



170

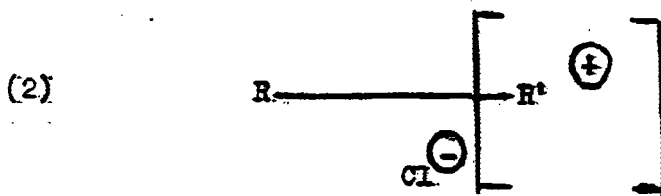
283192

en la que

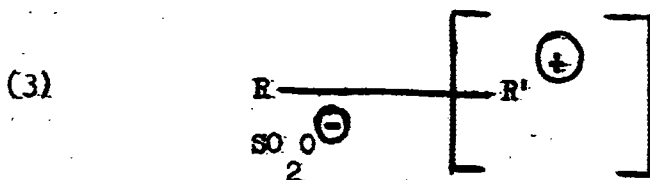
R significa el radical de un compuesto heterocíclico cuyo anillo heterociclo contiene por lo menos un átomo de nitrógeno y está unido a R' por uno de sus átomos de carbono y

R' significa el radical de un compuesto terciario de nitrógeno de índole no aromática, con un átomo de nitrógeno cuaternizado unido a R.

Los compuestos de la fórmula (1) no poseen carácter colorante y por lo tanto no pueden aplicar colorido a los substratos ni poseer color propio preciso y manifiesto. Por lo demás, se componen del radical R, el radical R' y el anión. Al mismo tiempo el anión, como en la fórmula.



puede estar unido con R' ⁽⁺⁾ únicamente por enlace electrovalente, o puede, como en la fórmula

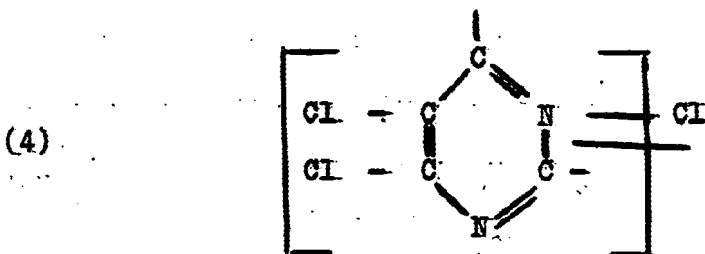


283192

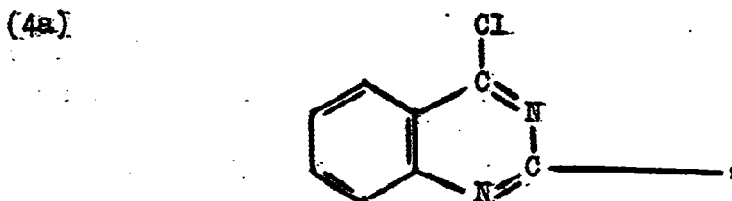


el sulfonión, está unido, tal anión de una parte con $R^{\pm}(\pm)$ por enlace electrovalente y de otra parte con R por enlace covalente.

5. R es el radical de un compuesto heterocíclico cuyo anillo heterociclo contiene un átomo de nitrógeno por lo menos y está unido a R^{\pm} por uno de sus átomos cíclicos de carbón. Así, R puede significar, por ejemplo, un radical cloropirimidínico, tal como un radical de la fórmula



10. un radical de un compuesto cloropirimidínico condensado, por ejemplo un radical de la fórmula



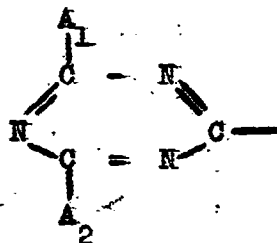
un radical tricloropiridazínico o el radical de una 4,6-diamino-1,3,5-triazina unida a R^{\pm} en posición 2. Tal radical

283192



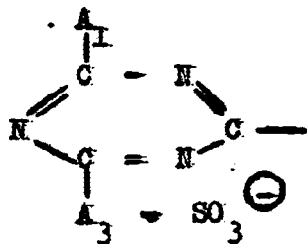
triazínico corresponde de preferencia a la fórmula

(5)



en la que A_1 y A_2 significan grupos H_2N , grupos oxí o alcoxi o radicales de aminas alifáticas o aromáticas y pueden ser iguales uno a otro o distintos uno de otro. Los radicales que contienen grupos de sulfonato corresponden entonces a la fórmula

5.



en la que

A_1 significa un grupo H_2N o el radical, unido al anillo triazínico por el átomo nitrógeno, de una amina alifática o aromática y

10.

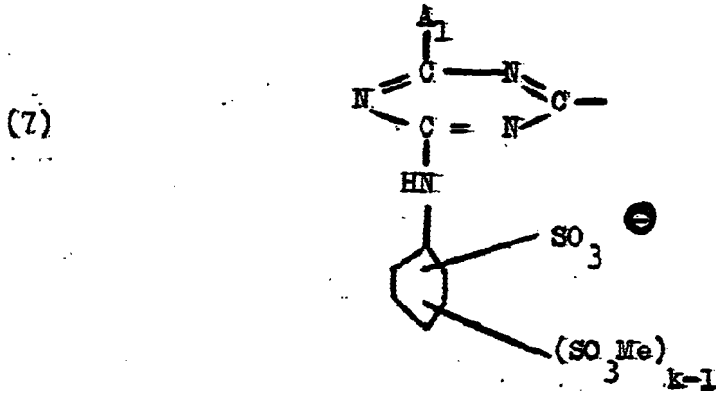


17 DIC. 1962

283192

A_3 significa igualmente el radical de una amina de tal clase.

5. A_1 puede ser, por ejemplo el radical de una mono- o di-alquilamina, de una oxialquilamina o de un aminobenceno o una aminonaftalina eventualmente substituidos con ulterioridad y A_3 puede ser el radical de un ácido aminosulfónico alifático, como la taurina. A_3 puede ser también el radical de un ácido aminobenzeno mono- o -disulfónico, tal como ocurre en los compuestos de la fórmula



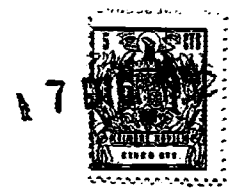
10. en la que

k significa un número entero por valor de 2 a lo sumo y

Me significa un catión, mientras

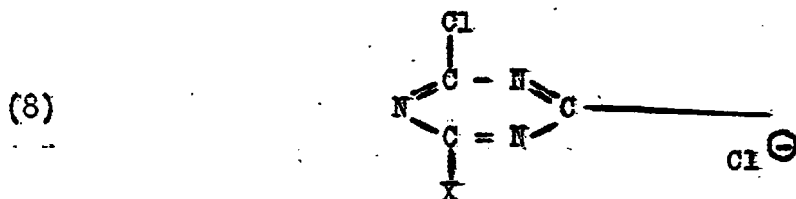
A_1 tiene el significado ya expuesto.

15. En las fórmulas anteriores (5) a (7), A_1 puede ser también, por otra parte, un grupo -OMe o bien -O-alquilo.

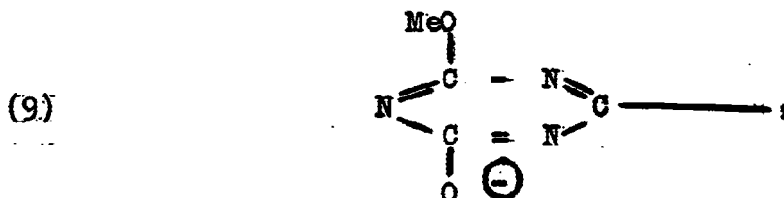


283192

Los compuestos cuaternarios de nitrógeno de la fórmula (1) pueden sin embargo contener también, con ventaja, como radical R y anión, la agrupación



5. en la que X significa un átomo de cloro o un grupo hidróxilo, o bien la agrupación



en la que Me significa un catión como Na o K.

10. El radical R⁺ en los compuestos cuaternarios de nitrógeno de la fórmula (1) es el radical de un compuesto terciario de nitrógeno de índole no aromática, o sea por ejemplo alifática, cicloalifática o heterocíclica, y el radical R⁺ contiene un átomo de nitrógeno cuaternizado, unido a R.

Así pues, los compuestos cuaternarios de nitrógeno pueden pertenecer a la serie de las aminas terciarias como a la se-

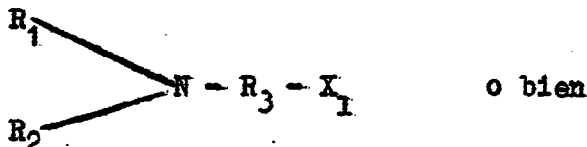


283192

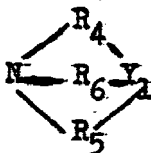
rie de las hidrazinas correspondientes

Las aminas terciarias pueden pertenecer a la serie alifática o a la serie heterocíclica y corresponden, por ejemplo, a las fórmulas

(10)



(11)



5.

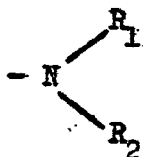
en las que

R_1 y R_2 significan radicales alifáticos con 1 a 4 átomos de carbono, como por ejemplo radicales alquílicos, oxi-alquílicos o alcóxicos,

10.

R_3 significa un radical alifático con 1 a 10 átomos de carbono como por ejemplo un radical alquilénico o alquénico,

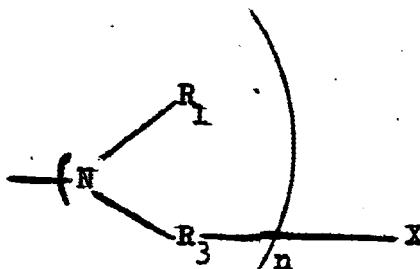
X_1 significa un átomo de hidrógeno, un grupo HO eventualmente substituido, el grupo





283192

el grupo



donde n representa un número entero por valor de 1 a 4.

o bien un radical arilo, eventualmente substituido,

5.

R_4 , R_5 y R_6 significan radicales alifáticas con 1 a 4 átomos de carbono, por ejemplo radicales alquilénicos, e

Y_1 significa un átomo de nitrógeno o un grupo CH.

10.

Las aminas pueden presentar, además de uno o varios grupos aminoterciarios, otros substituyentes más, que sin embargo no reaccionen con los colorantes reactivos en las condiciones del procedimiento. Como substituyentes de esta índole entran en consideración los átomos de alógeno, los grupos nítricos. Los grupos alcóxidos o los grupos hidróxlicos. Pero de preferencia se utilizan aminas que además de un átomo, por los menos, de aminonitrógeno terciario, contienen únicamente átomos de carbono y de hidrógeno.

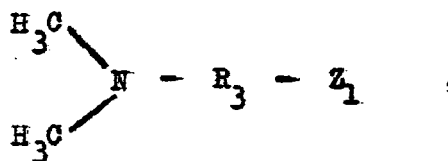
15.

Aminas alifáticas de la fórmula (10) apropiadas son, por ejemplo, las de la fórmula



283192 7 D

(12)



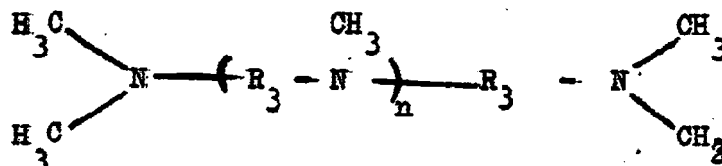
en la que

R_3 tiene el significado ya expuesto y

Z_1 representa hidrógeno o un grupo hidroxílico.

5. Se trata por lo tanto de compuestos como la dimetil-alilamina, la dimetil-beta-hidroxietilamina o la dimetil-beta-etoxietilamina. También se logran resultados valiosos con aminas alifáticas de la fórmula

(13)



en la que

R_3 tiene el significado antes expuesto y

10.

n significa un número entero por valor de 1 a 4.

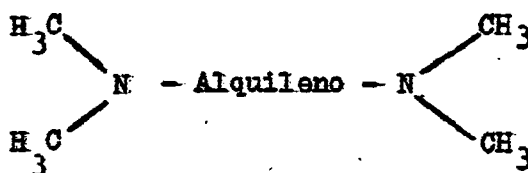
A esta serie de compuestos pertenecen las polialquileno-poliaminas, como por ejemplo la pentametil-dietilentriamina o la hexametiltrietilentetramina. Otras aminas alifáticas apropiadas han resultado ser las de la fórmula

17 DIC.



283192

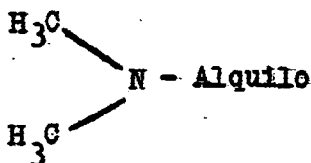
(14)



en la que el radical alquilénico presenta de 1 a 10 átomos de carbono, como por ejemplo el 1,2-bis-dimetilamino-etano, el 1,4-bis-dimetilamino-butano o el 1,6-bis-dimetilamino-hexano. Representantes sumamente valiosos de las aminas alifáticas se hallan sin embargo entre las que pueden adjudicarse a la fórmula

5.

(15)



donde el radical alquílico significa de 1 a 4 átomos de carbono. Compuestos de esta índole son, por ejemplo, la dimetiletilamina, la dimetilpropilamina, la dimetilisopropilamina y, en particular, la trimetilamina.

10.

Por lo general estas aminas alifáticas no deben contener más de 6 átomos de carbono por grupo amino terciario.

Por aminas heterocíclicas de la fórmula (4) se entienden las aminas terciarias en que el átomo de nitrógeno, o respectivamente ambos átomos de nitrógeno, pertenecen al mismo tiempo a varios anillos, o sea cuando el átomo de nitrógeno del grupo amino terciario o de los grupos amino ter-

15.

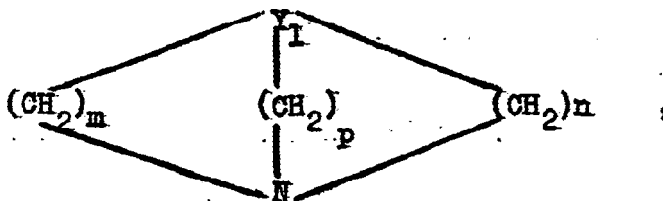


283192

ciarios constituye un miembro puente entre varios anillos. Estos anillos pueden presentar substituyentes, como átomos de halógeno, grupos nítrícos, grupos hidroxílicos, grupos cetónicos o grupos alcóxicos, o también pueden estar condensados con otros anillos o sistemas cíclicos que, a su vez, pueden llevar asimismo substituyentes. De preferencia se recurre a las aminas heterocíclicas que, además del grupo amino terciario o de los grupos amino terciarios, poseen solamente átomos de carbono y de hidrógeno. Igualmente se ha revelado ventajoso que por grupo amino terciario no existan más de 8 átomos de carbono. Representantes apropiados de este grupo son, por ejemplo, las aminas de la fórmula.

5.
10.

(16)



en la que

Y_1 tiene el significado ya expuesto y

15.

m , n y p representan números enteros por valor de 1 a 4.

Como ejemplos cabe mencionar, entre otros compuestos, la pirrolizidina, el 1-aza-bicíclico-(2,2,1)-heptano, la quinuclidina, la quinuclidona, el 1-aza-bicíclico-(3,2,1)-octano, el

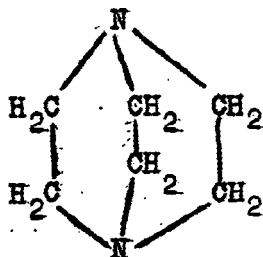


3192

I-aza-biciclo-(3,2,2)-nonano y, en particular, el I-4,diaza-biciclo-(2,2,2)-octano (llamado también trietilendiamina).

El compuesto mencionado en último lugar corresponde a la fórmula

(17)



5. que en lo que sigue se representará, en notación simplificada, así:

(18)



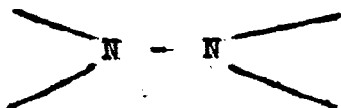
Si los compuestos cuaternarios de nitrógeno de la (1) pertenecen a la serie de las hidrazinas, éstas deben contener por lo menos un átomo de nitrógeno terciario, es decir, uno de los dos átomos de nitrógeno de una agrupación hidrazínica de ésta índole debe estar unido como átomo de nitrógeno terciario a dos átomos de carbono. El otro átomo de nitrógeno puede estar substituido o carecer de substituyentes. Entran también en consideración compuestos cíclicos de hidrazina, en particular aquellos en los que uno



453192

de los dos átomos hidrazínicos de nitrógeno, o ambos, constituyen miembros de un anillo o de más de un anillo.

