

345975

P.- 36.477

Pos-12369 Sumitomo

**Memoria descriptiva**

23 DIC. 1967

SECCION TECNICA

CLASIFICACION I.P.C.

CLASE C 09

SUBCLASE B



para solicitar PATENTE DE INVENCION EN ESPAÑA por 20 años

a nombre de SUMITOMO CHEMICAL COMPANY LTD.

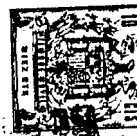
entidad / de nacionalidad japonesa

con domicilio en 15, Kitahama -5-chome, Higashi-ku, Osaka,  
Japón

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UN NUEVO COLORANTE  
REACTIVO" (Clase Internacional C09b)

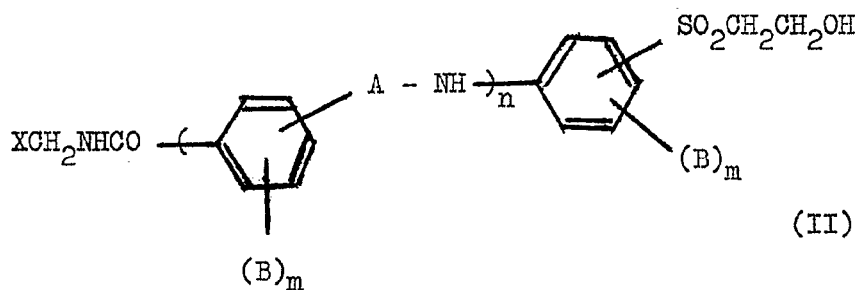
12.12.67.





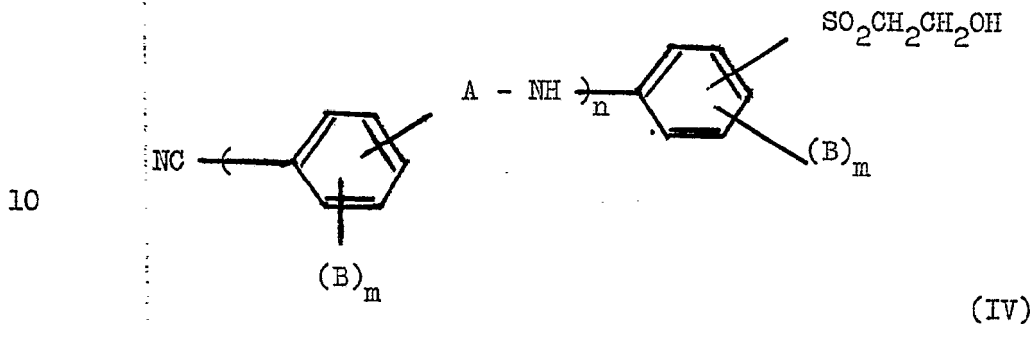
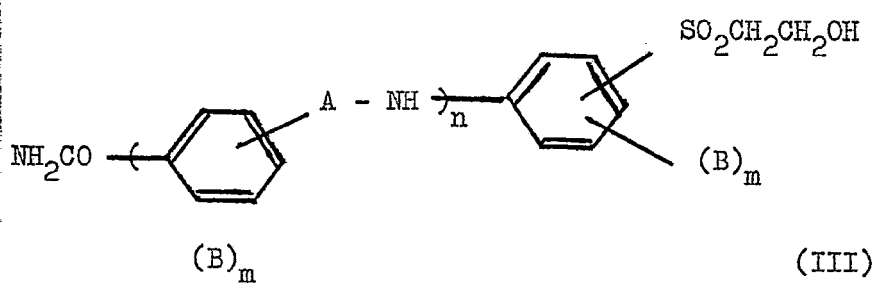
El objeto del presente invento es el de crear nuevos colorantes reactivos que se utilizan para teñir fibras de celulosa. Otro objeto del presente invento es el de crear un procedimiento para producir los nuevos colorantes reactivos antes mencionados. Un objeto adicional del presente invento es el de crear un procedimiento para teñir fibras con los nuevos colorantes antes mencionados. Otros objetos resultarán evidentes a partir del texto siguiente.

