100 a 105° durante 3 horas. Después del enfriamiento se vierte en hielo la masa reaccional, se aisla por filtración el producto de reacción, se le lava con agua hasta neutralidad y se le seca en vacío a 70°.
- 5.

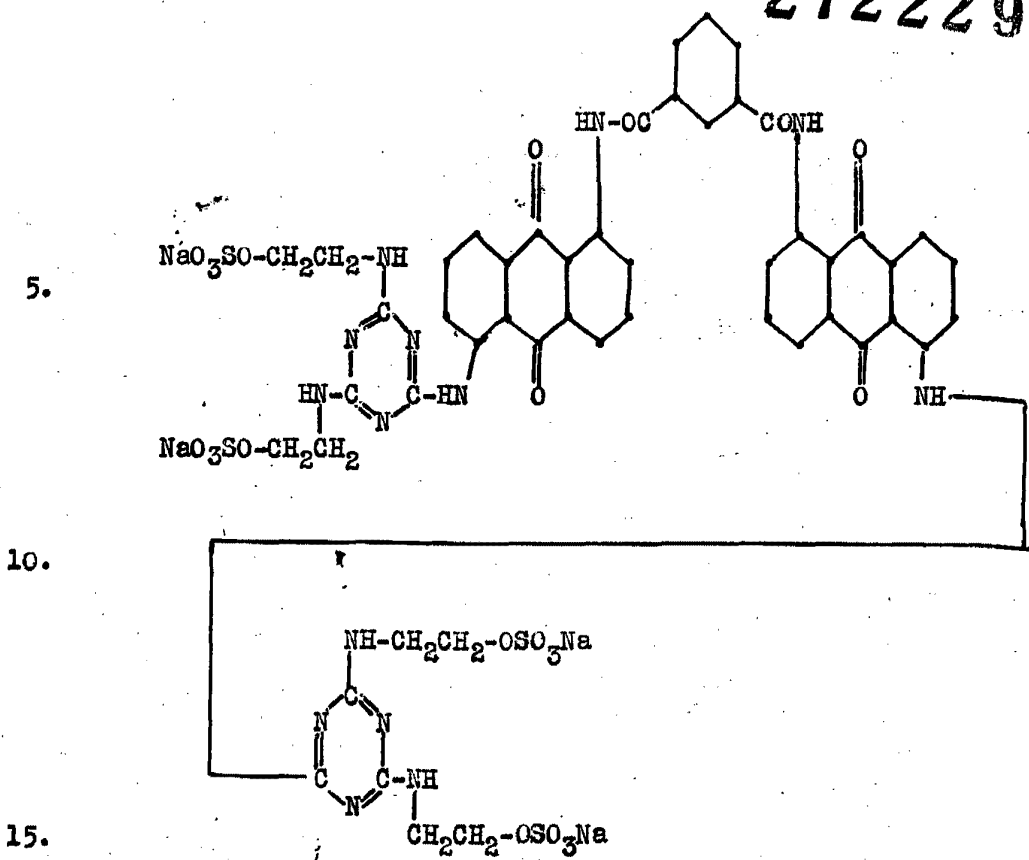
- El producto desecado se pulveriza a continuación y se incorpora en pequeñas porciones, con agitación y a temperatura de 4 a 8°, a 150 partes de óleum con un contenido de 2% de SO_3 . Se prosigue la agitación a dicha temperatura durante 3 horas y luego se vierte en hielo. La suspensión de colorante se aísla por filtración y se lava cuidadosamente con agua hasta que se inicia solución. El material del filtro de succión se empasta luego con un poco de agua, se ajusta a pH 8 con solución diluida de hidróxido sódico y se precipita por adición de cloruro sódico. El colorante se separa por filtración, se exprime bien y se seca en vacío a 70°.
- 10.
- 15.

20. El colorante, de la fórmula





272229



es soluble en agua y tiñe el algodón y la celulosa regenerada, en tina de bisulfito alcalino, con tonos amarillo-parduscos sólidos.

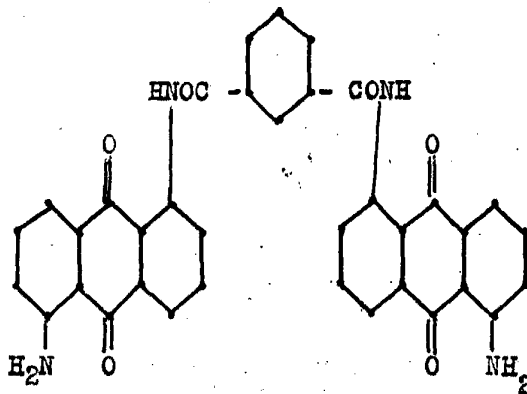
E J E M P L O 10

6,8 partes de 2-(4'-carboxifenilamino)-4-amino-6-cloro-1,3,5-triazina se suspenden en 200 partes de nitrobenzeno seco y 1,0 parte de dimetilformamida y se tratan agitando con 6,0 partes de cloruro de tionilo. Se calienta a temperatura de 90 a 100° hasta que se origina una solución límpida del cloruro de ácido. A continuación se incorporan 6,1 partes del producto colorante de la fórmula



229

5.