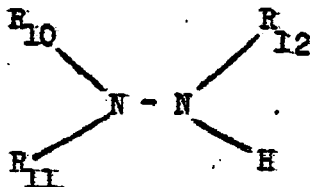
5. Por lo general se utilizan con ventaja las hidrazinas que son solubles en el baño tintóreo o en la pasta para estampar. Además de uno o más grupos hidrazínicos pueden presentar todavía substituyentes que no reaccionen con los colorantes reactivos, por ejemplo átomos de halógeno, grupos nítricos, grupos alcóxicos o grupos hidroxílicos. Pero de preferencia se utilizan las hidrazinas que, además de un grupo



10. por lo menos, contienen solamente átomos de carbono y de hidrógeno, por ejemplo hidrazinas que contienen por lo menos un átomo de nitrógeno terciario y que están substituidos exclusivamente por radicales hidrocarburos no aromáticos.

15. Esas hidrazinas pueden corresponder, por ejemplo, a la fórmula

(19)



en la que

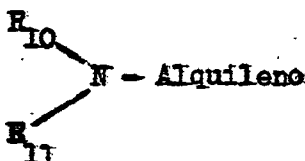


283192

170

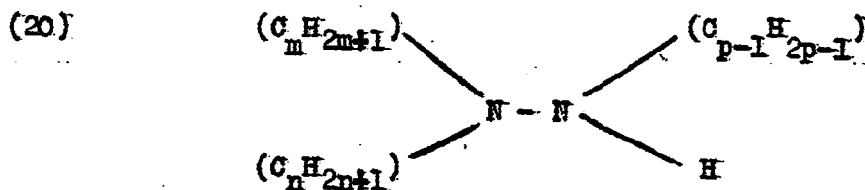
R_{10} y R_{11} significan radicales hidrocarburos alifáticos con 4 átomos de carbono a lo sumo y

R_{12} significa igualmente un radical de esta índole, un grupo HS-CS, un grupo HO₃S, un grupo



5. o, de preferencia, un átomo de hidrógeno, y en que R_{10} y R_{11} , junto con el átomo de nitrógeno, pueden formar también un anillo, de preferencia de 5 a 6 miembros.

Las hidrazinas puramente alifáticas de la fórmula (19) corresponden con ventaja a la fórmula



10. en la que

m y n significan sendos números enteros por valor de 4 a lo sumo, pero de preferencia 1, y

p significa un número entero por valor de 5 a lo sumo.

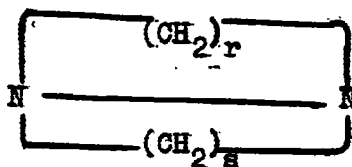
283192



Los radicales hidrocarburos alifáticos de estos compuestos hidrazínicos pueden estar ramificados, pero de preferencia no son ramificados.

5. Por último, cabe destacar todavía los compuestos hidrazínicos cuyos átomos de nitrógeno vecinos son simultáneamente miembros de dos anillos condensados, por ejemplo los de la fórmula

(21)



en la que r y s pueden ser iguales o diferentes y presentan los números enteros 3 o 4.

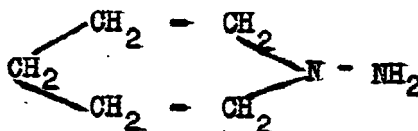
10. Como ejemplos cabe mencionar en detalle las hidrazinas siguientes:

la *N,N*-dimetilhidrazina,

la *N,N,N'*-triethylhidrazina,

la *N*-aminopiperidina de la fórmula

(22)



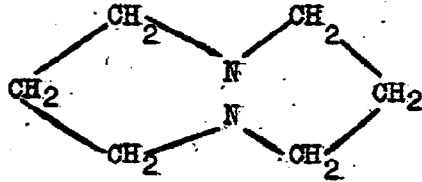
15. el 1,5-diaza-biciclo-(0,3,3)-octano de la



fórmula

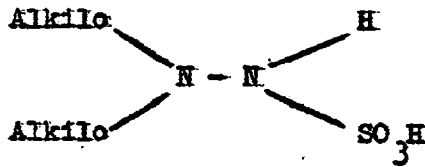
283192

(23)



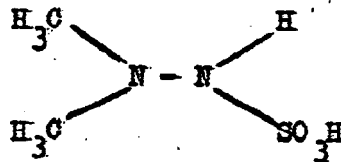
, o bien

(24)



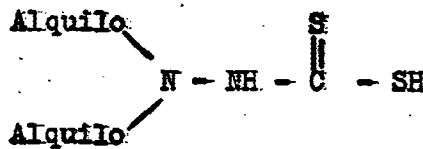
y en particular

(25)



o bien

(26)

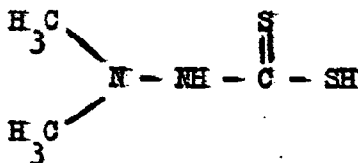


comó,

283192



(27)

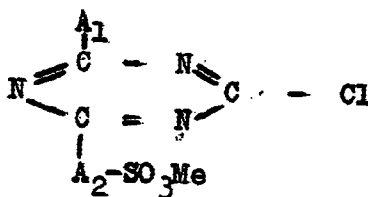


Los compuestos cuaternarios de nitrógeno de la fórmula (I) pueden prepararse por reacción de compuestos terciarios de nitrógeno, de índole no aromática, con compuestos de la fórmula



5. en la que R significa un radical de un compuesto heterocíclico cuyo anillo heterociclo contiene un átomo de nitrógeno por lo menos y está unido al átomo de halógeno por uno de sus átomos de carbono. En este caso, la cuaternización puede desarrollarse como una reacción de adición, siempre que se hagan reaccionar los compuestos terciarios de nitrógeno, por ejemplo, con los compuestos heterocíclicos que contienen por lo menos un átomo móvil de halógeno y que no presentan substituyentes ácidos, capaces de formar aniones, como los grupos de ácido carboxílico y de ácido sulfónico. En cambio, si se hacen reaccionar compuestos terciarios de nitrógeno con compuestos de la fórmula
- 10.
- 15.

(28)





283192

en la que

A_1 significa un grupo H_2N o el radical de una amina alifática o aromática.

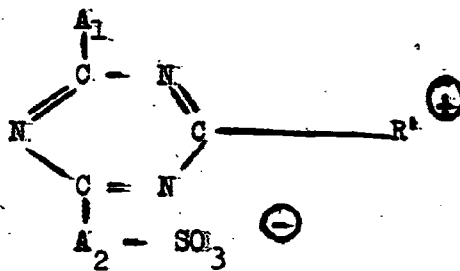
A_2 significa el radical de una amina aromática y

5.

Me significa un catión, de preferencia un ion alcalino,

se obtienen, con disociación de $MeCl$, compuestos cuaternarios de nitrógeno de la fórmula

(29)



en la que A_1 , A_2 y R^1 tienen el significado ya expuesto.

10.

Los nuevos compuestos cuaternarios de la fórmula (1) se emplean con ventaja como auxiliares para teñir y estampar material fibroso con colorantes reactivos o productos intermedarios reactivos, utilizando como agente para activar la reacción entre el colorante y el substrato un compuesto cuaternario de nitrógeno sin caracter de colorantes, que corresponda a la fórmula (1) indicada al principio.

15.

Como se sabe, se designan con el nombre de colorantes reactivos los colorantes que durante la operación de teñir o estampar establecen un enlace homopolar con el material que se tiñe, en cuyo caso se disocia por lo general el substituyen-

20.



283192

te reactivo del colorante. La rapidez con que se produce el enlace entre el colorante y el substrato depende por una parte de las condiciones de tinción, como temperatura y pH del baño tintóreo o de la pasta de estampar, y por otra parte de la reactividad de la agrupación reactiva del colorante. Sabido es que existen en este aspecto grandes diferencias entre los diversos colorantes reactivos. Ahora bien, con ayuda de los compuestos cuaternarios de nitrógeno de la fórmula (I), se logra aumentar considerablemente la reactividad de estos colorantes.

- 5.
10. En este caso se emplean con ventaja los colorantes reactivos solubles en agua, como por ejemplo los colorantes orgánicos a base de componentes diazoicos o de copulación que presentan grupos carboxílicos, grupos sulfónicos o grupos de éster sulfúrico ligados alifáticamente. Como agrupaciones reactivas cabe mencionar aquí los grupos epóxicos. Los grupos de etilenimina, los grupos de isocianato, los grupos de isotiocianato, los grupos éster arílicos de ácido carbomínico, la agrupación de amida de ácido propiólico, los grupos mono- y di-clorocrotonilamino, los grupos cloroacrilamino, los grupos acrilamino, los grupos vinilsulfónicos y en particular las agrupaciones que contienen un sustituyente lábil y que se disocian con facilidad con arrastre de par de electrones de enlace, por ejemplo los grupos de haluro sulfónico, los grupos de éster sulfúrico ligados alifáticamente y los grupos sulfoniloxi y átomos de halógeno ligados alifáticamente, en particular un átomo de cloro ligado alifáticamente. De conveniencia, estos sustituyentes lábiles se hallan en posición gamma o en posición beta de un radical alifático que está unido, directamente o por medio de un grupo amínico, sulfónico o sulfonamídico, a la molécula de colorante, en los colorantes que entran en
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

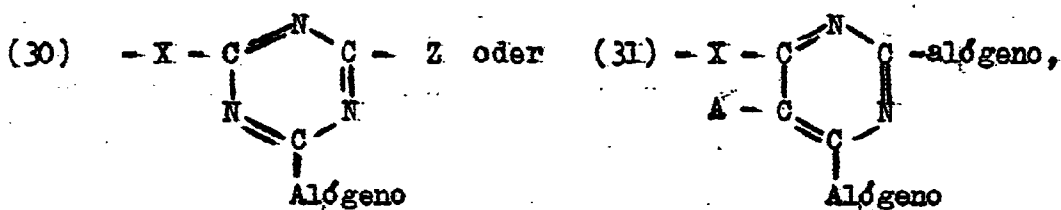
253192

17 DIC.



5.

consideración y contienen como substituyentes lábiles átomos de halógeno, estos átomos de halógeno substituidos pueden hallarse también en un radical acílico alifático, por ejemplo en un radical acetílico, o bien en posición beta o respectivamente en posición alfa y beta de un radical propionílico o, de preferencia, en un radical heterocíclico, por ejemplo en un anillo pirimidínico o piridazínico, pero sobre todo en un anillo triazínico. Estos colorantes contienen de conveniencia una agrupación de la fórmula



10.

en la que

X significa un puente de nitrógeno,

Z significa un átomo de hidrógeno, un grupo amino eventualmente substituido, un grupo oxi o merkapto o un átomo de halógeno, eterificados, o un grupo alquílico arílico o aralquílico, y

15.

A significa un átomo de hidrógeno o de halógeno, Los átomos de halógeno son, por ejemplo, átomos de bromo, pero de preferencia átomos de cloro.

Particular interés tiene el empleo de colorantes que

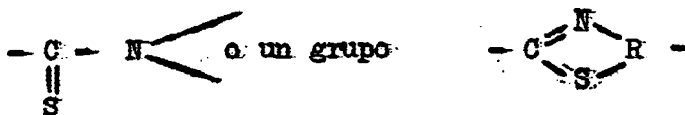
283192

17



X representa =CH- , =C- o =N- e

Y significa un grupo



donde R representa un radical o-arilénico.

Otras agrupaciones reactivas apropiadas son los radi-

5. cales siguientes: los radicales de tricloropiridazina, de dicloro-
 roinoxalina, de diclorobuteno, de piridazona halogenada, de sul-
 fodicloropropilamida, de alil sulfona, de alil sulfuro, de 2-ha-
 logen-benzodiazolcarbamida, de isotiocianato y de beta-sulfato-
 propionamida.

10. Para el procedimiento aquí expuesto entran en consi-
 deración los más diversos colorantes orgánicos, por ejemplo los
 colorantes oxazínicos, los colorantes trifenilmetánicos, los co-
 lorantes xanténicos, los colorantes nítricos, los colorantes
 acridónicos, los colorantes azoicos, los colorantes antraqui-
 15. nónicos y los colorantes ftalocianínicos.

De la serie de los colorantes azoicos cabe mencionar
 a título de ejemplo los colorantes disazoicos o trisazoicos,
 pero en particular los colorantes monoazoicos. Se conoce ya un
 gran número de estos colorantes azoicos reactivos, de modo que
 20. no precisa indicar los aquí con mayor detalle.

De la serie de los colorantes antraquinónicos cabe
 mencionar en particular el ácido l-amino-4-bromoantraquinon-
 2-sulfónico y los colorantes que se derivan del ácido 1,4-dia-

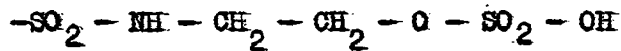


2831732

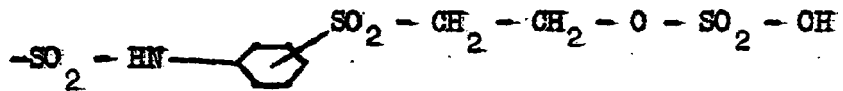
minoantraquinon-2-sulfónico. La preparación de estos y de otros colorantes antraquinónicos se efectua por métodos ya de si conocidos. Como colorantes ftalocianínicos apropiados merecen particular mención los colorantes que se derivan de ftalocianinsulfonamidas de níquel o de cobre que presentan en la molécula dos, por lo menos, grupos sulfónicos libres y contienen, en un radical sulfonamido por lo menos, un grupo que presenta por lo menos un átomo labil de halógeno. Entran además en consideración las ftalocianinas que contienen, en concepto de substituyentes acuoso-lubilizantes y al mismo tiempo reactivos, grupos ácidos de éster sulfúrico, ligados alifáticamente, por ejemplo los de la fórmula

5-

10-



o bien



y que puedan presentar todavía, como otros grupos acuoso-lubilizantes, grupos sulfónicos, La preparación de estos colorantes se efectua por métodos ya de si conocidos. Para el procedimiento aquí expuesto son utilizables también los colorantes de quina y los colorantes de dispersión insolubles o solubles en agua en forma oxidada, con carácter de colorantes reactivos.

15-

283192

7 DIC. 1962



Para el procedimiento aquí expuesto existen varias modalidades favorables de realización. Así, se puede actuar con diversas proporciones cuantitativas, por ejemplo empleando por cada grupo reactivo de 1 mol de colorante 1 mol, por lo menos, de compuestos cuaternario de nitrógeno, o empleando, por la misma cantidad de colorante, menos de 1 mol de compuestos cuaternario de nitrógeno. Con ambas proporciones cuantitativas pueden distinguirse los dos métodos siguientes:

- 5.
- 10.
- a) Se tinte o se estampa el material de fibra con preparaciones hechas a base de colorantes reactivos y compuestos cuaternarios de nitrógeno.

- b) El colorante reactivo y el compuesto cuaternario de nitrógeno se aplican al material de fibra en operaciones separadas.

- 15.
- 20.
- 25.
- La modalidad de realización a) se presta no sólo para una proporción cuantitativa estequiométrica, sino además muy bien para una proporción cuantitativa en virtud de la cual se emplee por cada grupo reactivo de 1 mol de colorante menos de 1 mol de compuesto cuaternario de la fórmula (1). Se presta sobre todo para una proporción cuantitativa catalítica. Por cantidad catalítica de un compuesto cuaternario se entiende, como de costumbre, la que es mucho menor que la mencionada proporción cuantitativa estequiométrica. Sin embargo, la cantidad de compuesto cuaternario en relación al colorante reactivo puede variar dentro de ciertos límites. En relación a la cantidad de colorante, pueden emplearse como cantidad catalítica alrededor de 0,1 a 10 porcentajes en peso, y de preferencia alrededor de

283192



0,2 a 2 porcentajes en peso, de compuesto cuaternario.

En la modalidad de realización B), en la que el compuesto cuaternario se puede emplear igualmente en cantidades estequiométricas o catalíticas, el colorante reactivo y el compuesto cuaternario se aplican al material de fibra en cualquier orden de sucesión, y si se desea puede efectuarse un secado intermedio.

5.

Por lo demás, pueden dejarse en tela de juicio si se producen, y en que medida, reacciones como la disociación de los compuestos cuaternarios de la fórmula (1) y la formación de compuestos cuaternarios de nitrógeno de los colorantes reactivos, cuando se hacen actuar recíprocamente un colorante reactivo y un compuesto cuaternario de nitrógeno según las diversas modalidades de realización y en las diversas proporciones cuantitativas.

10.

15.

Los datos sobre los colorantes reactivos se refieren también, lógicamente, a los productos intermediarios reactivos, por ejemplo los componentes azoicos reaccionables.

20.

Por el procedimiento que aquí se expone pueden teñirse y estamparse los más diversos materiales fibrosos, como el papel o el cuero, pero sobre todo los géneros textiles, por ejemplo los hechos de fibras animales, como la seda, pero en primer término los hechos de fibras de celulosa, en cuyo caso entran en consideración tanto las fibras de celulosa natural, como el lino o el algodón, como las fibras de celulosa regenerada, como la seda artificial (viscosa) o la lana celulósica, Por lo demás, el tinte y la estampación, en particular cuando se actúa con cantidades catalíticas de los compuestos cuaternarios, se desarrollan en las condiciones usuales para los colorantes reactivos. Al teñir y estampar géneros textiles celulósicos se

25.