Los nuevos colorantes reactivos que tienen al menos un grupo reactivo representado por la fórmula (I), se obtienen haciendo reaccionar un colorante orgánico, que tiene un átomo de hidrógeno que puede ser sustituido por un compuesto reactivo representado por la fórmula general (II)



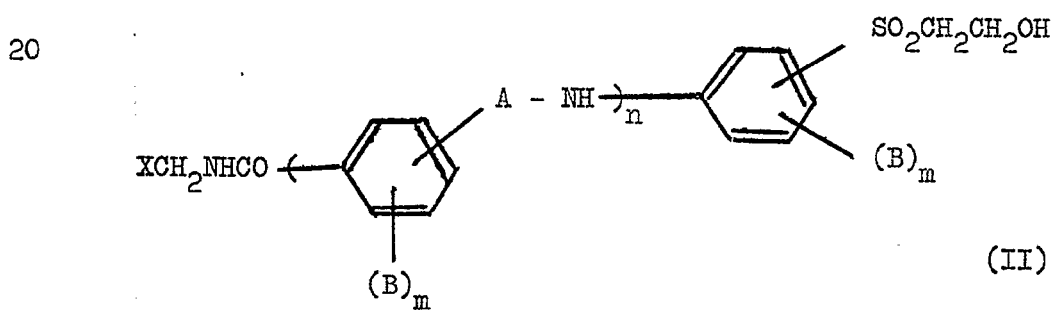
(en que A, B, m y n son los mismos que se muestran anteriormente, y X es un grupo hidroxilo o un átomo de halógeno), en ácido sulfúrico, o haciendo reaccionar al colorante con un compuesto representado por la fórmula general (III) o (IV)

345975



15 (en que A, B, m y n son los mismos que se muestran anteriormente) en la presencia de formaldehido, en ácido sulfúrico.

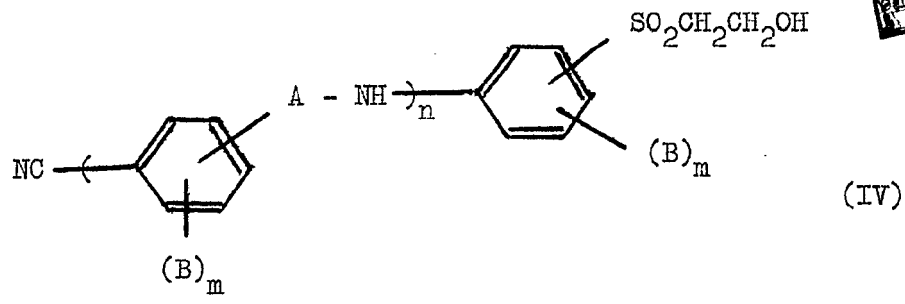
Además, el presente invento crea un procedimiento para producir un nuevo compuesto reactivo representado por la fórmula (II)



25 en que A es  $-\text{SO}_2-$  ó  $-\text{CO}-$ ; B es un grupo metilo, un grupo metoxi o un átomo de halógeno; m es 0 ó 1; n es 0 ó 1; X es un átomo hidroxilo o halógeno; hidrolizando un compuesto representado por la fórmula general IV

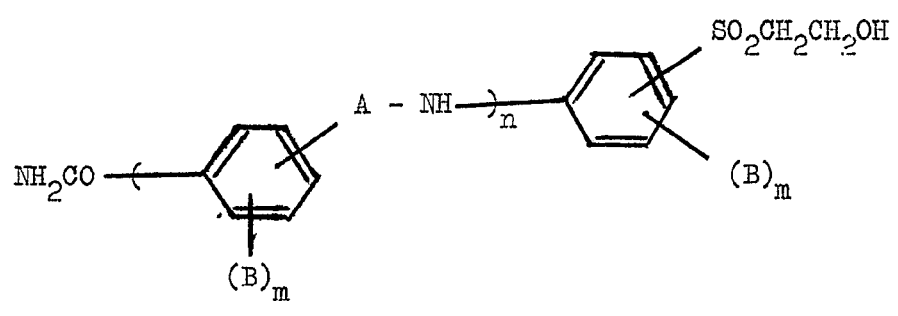
12.12.67.

345975



con peróxido de hidrógeno débilmente alcalino para obtener un compuesto representado por la siguiente fórmula general

10



que es sometido a N-metilolación o N-halometilolación.