10.

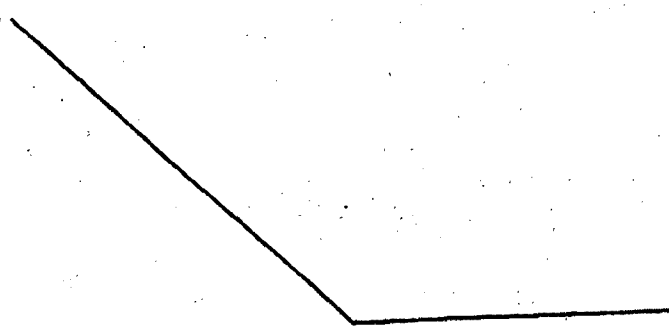
y se acila durante 3 horas a temperatura de 130 a 140° y durante 2 horas a 160°. Después del enfriamiento se aísla por filtración el producto de acilación, se le lava con acetona y se le incorpora a 100 partes de N-metiletanolamina. Se ca-

15.

lienta durante 4 horas, agitando, a temperatura de 100 a 110°, se vierte después del enfriamiento sobre agua helada, se aísla por filtración el producto reaccional, se le lava con agua y se le seca en vacío a 70°.

20.

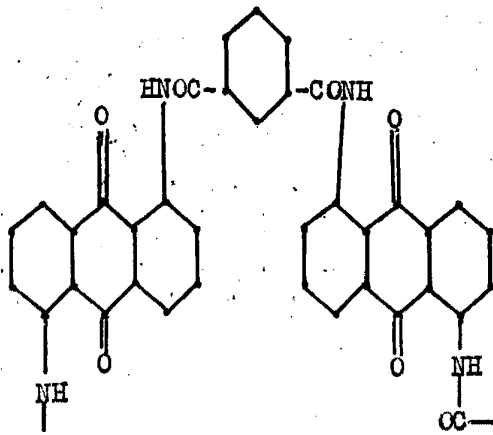
Para la esterificación, se incorpora el colorante, en pequeñas porciones, a 150 partes de ácido sulfúrico al 100%, a temperatura de 4 a 8°, se agita durante 3 horas y se vierte luego la preparación sobre hielo. El colorante, de la fórmula



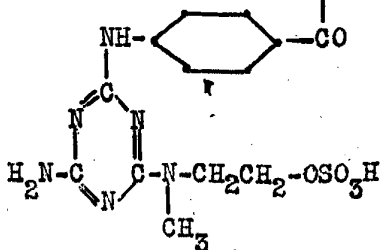


2229

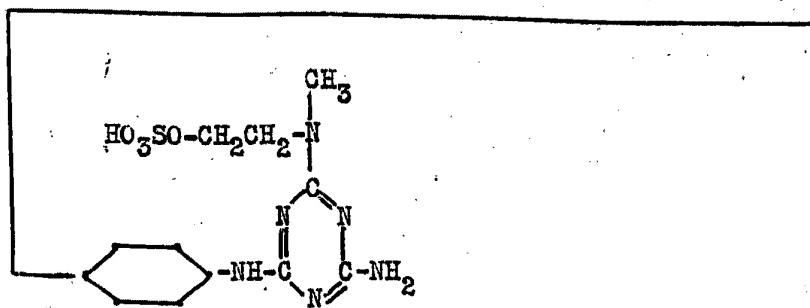
5.



10.



15.



20.

25.

puede aislarse por filtración, y mediante neutralización cuidadosa del filtrado con solución de hidróxido sódico, se transforma en la sal sódica. Se seca a temperatura de 60 a 70° en vacío.

Este colorante tiñe el algodón y la celulosa regenerada con tonos amarillos que tiran al rojo, de muy buenas propiedades de solidez.

EJEMPLO 11

30.