30.

283192

170



- emplean simultáneamente, de preferencia, agentes inorgánicos ligadores de ácido, como carbonatos alcalinos, hidróxidos alcalinos, bicarbonatos alcalinos o fosfatos alcalinos o su mezcla; además, bases como el hidróxido de trimetilbencil-aminio o el sodio tricloroacético. Cuando se utilizan los colorantes de tina reactivos pueden emplearse también los agentes reductores usuales, como el hidrosulfito sódico, el dióxido de tiourea, el sulfuro sódico o el sulfoxilato sódico. Sin embargo, empleando compuestos cuaternarios de la fórmula (1), se logra también fijar a la fibra los colorantes de tina reactivos en ausencia de los mencionados agentes reductores.

- Asimismo pueden efectuarse las adiciones que son corrientes para los baños tintóreos y las pastas de estampar, como electrolitos, por ejemplo el cloruro sódico o el acetato sódico, o no electrolitos, como la urea, o espesantes como los alginatos. Para impedir fenómenos indeseables de reducción, en particular con los colorantes sensibles, puede efectuarse una de las adiciones más corrientes, como la del ácido m-nitrobencensulfónicos. Por lo general, el compuesto cuaternario se añade al baño tintórico o a la pasta de estampar. Si el tinte se efectúa en dos fases, por efectuarse en dos pasos separados la aplicación del colorante y la aplicación por medio del agente ligador de ácido, el compuesto cuaternario puede introducirse también sólo en la segunda fase.

- Como ya se ha dicho, el tinte y la estampación de los materiales fibrosos se efectúan en las condiciones usuales para los colorantes reactivos. El procedimiento aquí expuesto permite disminuir los tiempos de reacción y/o la temperatura de reacción y/o sacar tinturas y estampados



283192

de colorido más intenso, así por ejemplo en el procedimiento tintóreo de la permanencia en frío, en el procedimiento tintóreo de la extracción, en el procedimiento "pad-steam" o "pad-dry", en el procedimiento de fulardec en húmedo y vaporización y en el procedimiento de estampación, Según el método, los colorantes pueden fijarse a las más diversas temperaturas, por ejemplo entre 20 y 200°C, y aún a temperaturas superiores, por ejemplo entre 250 y 300°C.

5.

En los ejemplos que siguen, las partes significan, en tanto no se indique otra cosa, partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso. Los colorantes se expresan por lo general como ácidos libres, pero se emplean como sales alcalinas.

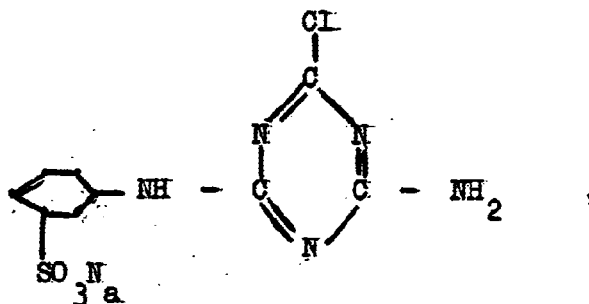
10.

EJEMPLO I.

15.

Se disuelven en 500 partes de agua 16,2 partes (0,05 moles) del compuesto de la fórmula

(101a)



preparado, de modo conocido, por condensación gradual de cantidades equimoleculares de la sal zódica del ácido 1-amino-

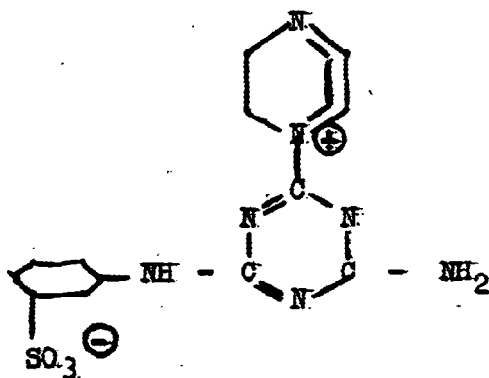


17
283192

5- bencen-2-sulfónico con 2,4,6-tricloro-1,3,5-triazina en medio acuoso, a temperatura de 0 a 3°C, y condensación consecutiva con amoníaco a temperatura de 40 a 45°C. A ello se añade una solución de 5,6 partes (0,05 moles) de 1,4-diaza-(2,2,2)-bicyclooctano en 50 partes de agua. Después de breve reposo a 20°C, el producto de la cuaternización empieza a precipitarse en cristales incoloros. Transcurridas de 5 a 20 horas, se separa el precipitado por filtración, se le lava con agua para deshalogenarlo y luego se le seca en vacío a 50°C. Se obtiene el producto de la fórmula

10.

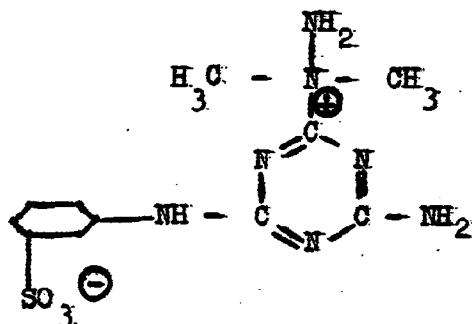
(101b)



con muy buen rendimiento y con pureza prácticamente analítica.

De manera análoga pueden obtenerse los compuestos siguientes:

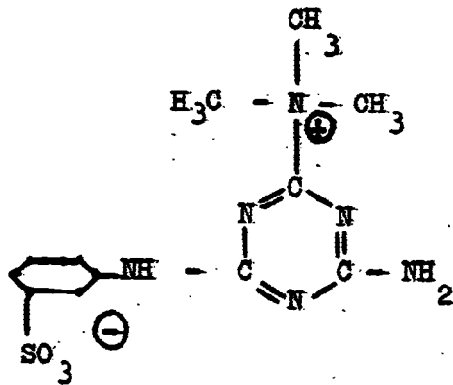
(102)



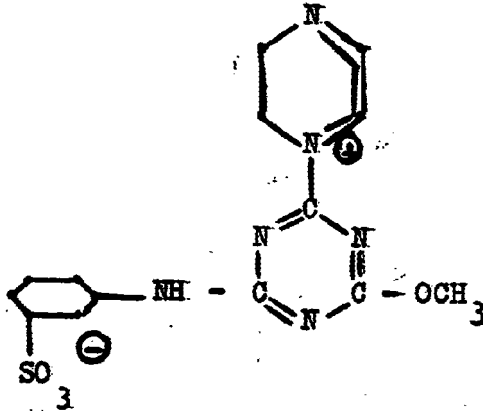


283192

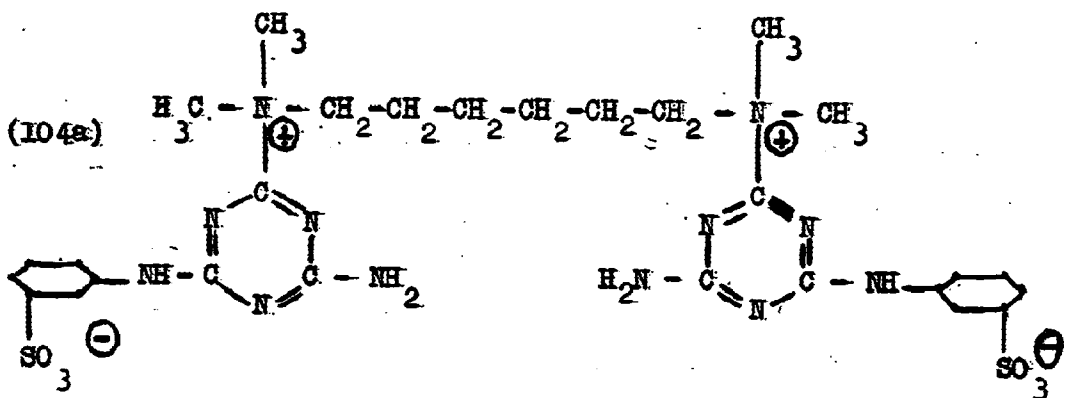
(103)



(104)



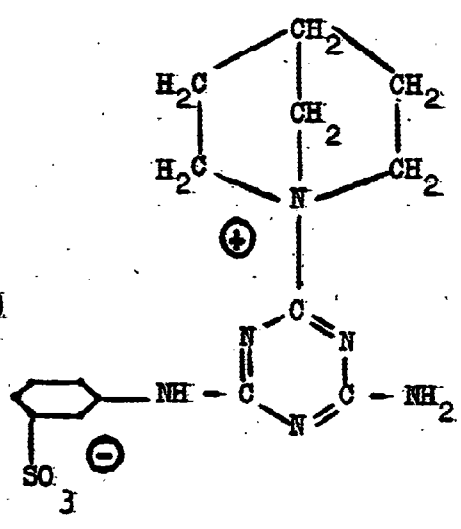
(104a)



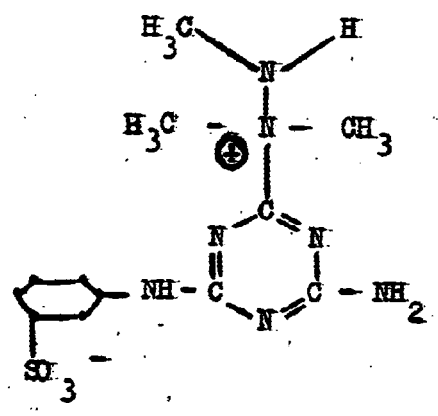


283192

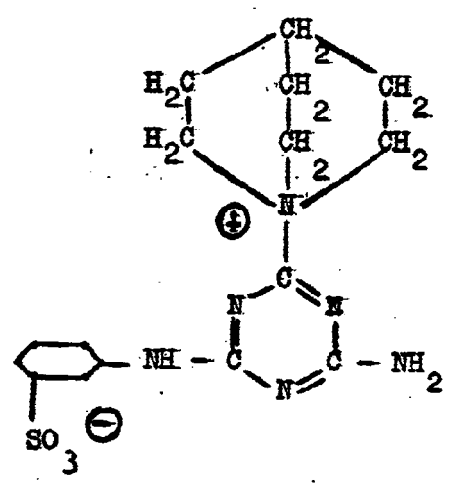
(104b)



(104c)

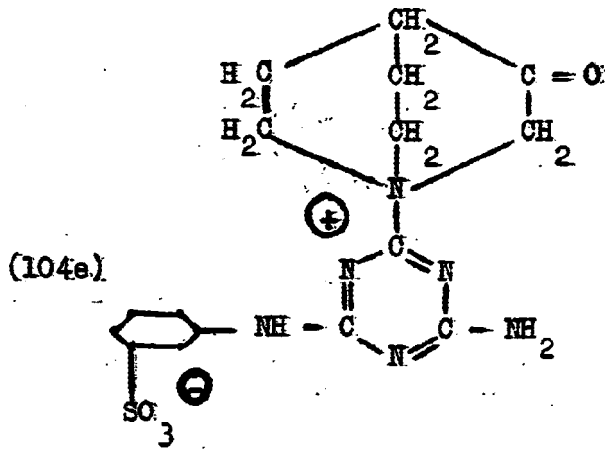


(104d)



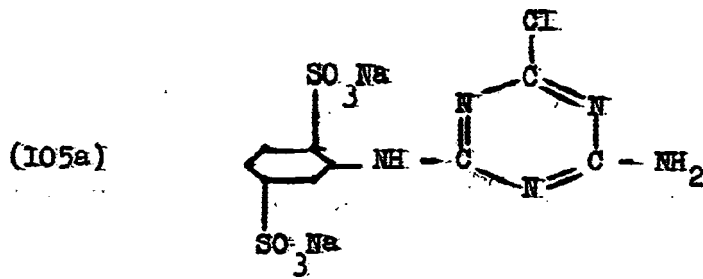


283192



EJEMPLO 2.

Se disuelven en 500 partes de agua 42,6 partes (0,1 mol) del compuesto de la fórmula



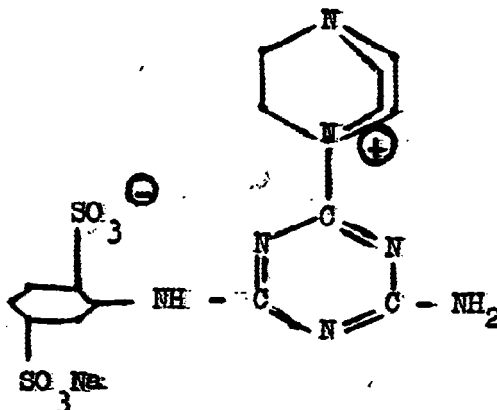
5. A ello se añade una solución de 11,2 partes (0,1 mol) de 1,4-diaza-(2,2,2)-bicyclooctano en 50 partes de agua. Se deja la solución reaccional en reposo durante unas horas, a temperatura de 20 a 25°C. Se precipita el producto de la



cuaternización, de la fórmula

283192

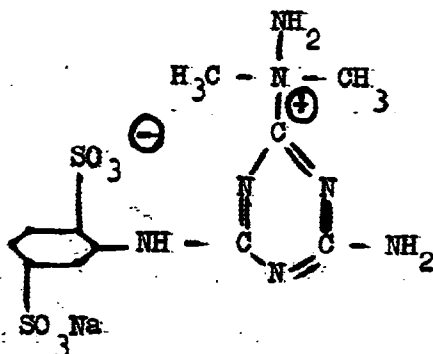
(105b)



por adición de cloruro sódico, se le separa luego por filtración y se le lava con solución concentrada de cloruro sódico. El producto se seca en vacío a 50°C .

De manera análoga se obtienen, por reacción de los correspondientes compuestos monoclorotriazínicos con aminas terciarias o N,N-dimetilhidrazina, los compuestos siguientes:

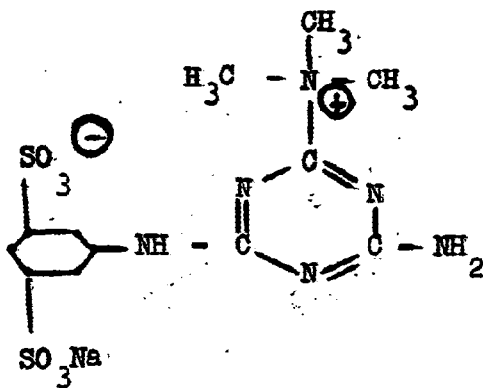
(106)



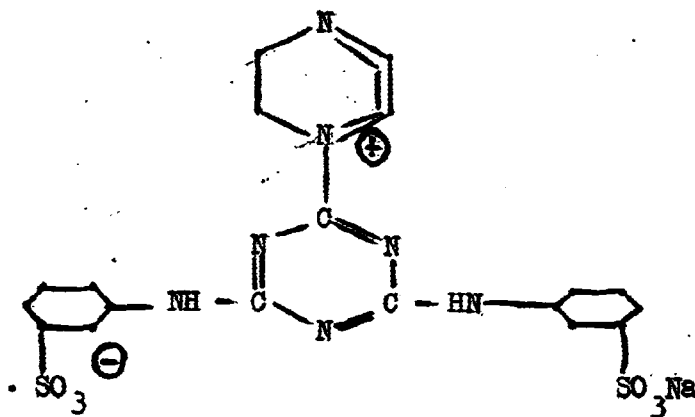


283192

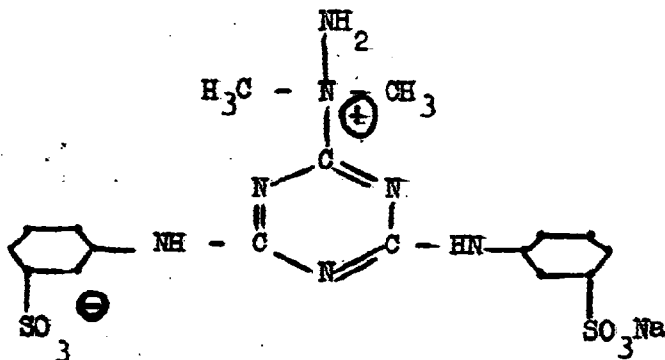
(107)



(108)



