



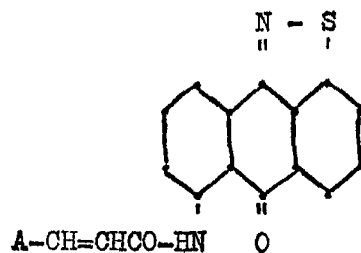
P A T E N T E
D E
I N V E N C I Ó N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE 5-CINAMOILAMINO-
-1,9-ISOTIAZOLANTRONAS", a favor de la firma suiza CIBA
SOCIÉTÉ ANONYME, domiciliada en BASILEA (Suiza).

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

Se ha descubierto que se llega a valiosos
5-cinamoilamino-1,9-isotiazolantronas de la fórmu-
la



5. donde



317149

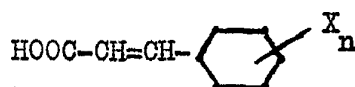
A significa un radical arílico, en particular un radical bencénico,

si se acila 5-amino-1,9-isotiazolantrona con un agente donador del radical de un ácido carboxílico de la fórmula

5. la



10. En concepto de agentes de acilación se emplean preferentemente los haluros, y en particular los cloruros, de los ácidos carboxílicos de la fórmula



15.

donde

X significa un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo alkilo, alcoxi o nitro, y

n significa un número por valor de 1 a 3.

20.

Como ejemplos cabe citar los siguientes ácidos carboxílicos:

ácido cinámico,

ácido 2-clorocinámico,

317149



5. ácido 4-clorocinámico,
ácido 2-bromocinámico,
ácido 4-bromocinámico,
ácido 2,4-diclorocinámico,
ácido 3,4-diclorocinámico,
ácido 4-metilcinámico,
ácido 3,4-dimetilcinámico,
ácido 4-isopropilcinámico,
ácido 2-trifluorometilcinámico,
10. ácido 2-metoxicinámico,
ácido 4-metoxicinámico,
ácido 3,4-dimetoxicinámico, y
ácido 3-nitrocinámico.

15. Se emplea, por 1 mol de la 5-amino-1,9-iso-
tiazolantrona, 1 mol por lo menos del agente de acilación
y, de convención, un exceso. La acilación puede efec-
tuarse por métodos ya de sí conocidos, por ejemplo en
un disolvente orgánico indiferente, como nitrobenceno
o clorobenceno, dimetilformamida o N-metilpirrolidona,
20. si conviene con adición de un agente aceptor de ácido,
como por ejemplo la piridina.

25. El acabado de los colorantes obtenidos se reali-
za convenientemente diluyendo la solución reaccional con
un alcohol de peso molecular bajo, con lo cual el coloran-
te se precipita y puede ser separado por filtración, o
expulsado el disolvente, por ejemplo mediante destilación
directa o mediante destilación con vapor de agua.

30. Las nuevas cinamoilamino-isotiazolantronas cons-
tituyen colorantes valiosos, que presentan excelente po-
der de fijación a las fibras de poliéster, y en particular



a las fibras de tereftalato de polietileno, y que tienen éstas con tonos amarillos de excelente solidez a la luz y a la sublimación.

5. En comparación con las 5-benzoilamino-1,9-isotiazolantronas descritas en la patente francesa 1.277.906 (Case 4454), los colorantes obtenidos según este invento se distinguen por un poder de fijación a las fibras de poliéster notablemente mejor. Además, las mezclas de 5-cinamoilamino-isotiazolantronas con 5-benzoilamino-isotiazolantronas manifiestan un efecto mixto acusado.
- 10.

- Para teñir, los nuevos colorantes se emplean convenientemente en forma de división fina y se tiñe con adición de dispersantes, como jabón, lejía de celulosa sulfítica o detergentes sintéticos, o de una combinación de diversos agentes humectantes y dispersantes. Por lo general, es conveniente transformar los colorantes, antes de la tinción, en un preparado tintóreo que contenga un dispersante y colorante finamente dividido, en forma tal que cuando se diluya con agua el preparado colorante se origine una dispersión fina. Estos preparados colorantes pueden obtenerse de manera conocida, por ejemplo mediante reprecipitación del colorante en ácido sulfúrico y molturación con lejía residual sulfítica de la suspensión así obtenida, y eventualmente por molturación del colorante, en estado seco o húmedo, en dispositivos molturadores de gran eficacia, con o sin adición de dispersantes durante la operación de molienda.
- 15.
- 20.
- 25.

- Los nuevos colorantes, gracias a su resistencia a los álcalis, sirven particularmente para teñir por el procedimiento llamado "de termofijación", en el cual el tejido
- 30.



do que se ha de teñir se impregna con una dispersión acuosa del colorante, la cual contiene de conveniencia 1 a 50% de urea y un espesante, en particular alginato sódico, de preferencia a temperaturas de 60% a lo sumo, y se exprime como de ordinario. Es conveniente exprimir de modo que el género impregnado retenga del 50 al 100% de su peso inicial en líquido tintóreo.

5. Para la fijación del colorante, el género así impregnado, para mayor conveniencia después de secado previo, por ejemplo en una corriente de aire caliente, se calienta a temperaturas superiores a 100°C, por ejemplo de 180 a 220°C.

10. Particular interés presenta el procedimiento de termofijación que acaba de mencionarse para teñir tejidos mixtos de fibras de poliéster y fibras de celulosa, en particular de algodón. En este caso, el líquido de impregnación contiene, además de los colorantes de este invento, colorantes aptos para teñir el algodón (en particular, colorantes de tina) o colorantes reactivos, es decir, colorantes capaces de fijarse a las fibras de celulosa con formación de un enlace químico, o sea, por ejemplo, colorantes provistos de un radical clorotriazínico o clorodiazínico. En este último caso resulta conveniente añadir a la solución de fulardeo un agente aceptor de ácido, por ejemplo un carbonato o fosfato alcalino, borato o perborato alcalino o, respectivamente, sus mezclas.