3,9 partes de 2,4-bis-(4'-carboxifenilamino)-6-



272229

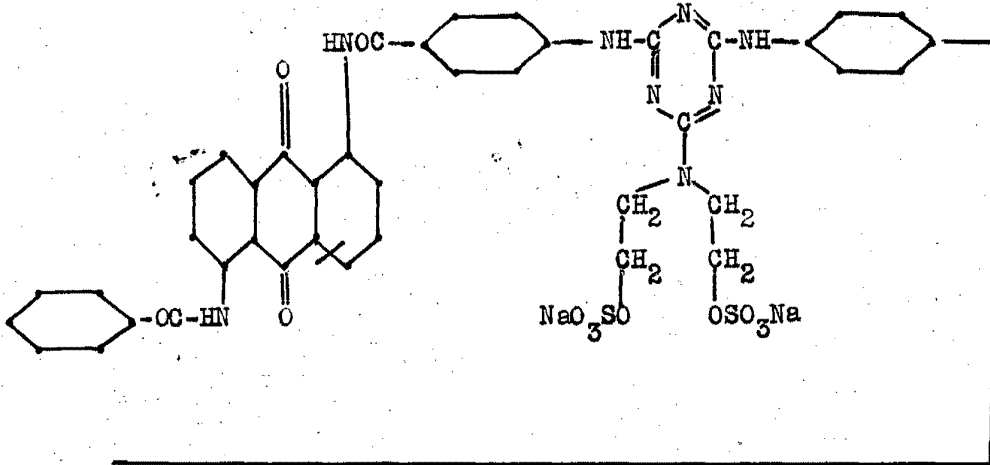
- oloro-1,3,5-triazina se suspenden en 120 partes de nitroben-
ceno seco y, agitando, se transforman, con 4 partes de cloruro
de tionilo y a temperatura de 100 a 105°, en el correspondiente
cloruro de ácido dicarboxílico. A continuación se elimina en
vacío el cloruro de tionilo excedente y luego se incorporan
6,9 partes de 1-amino-5-benzoilamino-antraquinona. Se aumenta
la temperatura hasta 160-170° y se prosigue agitando a
esta temperatura durante 3 horas todavía. Después del enfria-
miento se filtra el producto de condensación, se le lava con
nitrobencono, luego con alcohol y por último se le suspende
en 100 partes de dietanolamina. Se calienta durante 3 horas
a 110°, agitando, y después del enfriamiento se vierte en
agua helada. Se separa por filtración el producto reaccional,
se le lava con agua y se le seca.
15. El producto, seco y pulverizado, se incorpora a
continuación, en pequeñas porciones, a temperatura de 4 a 8°
y agitando, a 150 partes de ácido sulfúrico al 100% y se
prosigue la agitación a esta temperatura durante 4 horas.
A continuación se vierte la preparación en agua helada. Se
separa por filtración la suspensión de colorante, de color
pardo amarillento, y se lava con agua el ácido sulfúrico
adherido.

25. El material del filtro de succión se empasta con
un poco de agua, se ajusta a pH 8 con solución diluida de
hidróxido sódico y se seca en vacío a 70°.

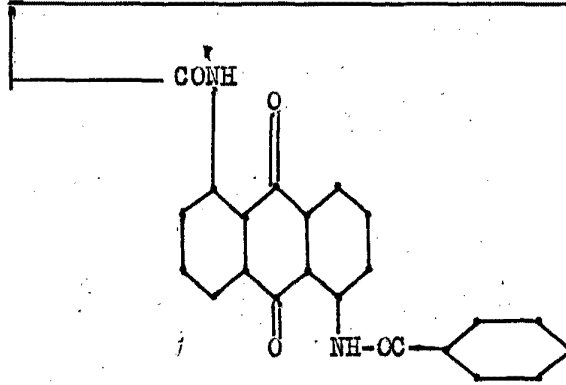
El colorante, de la fórmula presunta



5.



10.



15.

20.

tiñe el algodón y la celulosa regenerada, en tina de bisulfito alcalino, con tonos amarilloanaranjados de muy buenas propiedades de solidez.



212229

X significa un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo o un grupo hidroxialquilo y

A significa un radical dibenzantrónico o isodibenzantrónico.

5. 4. Procedimiento en conformidad con lo definido en una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por el hecho de que se sulfata a temperatura de 0 a 40° por medio de ácido sulfúrico concentrado.
10. 5. Procedimiento en conformidad con una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por el hecho de que por 1 parte de colorante de tina se emplean por lo menos 3 partes de ácido sulfúrico concentrado.
15. 6. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que una alternativa de realización está caracterizada por el hecho que se hace reaccionar con sulfatoalquilaminas un colorante de tina que presenta por lo menos 4, y de preferencia por lo menos 5, anillos condensados o por lo menos 2 radicales antraquinónicos y un átomo de halógeno unido a un núcleo que presenta 2 a 3 átomos de nitrógeno en un anillo heterocíclico.
20. 7. Procedimiento para la preparación de nuevos colorantes de tina.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 28 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

25. Madrid, 21 de Noviembre de 1.961

CIBA SOCIETE ANONYME

p.a.

JAIMÉ ISERN MIRALLES

P.R.