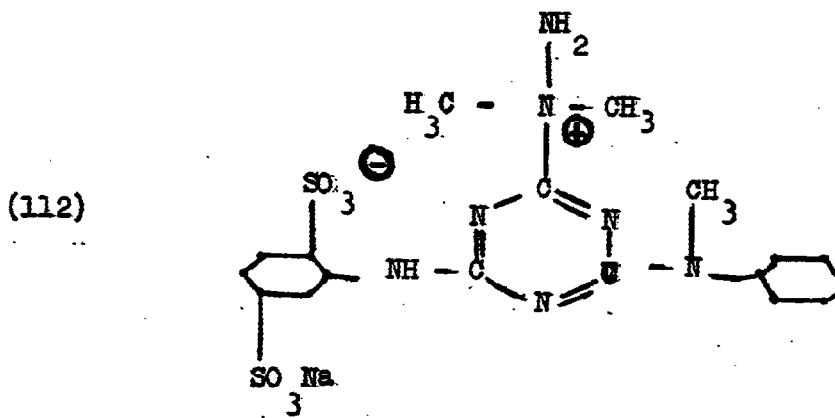
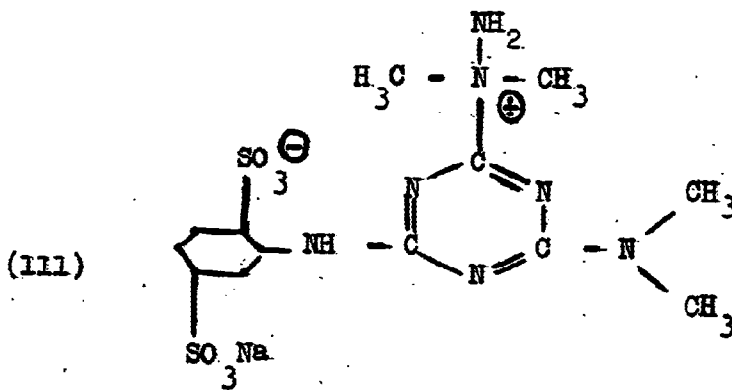
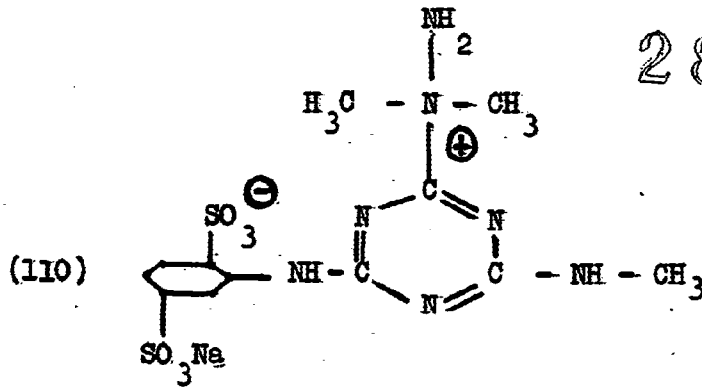
(109)





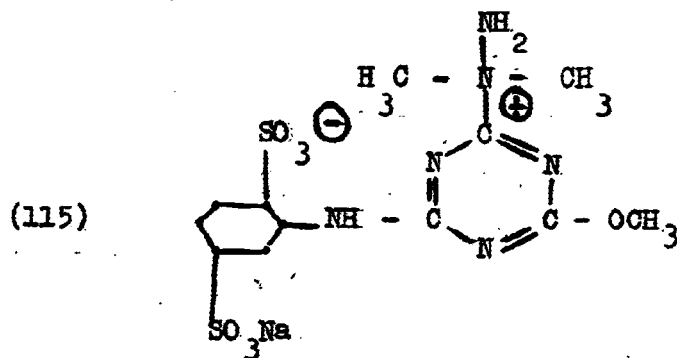
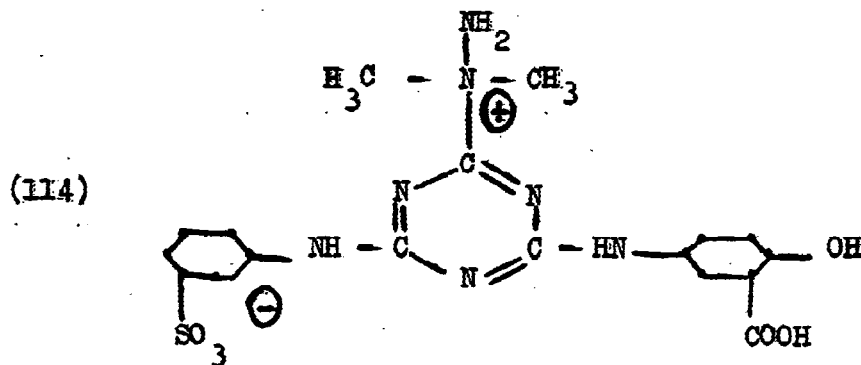
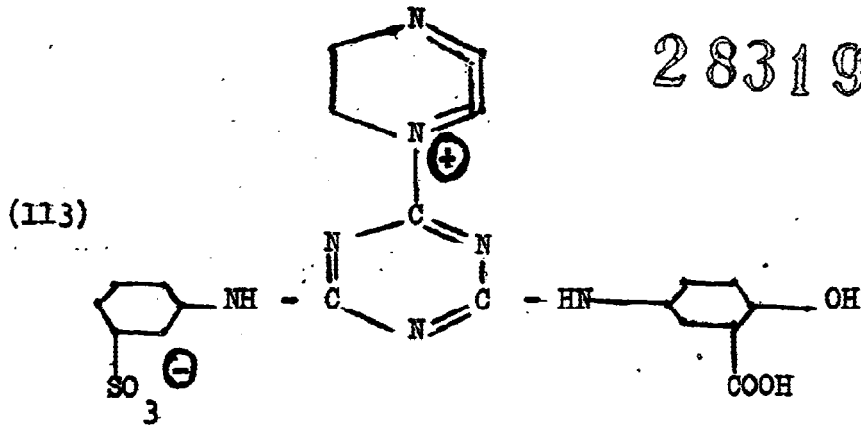
7 D

283192



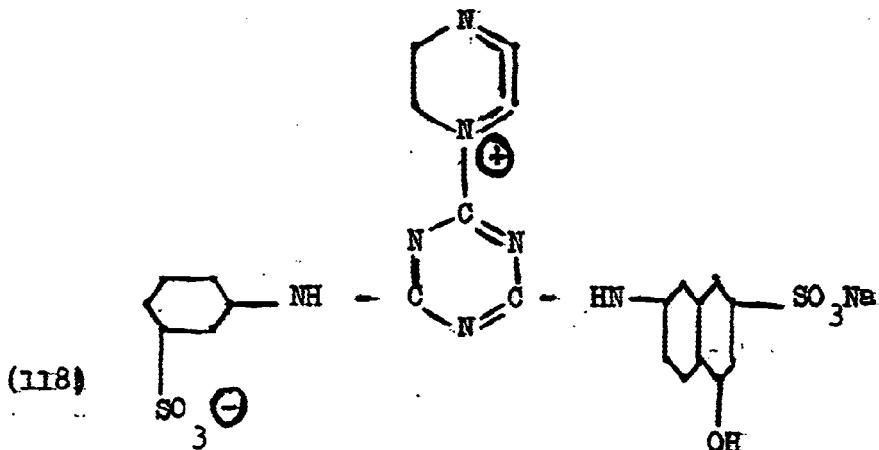
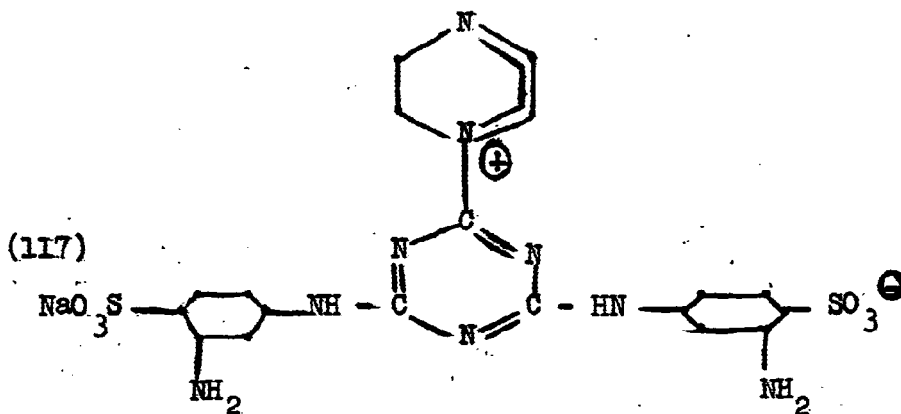
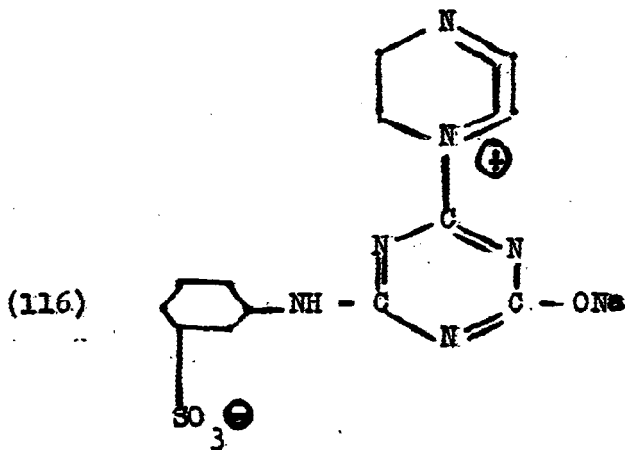


283192



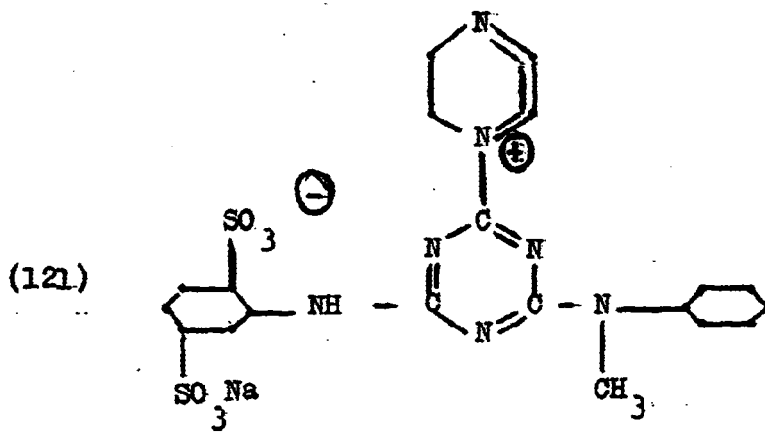
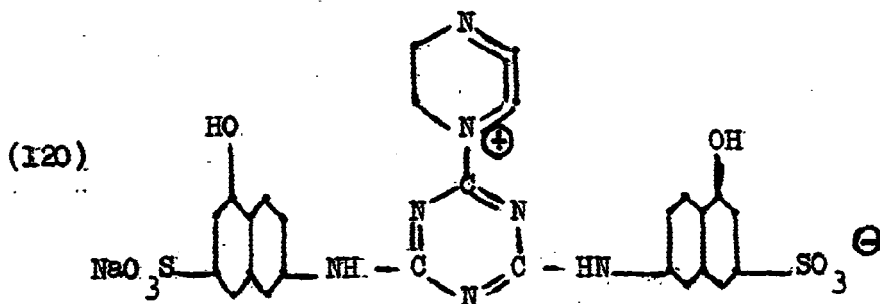
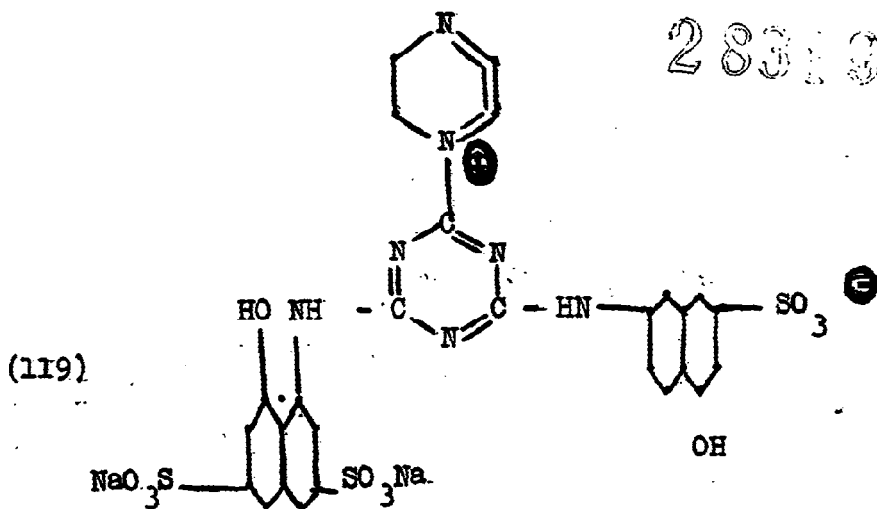


283192





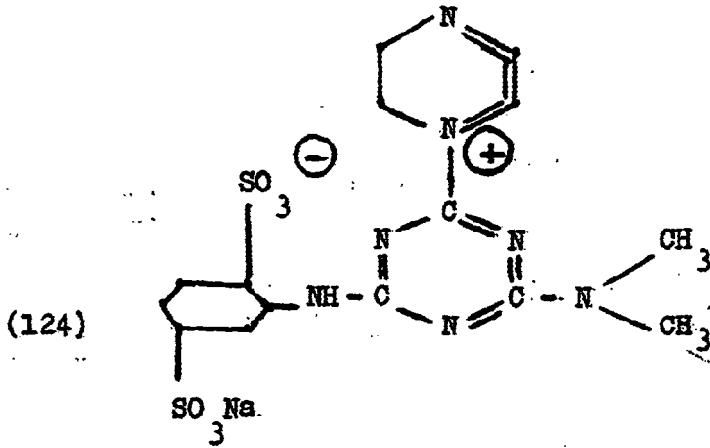
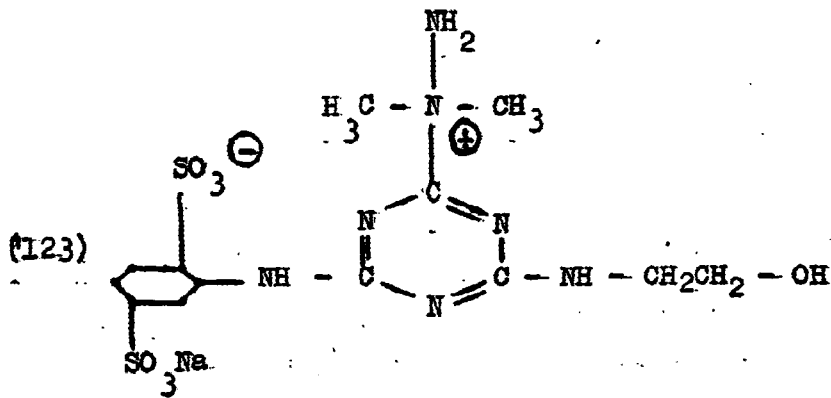
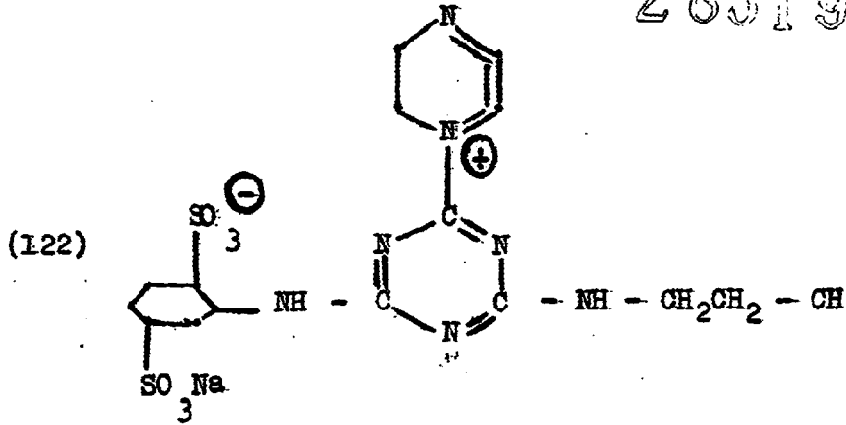
283132



7 DIC.



283192



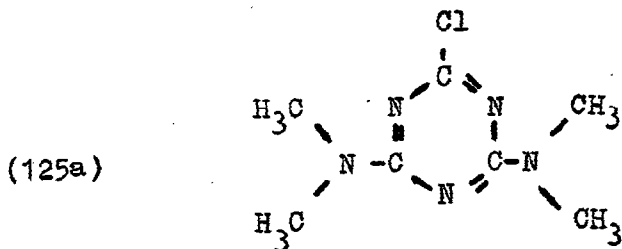


17 283132

EJEMPLO 3.