15. Cuando se emplean colorantes de tina, se necesita después del tratamiento térmico del tejido fulardeado un tra-

20.

25.

317149



tamiento con una solución acuoso-alcalina de un agente reductor de los que son corrientes en la tintorería de tina.

5. Las tinturas obtenidas se someten de conveniencia a un tratamiento final, por ejemplo mediante calentamiento con una solución acuosa de un detergente exento de iones.

10. En lugar de aplicarse por impregnación, los colorantes pueden aplicarse también por estampación. Con tal fin se emplea, por ejemplo, una pasta de estampar que, además de los coadyuvantes usuales en la estampación, como agentes humectantes y espesantes, contenga el colorante finamente disperso, eventualmente en mezcla con uno de los colorantes para algodón que se han mencionado antes y eventualmente en presencia de urea y/o de un agente acceptor de ácido.

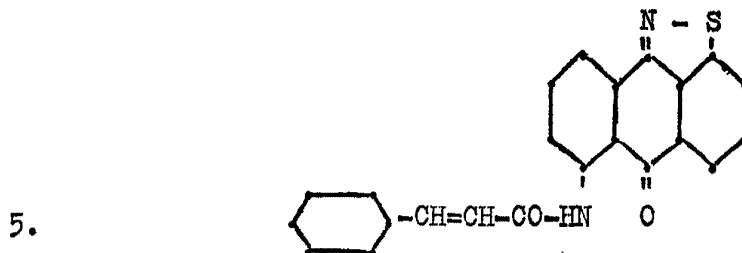
15. En el ejemplo que sigue, las partes significan, en tanto no se indique otra cosa, partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso; las temperaturas están expresadas en grados centígrados.

20. EJEMPLO.

25. Se calientan a temperatura de 130 a 135°, durante unas 5 horas y agitando, 25,2 partes de 5-amino-1,9-isotiazolantrona y 25 partes de cloruro de cinamoilo en 100 partes de nitrobenzeno. Después del enfriamiento se separa la mezcla reaccional por filtración y se lava



la torta del filtro primeramente con nitrobenzeno y luego con alcohol. El colorante obtenido, de la fórmula



tiñe las fibras de poliéster, en dispersión acuosa, con tonos amarillos intensos, de muy buena solidez a la luz y a la sublimación.

10. En comparación con la conocida 5-benzoilamino-1,9-isotiazolantrona, la 5-cinamoilamino-1,9-isotiazolantrona se distingue por mejor poder de fijación a las fibras de poliéster.

15. Si se emplea una mezcla constituida por partes iguales de 5-cinamoilamino-1,9-isotiazolantrona y 5-benzoilamino-1,9-isotiazolantrona, se obtiene una tintura de intensidad doble, por lo menos, de la que puede lograrse con una 5-benzoilamino-isotiazolantrona.

Prescripción tintórea:

20. Se muele en húmedo 1 parte de 5-cinamoilamino-1,9-isotiazolantrona con 2 partes de una solución acuosa al 50% de lejía residual de celulosa sulfítica y se seca.

317149




Este preparado colorante se deslíe con 40 partes de una solución acuosa al 10% de un producto de condensación de alcohol octadecílico con 20 moles de óxido de etileno y se añaden 4 partes de una solución de ácido acético al 40%. Diluyendo con agua se prepara con esto un baño tin tóreo de 4000 partes.

En este baño se introducen, a 50%, 100 partes de una tela de fibra de poliéster, limpia, se aumenta la temperatura en media hora hasta 120-130% y se tiñe durante una hora a esta temperatura en recipiente cerrado. A continuación se enjuaga bien. Se obtiene una tintura amarilla intensa, de excelente solidez a la luz y a la sublimación.

Si se acila la 5-amino-1,9-isotiazolantrona con el cloruro de los ácidos cinámicos reseñados en la columna I de la tabla que sigue, se obtienen 5-cinamoilamino-isotiazolantronas que tiñen las fibras de tereftalato de polietileno con los matices indicados en la columna II.

Nº	I Ácido carboxílico	II Matiz
1	ácido 4-metilcinámico	amarillo
2	ácido 4-metoxycinámico	"
3	ácido 2-clorocinámico	"
4	ácido 3-nitrocínámico	"

317149 

N O T A

Descrito el objeto de la invención, se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridades suizas nº 11667/64 del 7 de septiembre de 1964 y nº del 26 de julio de 1965, existiendo en ambas unidad de invención:

5.

1. Procedimiento para la preparación de 5-cinamoil-amino-1,9-isotiazolantronas, caracterizado por acilarse 5-amino-1,9-isotiazolantrona con un agente donador del radical de un ácido carboxílico de la fórmula

10.

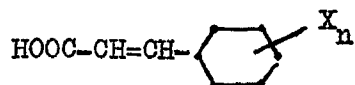


donde

A significa un radical arílico.

15.

2. Procedimiento como se define en la reivindicación 1, caracterizado por emplearse, como agente de acilación, un cloruro de un ácido carboxílico de la fórmula



donde



X significa un átomo de hidrógeno o de halógeno
o un grupo alkilo, alcoxi o nitro, y

n significa un número por valor de 1 a 3.

5. 3. Procedimiento como se define en la reivindicación 1 y 2, caracterizada por efectuarse la acilación en un disolvente orgánico inerte y en caliente.

4. Procedimiento para la preparación de 5-cinamoilamino-1,9-isotiazolantronas.

10. Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 10 hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras, acompañadas de la documentación correspondiente.

Madrid, a 6 de septiembre de 1965

p.a. JAIÑE IBERN

D. P.