Se disuelven en 300 partes de acetona 20,2 partes (0,1 mol) del compuesto de la fórmula

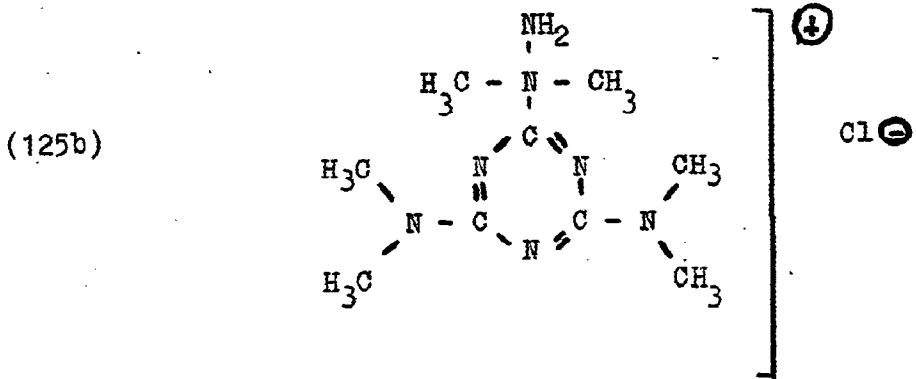
5.



10.

Agitando bien, se hacen afluir despacio 6 partes (0,1 mol) de N,N-dimetilhidrazina disueltas en 50 partes de acetona. El producto de la cuaternización, de la fórmula

15.



20.

25.

se precipita inmediatamente. Se separa por filtración el precipitado, se le lava con un poco de acetona y se le seca en vacío a temperatura de 20 a 30°C. En lugar de la acetona pueden emplearse también con ventaja otros disolventes, como por ejemplo el clorobenceno o el dioxano.

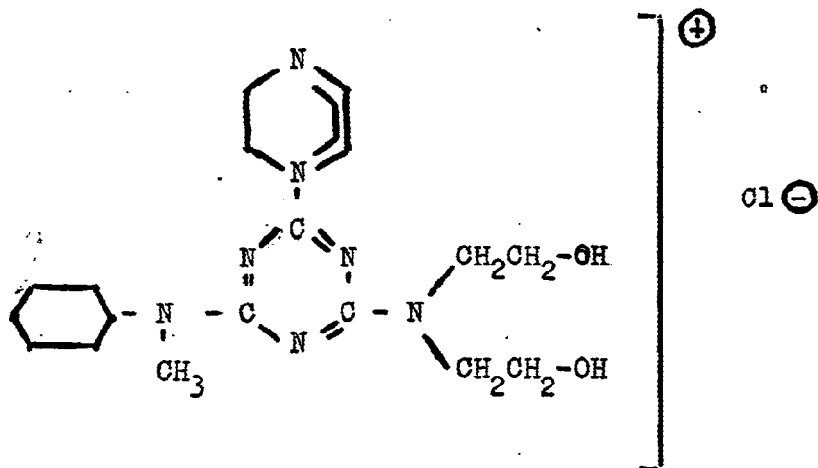


ETD

De manera análoga se obtienen los compuestos siguientes

5.

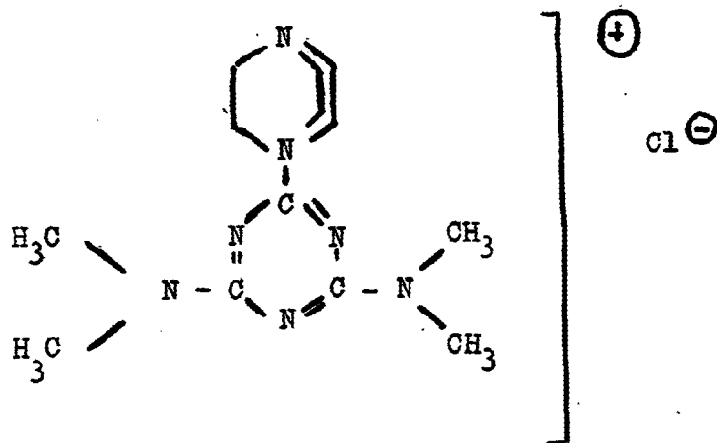
(126)



10.

15.

(127)

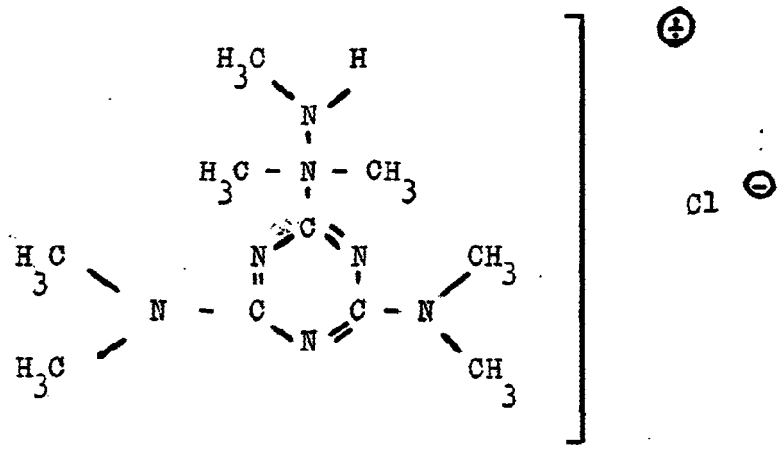


20.



5.

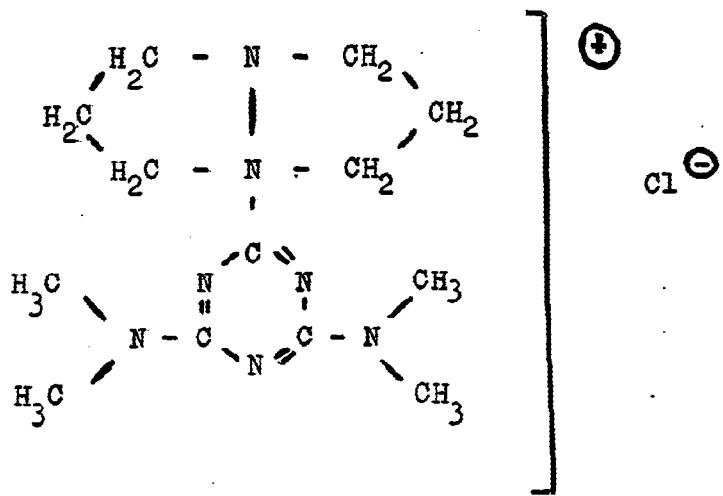
(127a)



10.

15.

(127b)



20.

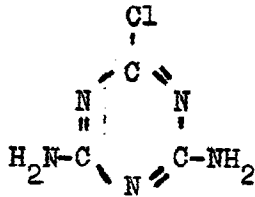


283192

EJEMPLO 4.

14,6 partes (0,1 mol) del compuesto de la fórmula

5. (127c)

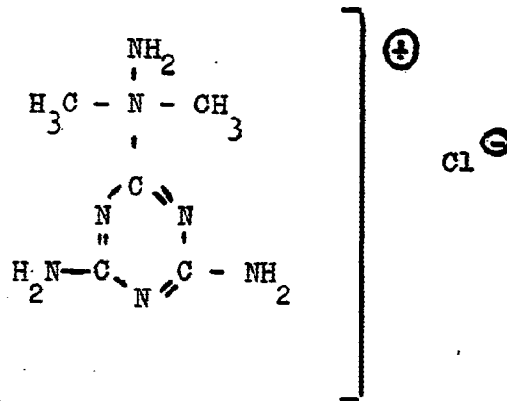


10.

se disuelven en 600 volúmenes de dimetilformamida y luego se mezclan con 6 partes (0,1 mol) de N,N-dimetilhidrazina. Al cabo de algún tiempo empieza a precipitarse en cristales incoloros el producto de la cuaternización, de fórmula

15.

20. (127d)



25.

Transcurridas 5 horas, se separa por filtración el producto precipitado, se le lava con dimetilformamida y dioxano y a continuación se le seca.

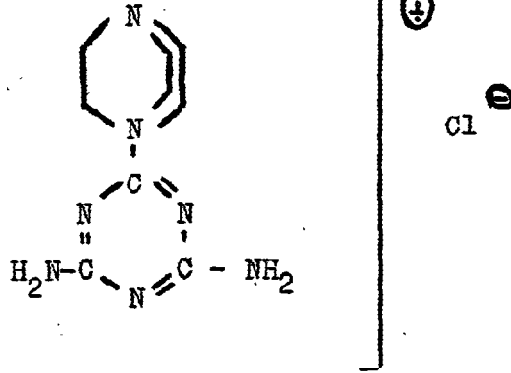


De manera análoga se obtienen los compuestos siguientes

283192

5.

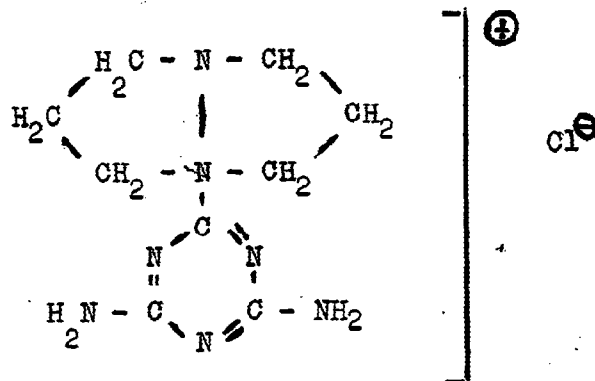
(127e)



10.

15.

(127f)



20.

EJEMPLO 5.

25.

A una solución neutra de 16,6 partes (0,1 mol) de 2-hidroxi-4,6-dicloro-1,3,5-triazina en 300 partes de agua se instilan en 15 minutos, agitando y a temperatura de 0 a 30°C, 6 partes de N,N-dimetilhidrazina. El producto de la reacción, de la fórmula presunta

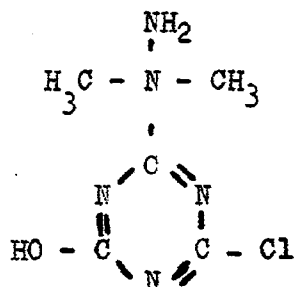


27

283192

5.

(128)



+

Cl⁻

10.

no puede precipitarse por adición de cloruro sódico. Se evapora la reacción reaccional en vacío hasta sequedad.

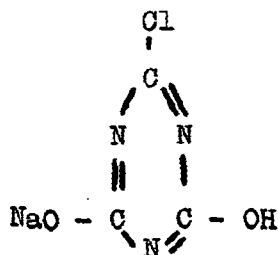
15.

E J E M P L O 6.

Si disuelven en 300 partes de agua 17 partes (0,1 mol) del compuesto de la fórmula

20.

(129a)

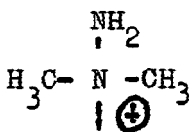


25.

A ello se añade una solución de 6 partes (0,1 mol) de N,N-dimetilhidrazina en 50 partes de agua. Se deja en reposo la solución reaccional a temperatura de 20 a 25°C, durante 20 horas. El producto de la cuaternización, de la fórmula



283192



5.

(129b)



10.

se precipita con cloruro sódico, se separa luego por filtración, se lava con solución de cloruro sódico y se seca en vacío a 50°C.

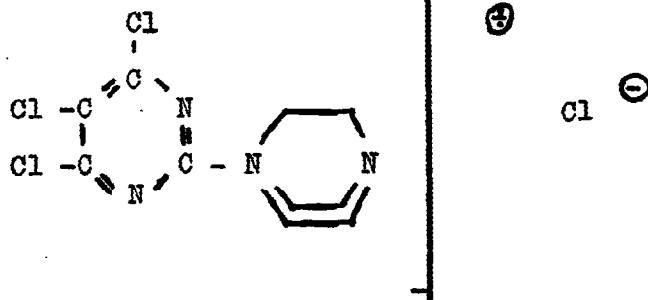
EJEMPLO 7.

15.

Se disuelven en 300 partes de acetona 11 partes (0,05 moles) de tetracloropirimidina. A esto se instila, agitando bien, una solución de 5,6 partes (0,05 moles) de 1,4-diaza-(2,2,2)-bicyclooctano y 50 partes de acetona. La sal cuaternaria, de la fórmula presunta

20.

(130)



25.

se precipita inmediatamente. Al cabo de 30 minutos se separa el precipitado por filtración, se le lava con 200 partes de acetona y se le seca en vacío.

30.

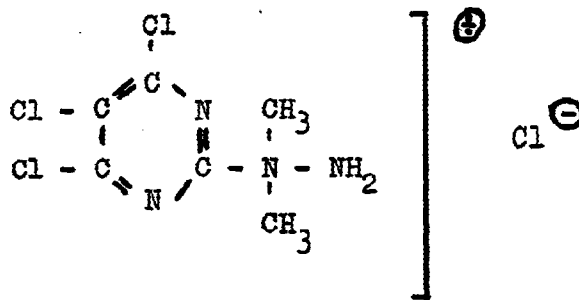


283192D

De manera análoga puede prepararse también el compuesto de la fórmula

5.

(131)



10.

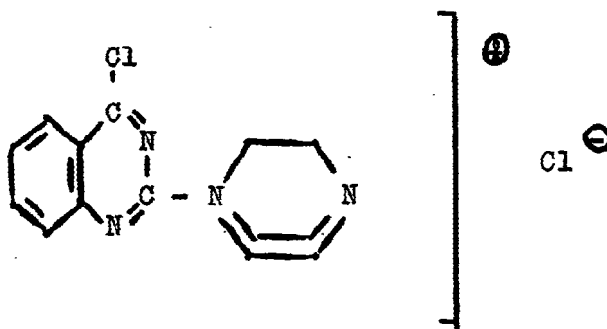
EJEMPLO 8.

A una solución de 5 partes (0,025 moles) de 2,4-dicloroquinazolina en 100 volúmenes de dimetilformamida se añaden 2,8 partes (0,025 moles) de 1,4-diaza-biciclo-(2,2,2)-octano en 25 volúmenes de dimetilformamida. El producto cristalino, de la fórmula presunta

15.

20.

(132)



25.

se separa por filtración al cabo de 24 horas, se lava primeramente con un poco de dimetilformamida y luego con acetona y por último se seca en vacío a 40°C.

EJEMPLO 9.

30.

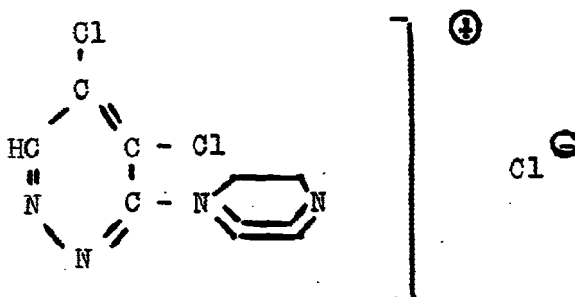
Agitando bien, se mezcla una solución de 9,2 partes



(0,05 moles) de 3,4,5-tricloropiridazina en 100 volúmenes de acetona con una solución de 5,6 partes (0,05 moles) de 1,4-diaza-biciclo-(2,2,2)-octano en 100 volúmenes de acetona. El producto precipitado de la fórmula presunta

5.

(133)



10.

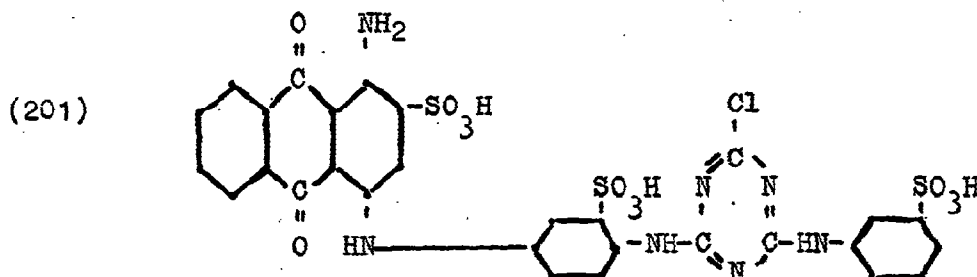
se separa inmediatamente por filtración, se lava con acetona y se seca en vacío a 40°C.

E J E M P L O 10.

15.

Se disuelven en 700 partes de agua hirviente 40 partes del colorante de la fórmula

20.

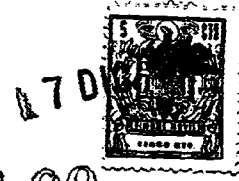


25.

se enfría la solución hasta 20°C y se la mezcla con 10 volúmenes de solución de hidróxido sódico al 30%, 20 partes de sulfato sódico cristalizado y 0,2 partes a 2 partes del compuesto de la fórmula (105b). La solución obtenida se ajusta con agua fría a un volumen de 1000 partes.

30.

Con esta solución se fulardea un tejido de algodón



283192

5. hasta una absorción de líquido del 75%, se enrolla en seguida el tejido y se le deja reposar así enrollado a 20°C durante 6 a 12 horas. Después del almacenamiento, enjuagando bien en agua fría y en agua hirviente se elimina la parte de colorante no fijada y por último se enjabona la tintura como de ordinario.

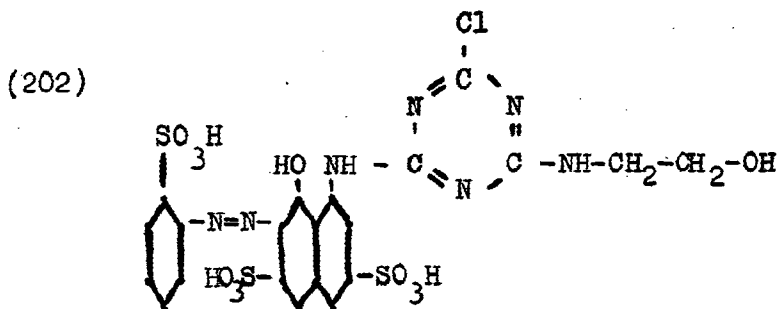
10. Se obtiene así una tintura azul, de buena solidez a la luz y al lavado y de colorido notablemente más intenso que el de una tintura correspondiente sin adición del compuesto cuaternario.

Si en lugar de 10 volúmenes de hidróxido sódico, se emplean 15 partes de fosfato trisódico, se obtienen resultados igualmente buenos.

15. Se obtienen también resultados semejantes, si, en lugar del compuesto de la fórmula (105b) antes mencionado, se emplea uno de los compuestos de las fórmulas (104a), (104b), (104c), (104d), (104e), (106), (108), (111), (114), (120), (127a) o (127b).

E J E M P L O 11.

20. Se impregna un tejido de algodón, a 50°C, con una solución de fulardeo que contiene, por 1000 partes de agua, 30 partes del colorante de la fórmula





y se le seca. Luego se fulardea el tejido con una solución que contiene, por 1000 partes de agua, 200 partes de sulfato sódico calcinado, 10 volúmenes de solución de hidróxido sódico al 30% y 0,2 a 5 partes del compuesto de la fórmula (105b). Se deja el tejido enrollado reposar a temperatura ambiente durante 3 a 6 horas y se acaba como se ha expuesto en el ejemplo 10.

5.

Se obtiene una tintura rojo brillante, de colorido notablemente más intenso que el de una tintura correspondiente hecha sin añadir el compuesto de la fórmula (105b).

10.

Si en lugar del compuesto de la fórmula (105b), se emplean los compuestos cuaternarios de las fórmulas (101b), (102), (103), (106), (115), (117), (121), (122), (124), (127d), (127e), (127f), (128), (129b), (132) o (133), se obtienen asimismo tinturas más intensas que cuando se actúa sin este aditivo.

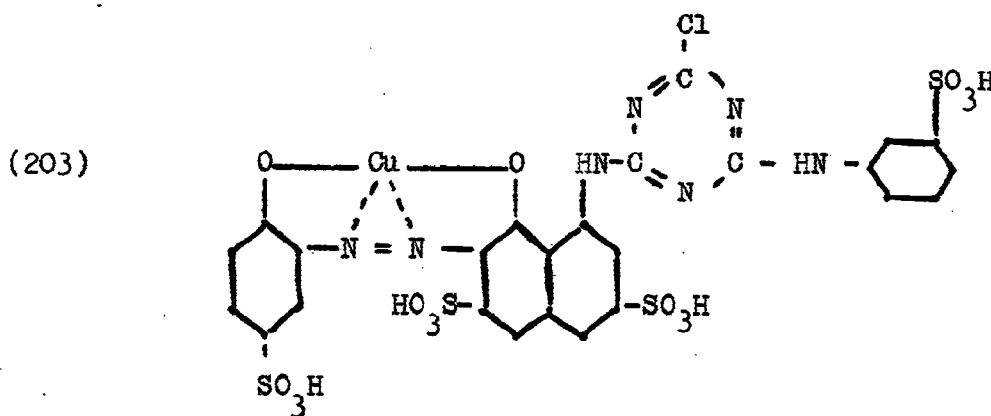
15.

Se logran resultados igualmente buenos sobre tejidos de sedas artificiales de viscosa o lana celulósica de viscosa.

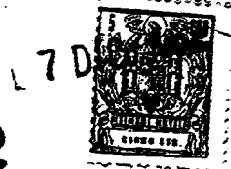
E J E M P L O 12.

Se disuelven en 250 partes de agua hirviente 1,5 partes del colorante de la fórmula

20.



25.

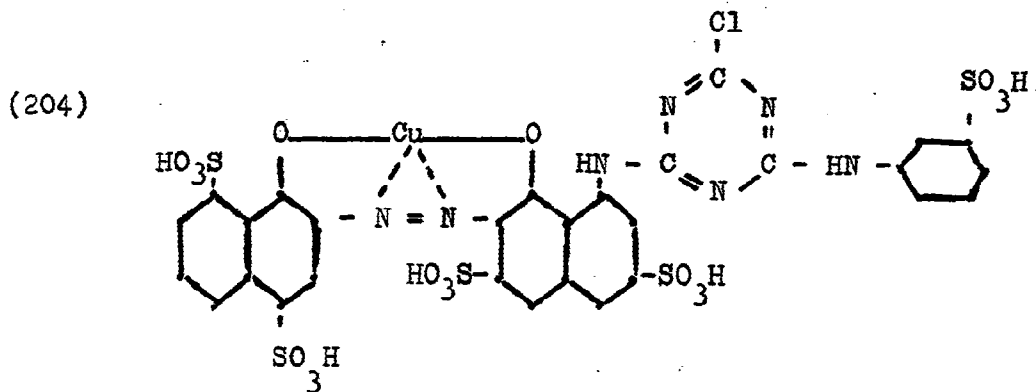


283192

Se añade esta solución al baño sintóreo, que contiene 60 partes de cloruro sódico por 750 partes de agua. En el baño tintóreo así obtenido se tiñen 50 partes de hilo de algodón a 40°C durante 30 minutos. La fijación del colorante aplicado a la fibra se efectúa consecutivamente a este proceso de aplicación, en el mismo baño tintóreo, por adición de 15 partes de fosfato trisódico y 1 parte del compuesto de la fórmula (105b). El tiempo de fijación es de una hora y media a 40°C. Después de la tinción, se enjuaga a fondo en frío y en caliente y por último se enjabona en ebullición.

Se obtiene una tintura de color violado brillante, de buenas propiedades de solidez y que en cuanto a intensidad de colorido es notablemente más vigorosa que una tintura sin adición del compuesto cuaternario.

Si en lugar del colorante empleado antes, se utiliza una cantidad equivalente del colorante de la fórmula



se obtienen resultados igualmente buenos.

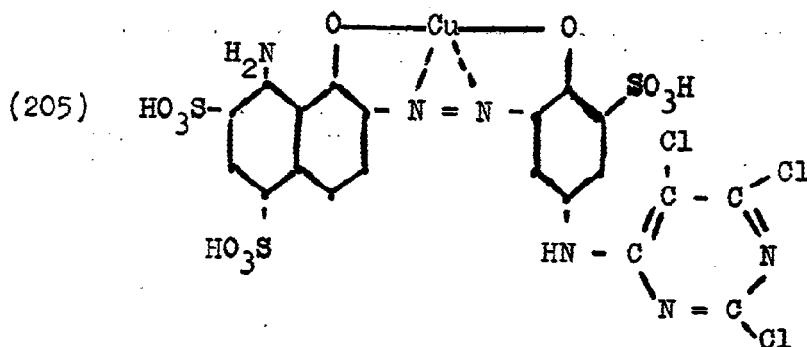


283102

Los mismos buenos resultados se obtienen también empleando partes iguales de los compuestos cuaternarios de las fórmulas (106), (113) o (125b).

Se logran también efectos notables empleando el colorante de la fórmula

5.



10.

15.

que se obtiene por condensación del complejo cúprico del colorante fundamental aminoazoico con tetracloropirimidina, en medio acuoso, con pH de 6 a 9.

E J E M P L O 13.

20.

30 partes del colorante mencionado en el ejemplo 11, de la fórmula (202), se mezclan con 50 partes de urea y se disuelven en 700 partes de agua hirviente. Después de enfriar hasta 40°C, se añaden a esta solución 20 partes de carbonato sódico y 2 a 10 partes del compuesto de la fórmula (116) y seguidamente se diluye la solución hasta 1000 partes con agua fría.

25.

Con esta solución se impregna en el fulard un tejido de algodón hasta una absorción de líquido del 75% de su peso y a continuación se le vaporiza 1 minuto directamente, es decir, sin secado intermedio. Después de la vaporización, se enjuaga y enjabona como de ordinario.

30.



283192

Se obtiene así una tintura de color rojo brillante, de muy buena solidez a la luz y al lavado. El mismo modo operatorio, con omisión del compuesto de la fórmula (116), conduce a una tintura notablemente más débil.

5. Se obtienen también efectos ventajosos si, antes de la vaporización, se guarda la tintura, enrollada y húmeda (evitando que empiece a secarse), durante 30 a 60 minutos.

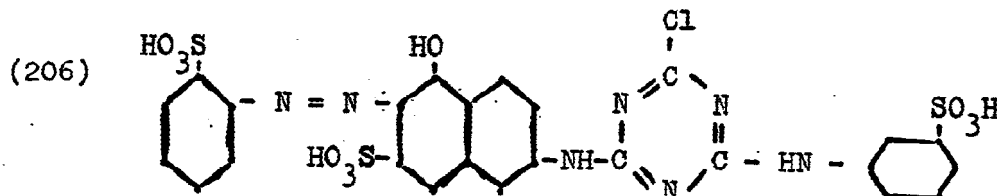
Se obtienen resultados semejantes empleando los compuestos cuaternarios de las fórmulas (119), (123), (126) o (130).

10.

E J E M P L O 14.

Se mezclan con 40 partes de urea, 30 partes del colorante de la fórmula

15.



20.

y se disuelve esta mezcla en 600 partes de agua hirviente. Se enfría hasta 40°C y se añaden a la solución 20 partes de carbonato sódico y 1,5 partes del compuesto de la fórmula (130).

25. El conjunto se diluye hasta 1000 partes con agua fría.

Con esta solución se fulardea un tejido de algodón de modo que se logre en aumento de peso del 70%. Luego se guarda el tejido, enrollado, en una instalación "pad-roll", a 80°C

del termómetro hidrométrico de bolas, durante una hora. A continuación se enjuaga bien en frío y en caliente y se enjabona

30.



1962 7 DIC. 1962

283192

en ebullición.

Se obtiene así una tintura de color anaranjado intenso, de muy buena solidez a la luz y al lavado y que es notablemente más vigorosa que una tintura hecha por el mismo procedimiento, pero sin adición del compuesto cuaternario.

5.

Se obtienen resultados igualmente buenos empleando los compuestos de las fórmulas (125b) o (131) cuaternizados con dimetilhidrazina.

Se consiguen asimismo resultados comparables sobre tejidos de lino.

10.

EJEMPLO 15.

Se disuelven en 100 partes de agua 3 partes del colorante del ejemplo 10, de la fórmula (201). Con esta solución se impregna un tejido de algodón de modo que se consiga un aumento de peso del 70%. Después de un secado intermedio, se impregna de nuevo el tejido con una solución obtenida disolviendo 250 partes de cloruro sódico, 6 partes de hidróxido sódico al 100% y 10 partes del compuesto de la fórmula (106) en 900 partes de agua, procurando que se absorba el 80% del baño. A continuación inmediata se vaporiza el tejido durante 30 segundos, con vapor de agua de 103 a 110°C. El acabado se efectúa de la manera conocida.

15.

20.

Se obtiene así una tintura azul brillante, de muy buena solidez a la luz y al lavado. El mismo modo operatorio, omitiendo el compuesto de la fórmula (106), conduce a una tintura notablemente más débil.

25.

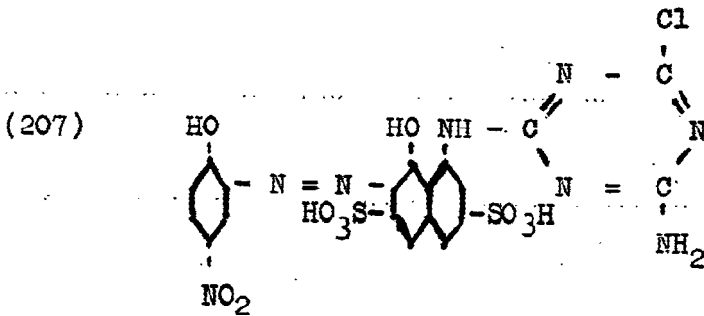
En lugar del compuesto de la fórmula (106) pueden emplearse también los compuestos de las fórmulas (105b), (107) o (130).



E J E M P L O 16.

40 partes del compuesto complejo de cromo 1:2, que contiene 2 moléculas del colorante de la fórmula

5.



10.

por 1 átomo de cromo, se disuelven en caliente, mezcladas con 200 partes de urea, en 870 partes de agua y se enfría la solución hasta temperatura ambiente. Luego se introducen en esta solución, agitando, 20 partes de carbonato sódico y 10 partes del compuesto de la fórmula (108). Con esta solución se impregna un tejido de algodón mercerizado, de modo que se logre un aumento de peso del 70%. Luego se seca el tejido en una corriente de aire caliente hasta que el algodón presenta todavía un contenido de humedad del 8%. A continuación se enjuaga bien el tejido con agua fría y con agua hirviente y se le seca.

15.

20.

Resulta una tintura verdiazul opaca, de muy buenas propiedades de solidez a la mojadura.

25.

Procediendo de la misma manera, pero sin adición del compuesto de la fórmula (108), se obtiene una tintura notablemente más clara.

E J E M P L O 17.

Se prepara una tinta de estamper de la composición siguiente:

30.

50 partes del colorante del ejemplo 11, de la fórmula (202),



283192

- 200 partes de urea,
375 partes de agua,
350 partes de espesamiento de alginato sódico al 50:1000,
10 partes de hidrogenocarbonato sódico,
5. 5 partes del compuesto de la fórmula (105b), y
10 partes de sodio m-nitrobencensulfónico.

10. Con esta tinta se estampa un tejido de algodón por medio de una estampadora de rodillos y luego se seca el tejido y se le vaporiza seguidamente durante 3 minutos a 100°C en la Mather-Platt. El estampado fijado se enjuaga con agua fría y caliente y se seca. Se obtiene un estampado rojo, de la misma intensidad de colorido que cuando se fija durante 8 minutos sin adición del compuesto de la fórmula (105b).

15. Si los estampados secados se fijan durante 10 segundos en campo de infrarrojos, se obtienen resultados igualmente buenos.

Sobre tejido de lana celulósico se obtiene un resultado semejante.

20. Con los compuestos cuaternarios de las fórmulas (106), (107), (116) o (131) - aplicados en cantidades equivalentes - se obtienen igualmente notables refuerzos de los matices.

E J E M P L O 18.

25. Se prepara una pasta de estampar de la composición siguiente:

- 50 partes del colorante de la fórmula (204) (ejemplo 12),
200 partes de urea,
370 partes de agua,
350 partes de espesamiento de alginato sódico al 50:1000,
30.



283192

10 partes de hidrocarbonato sódico,
10 partes del compuesto de la fórmula (105b) y
10 partes de sodio m-nitrobencensulfónico.

5. Se aplica la pasta a un tejido de algodón con ayuda de una estampadora de rodillos. Se seca el tejido y a continuación se le fija durante 30 segundos en una vaporizadora rápida. El acabado se efectúa de la manera que se ha expuesto en el ejemplo 10.

10. Se obtiene un estampado azul, de la misma intensidad de colorido que cuando se ha fijado durante 8 minutos sin adición del compuesto de la fórmula (105b).

Se obtienen también resultados comparables con el compuesto de la fórmula (108) o con una mezcla de los compuestos de las fórmulas (105b) o (106).

15.

E J E M P L O 19.

Se prepara una pasta de estampar de la composición siguiente:

20. 50 partes del colorante de la fórmula que se indica mas abajo

200 partes de urea

320 partes de agua

350 partes de espesamiento de alginato sódico al

50:1000

25.

60 partes de solución acuosa de carbonato potásico

al 50%

10 partes del compuesto de la fórmula (118)

10 partes de sodio m-nitrobencensulfónico.

30.

Se aplica la pasta a un tejido de algodón por medio de una estampadora de rodillos, se seca el tejido y a continua-



283192

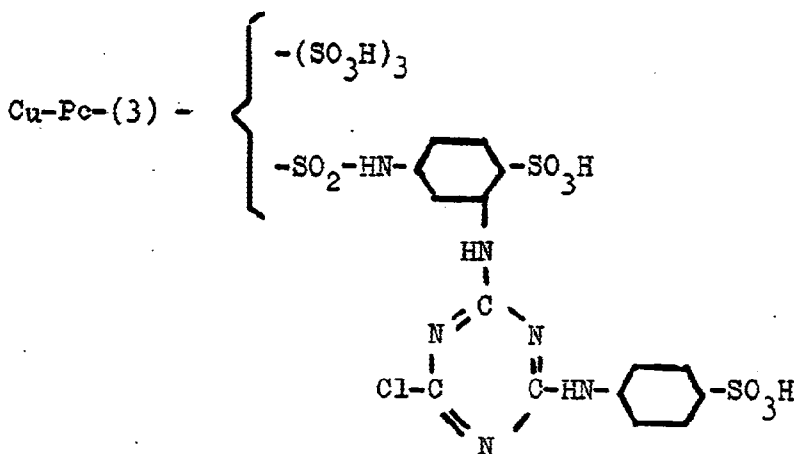
ción se le fija durante 30 segundos en una vaporizadora rápida. El acabado se efectúa de la manera indicada en el ejemplo 17.

Se obtienen un estampado de color azul turquesa, de intensidad de colorido notablemente mayor que cuando se fija durante 8 minutos sin adición del compuesto de la fórmula (118).

En lugar del compuesto de la fórmula (118) pueden emplearse también cantidades equivalentes de los compuestos de las fórmulas (105b), (106) o (131).

El colorante utilizado en este ejemplo corresponde a la fórmula.

(208)



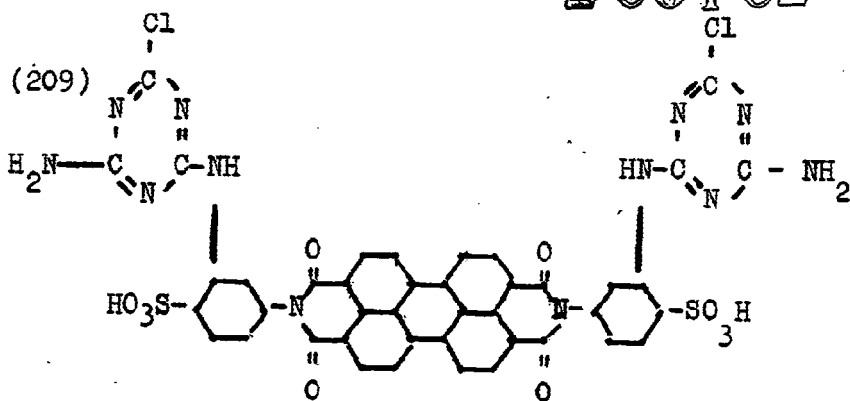
(Cu-Pc = radical de cuproftalocianina)

E J E M P L O 20.

Se fulardea a temperatura de 20 a 30°C un tejido de celulosa, con una solución que contiene, por 1000 partes de agua, 20 volúmenes de solución al 30% de hidróxido sódico y 20 partes del colorante de la fórmula.



283192



5.

10.

y 8 partes del compuesto de la fórmula (105b) o (106). A continuación se enrolla el tejido, se le envuelve con una lámina de plástico y se le guarda durante 12 horas. Después de enjuagado, se oxida, se enjabona en ebullición, se vuelve a enjuagar y se seca. Se obtiene así una tintura de color rojo vivo, sólida al lavado en ebullición.

15.

Se obtiene una tintura de colorido intenso si se efectúa la fijación en presencia de sulfuro sódico (20 partes por 1000 partes de líquido de impregnación). En este caso se recomienda efectuar un tratamiento oxidante consecutivo.

20.

E J E M P L O 21.

Se disuelven en 100 partes de agua caliente 0,6 partes del colorante de la fórmula (202), empleado en el ejemplo 11, y se añade la solución al baño tintóreo, que contiene 50 partes de cloruro sódico en 900 partes de agua. En el baño tintóreo así obtenido se tiñen 20 partes de seda natural, durante 30 minutos, a temperatura de 40°C. El colorante, aplicado a la fibra únicamente en forma substantiva, se fija durante 90 minutos, igualmente a 40°C, por adición de 2 partes de carbonato sódico y 0,5 partes del compuesto de la fórmula (105b). A continuación se enjuaga a fondo con agua fría y agua caliente y por último se enjabona a 70°C.

25.

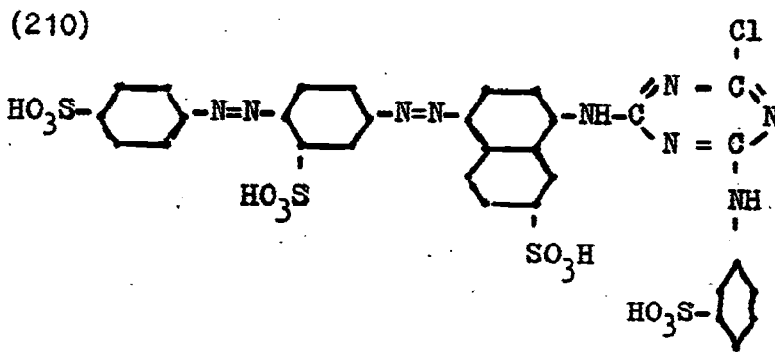
30.



203192

Se obtiene una tintura roja brillante, sólida a la luz y al lavado y que tiene colorido notablemente más intenso que una tintura correspondiente hecha sin adición del compuesto cuaternario.

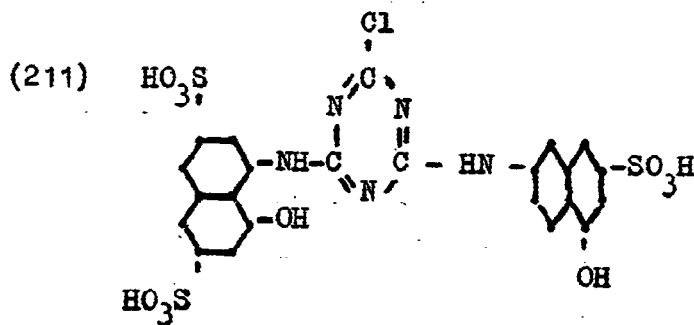
5. Si en lugar del colorante antes mencionado se emplea la cantidad equivalente del colorante disazoico de la fórmula



se obtiene una tintura de color pardo amarillento.

E J E M P L O 22

A una solución de 40 partes del componente de copulación de la fórmula



en 928,6 partes de agua, se añaden 10 volúmenes de solución al 30% de hidróxido sódico, 20 partes de sulfato sódico cristalizado y 1,4 partes del compuesto de la fórmula (106).



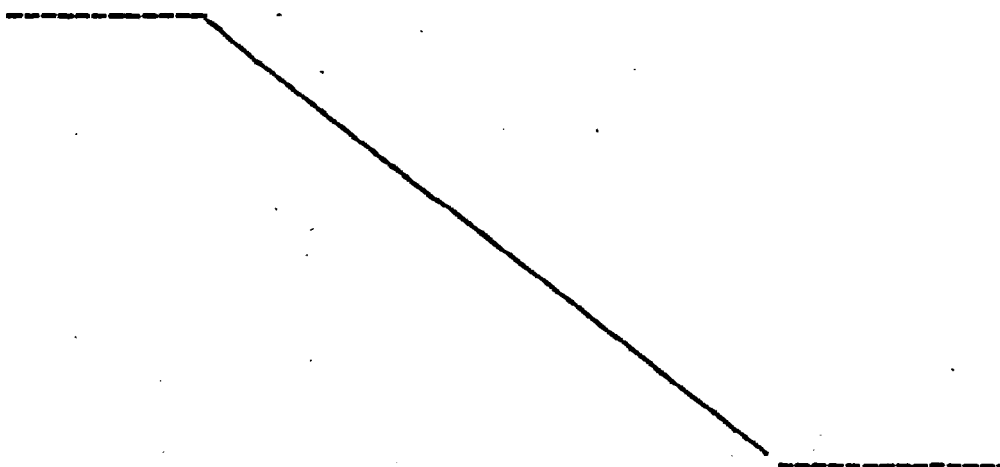
200192
17

5. Con esta solución se impregna en el fulard un tejido de algodón mercerizado, se enrolla el tejido y se le guarda durante 3 horas a la temperatura constante de 30°C. Después del almacenamiento, se elimina la parte no fijada enjuagando bien con agua fría y agua caliente.

10. El género así impregnado se desarrolla a continuación con una solución recién preparada que contiene por 1000 partes de agua 2 partes del compuesto diazoico de m-cloroanilina. Después de la copulación se enjuaga y se enjabona en ebullición. Se obtiene así una tintura escarlata brillante, de buena solidez al lavado y al frote.

El mismo procedimiento, sin adición del compuesto cuaternario mencionado, da una tintura notablemente más débil.

15. Si para el desarrollo se emplea, en lugar de la m-cloroanilina, 2 partes (por 1000 partes de agua) de 1-amino-2-metoxi-5-nitrobenzodiazol, se obtiene una tintura de color burdeos oscuro, con buenas propiedades generales de solidez y que resulta también notablemente más intensa que una tintura correspondiente sin adición del compuesto de la fórmula (106).





283192

EJEMPLO 23.

5. Se impregna un tejido de algodón, mercerizado, con una solución que contiene, por 1000 partes de agua, 30 partes del colorante de la fórmula (201), empleado en el ejemplo 10, 200 partes de urea, 20 partes de carbonato sódico y 5 partes del compuesto de la fórmula (106), a temperatura de 40°C. La fijación se efectúa exponiendo el tejido así impregnado a la acción de un campo eléctrico de alta frecuencia. Luego se enjuaga con agua fría y agua caliente, se enjabona en ebullición, se vuelve a enjuagar y se seca.

10.

Se obtiene una tintura azul profunda y sólida, de colorido más intenso que una tintura correspondiente hecha sin adición del compuesto de la fórmula (106).

15.

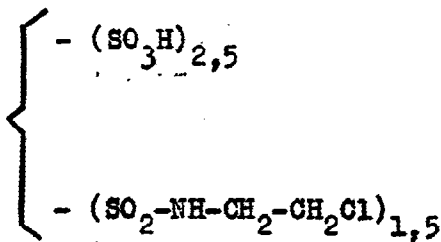
EJEMPLO 24.

Se fulardea a 40°C un tejido de algodón con una solución que contiene, en 1000 partes de agua, 30 partes del colorante de la fórmula

20.

(212)

Cu-Pc-(3)-



25.

(CuPc = radical de la cuproftalocianina)

30.

50 partes de urea, 20 partes de carbonato sódico y 3 partes del compuesto de la fórmula (110); se seca a continuación a



283192

temperatura de 60 a 80°C y luego se vaporiza durante 30 segundos. Después de la vaporización, se enjuaga con agua fría y agua caliente y se enjabona en ebullición.

5. Se obtiene una tintura azul turquesa, de buenas propiedades de solidez.

Una tintura efectuada por el mismo método, pero sin adición del compuesto de la fórmula (110), dio un colorido notablemente más débil.

10. Resultados análogos se obtienen también con los compuestos cuaternarios de las fórmulas (104) o (130).

EJEMPLO 25.

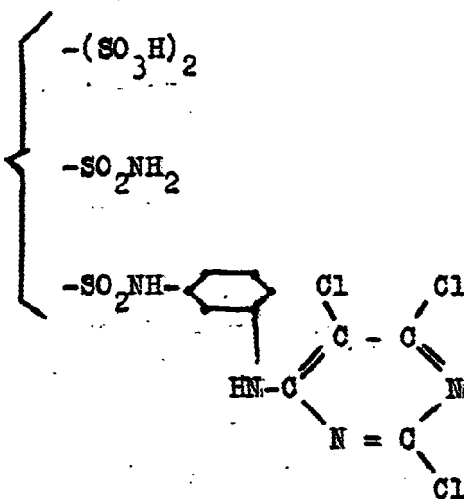
Se disuelven conjuntamente en 800 partes de agua hirviente 30 partes del colorante de la fórmula

15.

20.

(213)

Cu-Pc-(3) -



25.

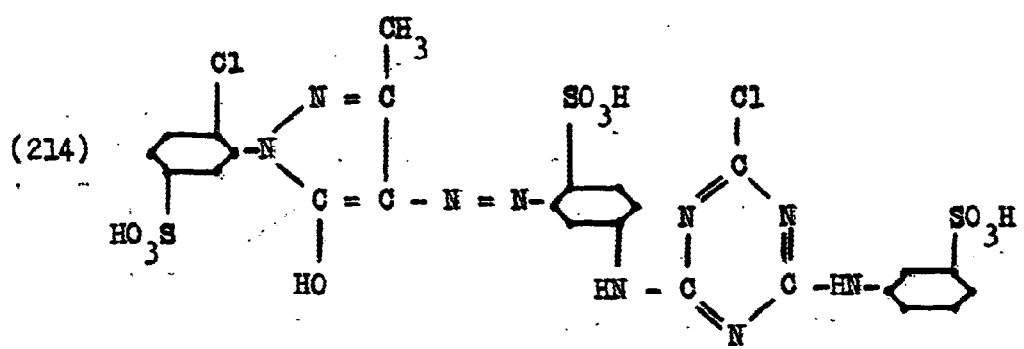
30.

(CuPc = radical cuproftalocianínico)

7.01
283192

20 partes del colorante de la fórmula

5.



10.

15.

y se enfría la solución hasta 25°C. A esta solución se añaden 16 partes de fosfato trisódico, 8 volúmenes de solución de hidróxido sódico al 30% y 5 partes del compuesto de la fórmula (105b) y se ajusta a 1000 volúmenes con agua fría.

20.

Se impregna en el fular un tejido de algodón hasta una absorción de líquido del 70%, se enrolla el tejido y se le guarda durante 6 horas a la temperatura constante de 25°C. Después del almacenamiento, se enjuaga a fondo con agua fría y agua caliente y por último se enjabona en ebullición.

25.

Se obtiene una tintura verde brillante que tira al amarillo. Una tintura combinada correspondiente sin adición del compuesto cuaternario, de matices más débiles.

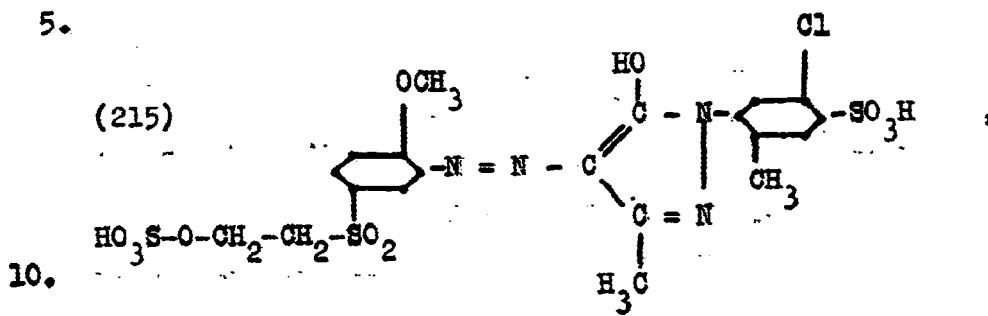
30.

Si en lugar de los colorantes anteriores se emplea una combinación de 30 partes del colorante de la fórmula



283192

(209), según el ejemplo 20, y 20 partes del colorante de la fórmula



se obtiene una tintura anaranjada, del mismo buen resultado.

15.

EJEMPLO 26.

Se prepara una pasta de estamper de la composición siguiente:

20. 50 partes del colorante de la fórmula (212),
ejemplo 24,
200 partes de urea
320 partes de agua
350 partes de espesamiento de alginato sódico al
25. 50:1000
60 partes de solución acuosa de carbonato potásico
al 50%
10 partes del compuesto de la fórmula (106)
10 partes de sodio m-nitrobencensulfónico.
- 30.



233192

Se estampa un tejido de algodón por medio de una estampadora de rodillos, se seca el tejido y a continuación se fija el colorante durante 30 segundos en la vaporizadora rápida. El acabado se efectúa de la manera indicada en el ejemplo 10.

5.

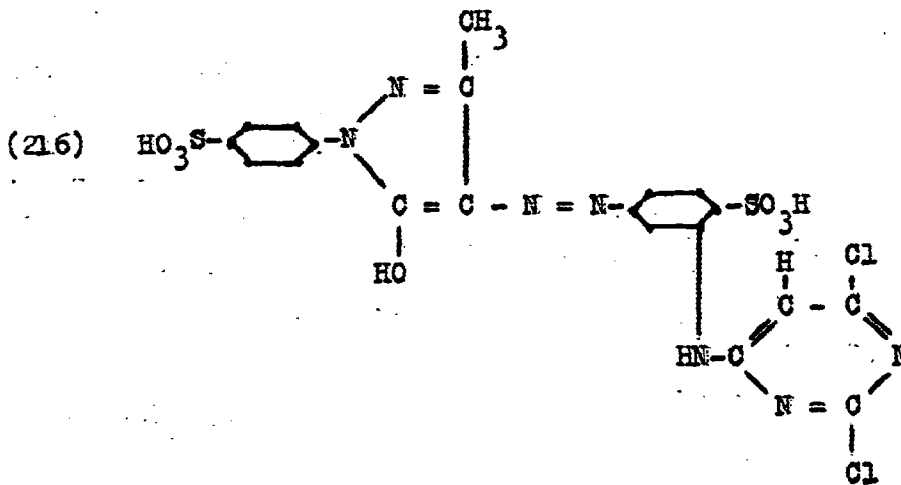
Resulta un estampado de color turquesa, con buenas propiedades de solidez y que es notablemente más intenso que si se actúa sin el compuesto de la fórmula (106).

10. EJEMPLO 27.

Se prepara una pasta de estampar de la composición siguiente:

50 partes del colorante de la fórmula

15.



obtenido por condensación del colorante fundamental aminoazico con 2,4,6-tricloropirimidina,

30.



283192

- 100 partes de urea,
- 420 partes de agua
- 400 partes de espesamiento de alginato sódico al 50:1000
- 5. 10 partes del compuesto de la fórmula (106)
- 10 partes de sodio m-nitrobencensulfónico y
- 10 partes de hidrocarbonato sódico.

- Se estampa un tejido de algodón por medio de una
- 10. estampadora de rodillos o por estampación con plantilla. Se seca el tejido y a continuación se fija durante 30 segundos en la vaporizadora rápida. El acabado se efectúa como se ha indicado en el ejemplo 10. Se obtiene un estampado amarillo, de colorido más intenso que cuando se actúa sin el compuesto de la fórmula (106).
 - 15. Si en lugar del compuesto de la fórmula (106) se emplea el compuesto de las fórmulas (130) o (131), se obtienen resultados semejantes.

20. EJEMPLO 28.

Se prepara una pasta de estampar de la composición siguiente:

- 25. 50 partes del colorante de la fórmula (212), ejemplo 24
- 420 partes de agua y
- 550 partes de espesamiento de alginato sódico al 50:1000.

- Se estampa un tejido de algodón y se le seca.
- 30. El tejido secado se impregna en un fular con una solución



283192

5. que contiene, en 1000 partes de agua, 150 partes de cloruro sódico, 100 partes de carbonato potásico, 30 volúmenes de solución al 30% de hidróxido sódico y 10 partes del compuesto de la fórmula (108), se exprime hasta 70% de retención de líquido y se fija, sin secado intermedio, durante 30 segundos en la vaporizadora rápida. El acabado se efectúa como se ha indicado en el ejemplo 10.

10. Se obtiene un estampado azul turquesa, de colorido notablemente más intenso que cuando se actúa sin el compuesto cuaternario mencionado.

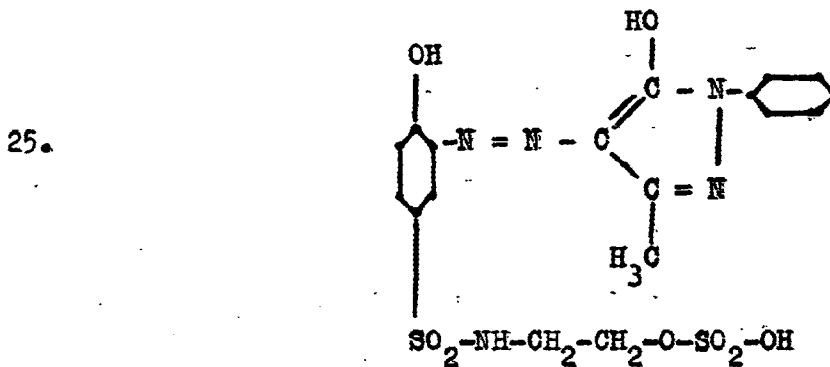
Sobre tejido de lana celulósica se obtiene un resultado igualmente bueno.

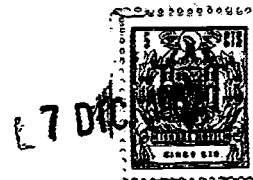
15. El compuesto cuaternario de la fórmula (108) puede también añadirse directamente a la pasta de estampar.

EJEMPLO 29.

Se prepara una pasta de estampar de la composición siguiente:

20. 20 partes del compuesto complejo 1:2 de cobalto que contiene por 1 átomo de cobalto 2 moléculas del colorante de la fórmula





283192

- 100 partes de urea
- 480 partes de agua
- 350 partes de espesamiento de alginato sódico
al 50:1000
- 5. 50 partes de hidrocarbonato sódico
- 10 partes del compuesto de la fórmula (106) y
- 10 partes de sodio m-nitrobencensulfónico.

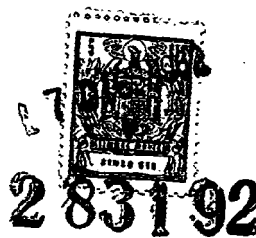
10. Se estampa un tejido de algodón por medio de una estampadora de rodillos y se seca. A continuación se fija el tejido en la vaporizadora rápida durante 30 segundos. El acabado se efectúa como en el ejemplo 10.

15. Resulta un estampado de color pardo amarillento, de colorido más intenso que cuando se actúa sin el compuesto de la fórmula (106).

EJEMPLO 30.

20. Se disuelven en 100 partes de agua 4 partes del colorante de la fórmula (203), empleado en el ejemplo 12. Con esta solución se impregna un tejido de algodón de modo que resulte una absorción del 70% del baño.

25. Después de un secado intermedio, se pasa el tejido por una solución obtenida disolviendo 250 partes de cloruro sódico, 6 partes de hidróxido sódico al 100% y 5 partes del compuesto de la fórmula (123) en 900 partes de agua. Este baño se halla encima de una de las ramas de un recipiente configurado en forma de U y cargado con una aleación apropiada de bajo punto de fusión. La solución de materias químicas y el baño metálico presentan una temperatura de 90°C. El paso del género se efectúa de modo que el tejido atraviese en primer lugar el baño de materias quí-



5. micas e inmediatamente después el baño metálico. El tiempo de contacto entre el género y el baño metálico es de 7 a 10 segundos. Después de salir del baño metálico, se enjuga bien el tejido en agua fría y seguidamente, durante unos 10 minutos, en agua hirviente y luego se seca.

Se obtiene una vigorosa tintura violada, de buenas propiedades de solidez.

10. Actuando del mismo modo, pero con omisión del compuesto de la fórmula (123) en el baño de sustancias químicas, únicamente se obtiene una tintura lila pálida.

EJEMPLO 31.

15. En un baño tintóreo que contiene, en 3000 partes de agua 3 partes del colorante de la fórmula (202), expuesta en el ejemplo 11, se introducen a 25°C 100 partes de tejido de algodón. En el curso de 30 minutos se añaden 150 partes de cloruro sódico, luego 25 partes de carbonato sódico anhidro y, al cabo de otros 5 minutos, 20 partes del compuesto de la fórmula (127). El tejido permanece todavía una hora en el baño tintóreo y luego se enjuaga y se enjabona como de ordinario. Se obtiene una tintura roja.

20. Sin la adición del compuesto de la fórmula (127), se obtiene una tintura notablemente más débil.

25. En lugar de las 25 partes de carbonato sódico, pueden emplearse también, con el mismo buen resultado, 20 partes de una solución metanólica al 40% de hidróxido de trimetilbencilamónio.

- 30.



17 DIC

283192

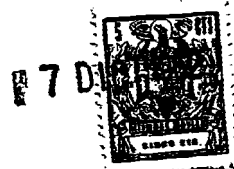
EJEMPLO 32.

Se prepara una pasta de imprimir de la composición siguiente:

5. 50 partes del colorante de la fórmula (202), empleado en el ejemplo 11
200 partes de urea
370 partes de agua
350 partes de espesamiento de alginato sódico al
10. 50:1000
10 partes de hidrocarbonato sódico
10 partes del compuesto de la fórmula (109)
10 partes de sodio m-nitrobencensulfónico.
15. Se estampa un tejido de algodón por medio de una estampadora de rodillos. Después del secado, se guarda el género estampado durante 24 horas a temperatura de 35 a 40°C y a continuación se le acaba de manera conocida. Se obtiene un estampado rojo. Si se procede sin adición compuesto cuaternario,
20. el matiz resulta notablemente más débil.
A temperatura más baja (20 a 30°C), se obtiene un efecto semejante con un almacenamiento de 2 a 3 días; a temperatura más alta (60 a 80°C), se obtiene un resultado comparable dentro de 30 a 60 minutos.
25. Si en lugar del colorante indicado se emplea el de la fórmula (201), expuesta en el ejemplo 10, se obtiene un resultado igualmente bueno.

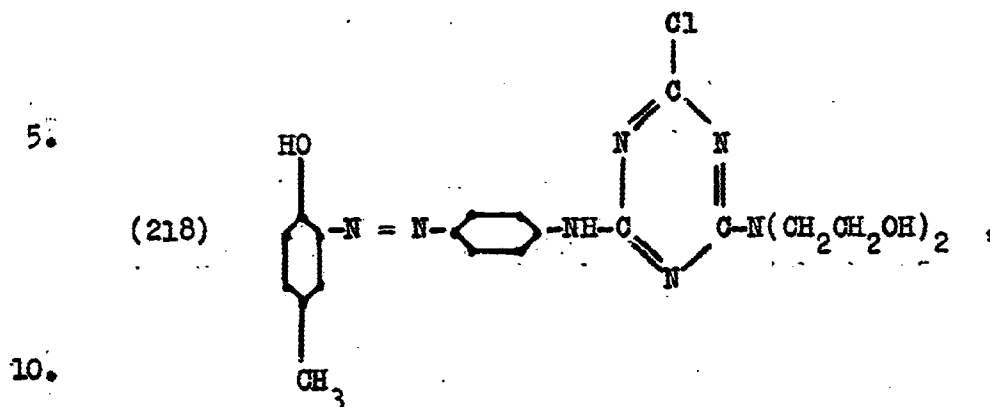
EJEMPLO 33.

30. Se impregna en el fulard, a 30°C, un tejido de algodón mercerizado, con un baño que contiene, en 100 partes



283192

de agua, 30 partes del colorante de la fórmula.



15. y además 250 volúmenes de éter monoetílico de etilenglicol, 30 volúmenes de solución de hidróxido sódico al 30% y 2 partes del compuesto de la fórmula (105b).

20. El género así impregnado se enrolla y se deja en reposo durante 6 a 12 horas a temperatura ambiente. Después del almacenamiento se enjuaga con agua fría y agua caliente y por último se enjabona en ebullición.

25. La tintura amarilla obtenida se distingue por buenas propiedades de solidez y resulta sensiblemente más intensa que una tintura correspondiente hecha sin adición del mencionado compuesto cuaternario de la fórmula (105b).

Si en lugar de éste se emplean cantidades equivalentes de los compuestos de las fórmulas (106), (112) o (125b), se obtienen tinturas igualmente intensas.

30.



283192

2. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se emplea un compuesto cuaternario de nitrógeno que corresponde a la fórmula (1) en que R significa un radical cloropirimidínico.

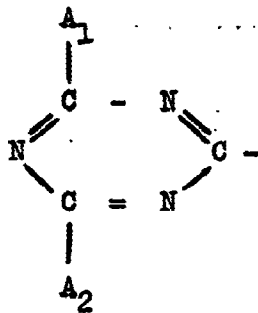
5.

3. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se emplea un compuesto cuaternario de nitrógeno que corresponde a la fórmula (1) en la que R significa el radical de una 4,6-diamino-1,3,5-triazina ligada a R¹ en posición 2.

10.

4. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 3, caracterizado por el hecho de que se emplea un compuesto cuaternario de nitrógeno cuyo radical R corresponde a la fórmula

15.



20.

25.

en la que A₁ y A₂ significan grupos H₂N, grupos oxi o grupos alcoxi o radicales de aminas alifáticas o aromáticas.

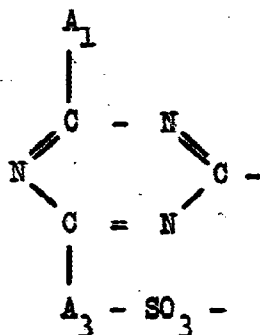
30.

5. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 4, caracterizado por el hecho de que se emplea un compuesto cuaternario de nitrógeno cuyo radical R corresponde a la fórmula



283192

5.



en la que

10.

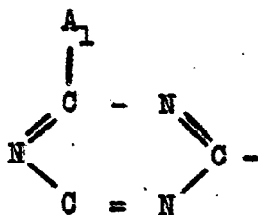
A_1 significa un grupo H_2N o el radical de una amina alifática o aromática y

A_3 significa el radical de una amina aromática.

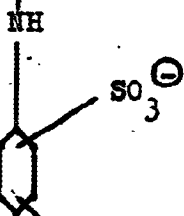
15.

6. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 5, caracterizado por el hecho de que se emplea un compuesto cuaternario de nitrógeno cuyo radical R corresponde a la fórmula

20.



25.



30.



7 DIC.



283192

en la que M_e significa un catión,

k significa un número entero por valor de 2 a lo sumo y

A_1 significa un grupo H_2N o el radical de una amina alifática o aromática.

5.

7. Procedimiento conforme a lo definido en una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por el hecho de que se emplean los compuestos cuaternarios de nitrógeno que contienen como radical R' una amina terciaria que, además del átomo de aminonitrógeno, sólo presenta átomos de carbono y de hidrógeno y 6 a 8 átomos de carbono a lo sumo por grupo amínico terciario.

10.

15.

8. Procedimiento conforme a lo definido en una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por el hecho de que se emplean los compuestos cuaternarios de nitrógeno que contienen como radical R' un radical trimetilamínico.

20.

9. Procedimiento conforme a lo definido en una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por el hecho de que se emplean los compuestos cuaternarios de nitrógeno que corresponden a la fórmula (1) en que R' significa el radical de una amina heterocíclica policíclica terciaria en la que el átomo de nitrógeno del grupo amínico terciario, o los átomos de nitrógeno de los grupos amínicos terciarios, representan miembros de puente de varios anillos.

25.

30.

10. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 9, caracterizado por el hecho de que se emplean



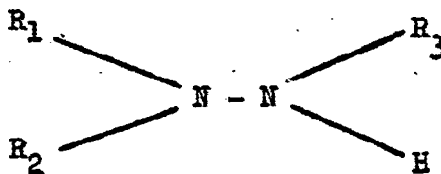
283192

los compuestos cuaternarios de nitrógeno que contienen como radical R' el radical de 1,4-diaza-biciclo-(2,2,2)-octano.

5. 11. Procedimiento conforme a lo definido en una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por el hecho de que se emplean los compuestos cuaternarios de nitrógeno que corresponden a la fórmula (1) en la que R' significa el radical de una hidrazina que presenta por lo menos un átomo de nitrógeno terciario.

10. 12. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 11, caracterizado por el hecho de que se emplean los compuestos cuaternarios de nitrógeno que contienen como radical R' el radical de una hidrazina de la fórmula

15.



20.

en la que

25. R_1 y R_2 significan radicales hidrocarburos alifáticos con 4 átomos de carbono a lo sumo cada uno y R_3 significa igualmente dichos radicales, o de preferencia, un átomo de hidrógeno.

30. 13. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 11, caracterizado por el hecho de que se emplean

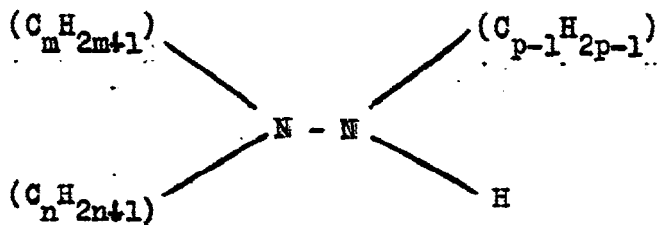


283192

los compuestos cuaternarios de nitrógeno que contienen como radical R' el radical de una hidrazina de la fórmula

5.

10.



15.

en la que

m y n significan sendos números enteros por valor de 4 a lo sumo y

20.

p significa un número entero por valor de 5 a lo sumo.

25.

14. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 12, caracterizado por el hecho de que se emplean los compuestos cuaternarios de nitrógeno que contienen como radical R' el radical de la N,N-dimetilhidrazina.

30.

15. Procedimiento conforme a lo definido en una de las reivindicaciones 1 a 14, caracterizado por el hecho de que se estampa y tiñe de la manera indicada material fibroso que contiene celulosa.



16. Procedimiento para teñir y estampar material fibroso.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 78 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 7 de diciembre de 1.962.

CIBA SOCIETE ANONYME.

p. a.

JANRE ISEPN MIRALLES

P. P.