20

Los colorantes orgánicos que se han de utilizar en el procedimiento del presente invento incluyen diversos colorantes convencionales que tienen átomos de hidrógeno sustituíbles, tales como, por ejemplo, colorantes de antraquinona, colorantes monoazoicos o disazoicos, colorantes azoicos que contienen metales, colorantes de ftalocianina, colorantes de aminonaftalimida, colorantes de xanteno, etc. Los átomos de hidrógeno sustituíbles incluyen los que se encuentran en los núcleos arílicos y los contenidos en la sulfonamida.

25

Como colorantes de antraquinona que tienen átomos de hidrógeno sustituíbles en los núcleos arílicos, se pueden utilizar colorantes ácidos convencionales o

30  
12.12.67.



cuerpos colorantes de los mismos, y se pueden utilizar los colorantes de antraquinona que tienen núcleos arilo con átomos de hidrógeno sustituibles a través de un enlace tal como -NH-, -O-, -S-, -NH-alcohileno-, etc.. Es preferible, en este caso, que el núcleo arílico tenga un radical de orientación para, tal como un grupo metilo, metoxi, etc., además de un átomo de hidrógeno sustituible. También, el núcleo de antraquinona puede estar sustituido adicionalmente con grupos de ácido sulfónico, átomos de halógeno, grupos hidroxilo, grupos amino, grupos acetilamino, etc.

En calidad de dichos colorantes de antraquinona, se pueden mencionar, por ejemplo, los siguientes compuestos:

15 ácido 1-amino-4-(2',4',6'-trimetilfenilamino)antraquinona-2-sulfónico; ácido 1-amino-4-(2',4',6'-trimetilfenilamino)antraquinona-2,8-disulfónico; ácido 1-amino-4-(4'-sulfatofenilamino)-5-acetilamino-antraquinona-2-sulfónico; ácido 1-amino-4- $\beta$ -(N-fenilsulfamil)-fenilamino-7-antraquinona-2-sulfónico; 1-amino-2-bromo-4-(4'-metilfenilamino)-antraquinona; 1-amino-2-metil-4-(4'-metilfenilamino)-antraquinona; 1-metilamino-4-(4'-metilfenilamino)-antraquinona; 1-isopropilamino-4-(4'-metilfenilamino)-antraquinona; 1-ciclohexilamino-4- $\beta$ -(4''-metilfenoxi)-fenilamino-7-antraquinona; 1-ciclohexilamino-4-(4'-etoxifenilamino)-antraquinona; ácido 1-ciclohexilamino-4-(2',4',6'-trimetilfenilamino)antraquinona-6-sulfónico; 1-ciclohexilamino-4- $\beta$ (alfa-metil-gamma-fenil)propilamino-7-antraquinona; 1,4-bis $\beta$ (alfa-isobutil-gamma-fenil)propilamino-7-antraquinona; 1,4-bis $\beta$ (alfa-isobutil-gamma-fenil)propilamino-7-5,8-dihidroxian-

20  
25  
30

12.12.67.

- 6 - 345975

23



traquinona; 1,4-bis(2'-bencilciclohexilamino)-6,7-dicloroantraquinona; 1,4-bis(1',2',3',4'-tetrahidronaftil(2') amino)antraquinona; 1,4-bis(2',4',6'-trimetilfenilamino)-6,7-dicloroantraquinona; 1,4-bis(4'-(4"-clorofenoxi) fenilamino)antraquinona; 1,4-bis(4'-metilfenilamino)-5,8-dihidroxi-antraquinona; 1,8-dihidroxi-5-nitro-4-(4'-metilfenilamino)-antraquinona; 1-hidroxi-4-(2',4'-dimetilfenilamino)-antraquinona; 1-amino-2-fenoxi-4-(2',4',6'-trimetilfenilamino)-antraquinona; 1,4-diamino-2,3-bisfenoxiantraquinona; ácido 1,4-diamino-2-fenoxiantraquinona-3-sulfónico; ácido 4-(2',4',6'-trimetilfenilamino)-1,9-antrapiridona-2-sulfónico; ácido C-benzoil-4-(2',4',6'-trimetilfenilamino)-1,9-antrapiridona-2-sulfónico; N-metil-4-(4'-metilfenilamino)-1,9-antrapiridona-1-amino-2-fenoxi-4-hidroxi-antraquinona.

Por otra parte, como colorantes de antraquinona que tienen átomos de hidrógeno sustituíbles en sus grupos sulfonamida, se pueden utilizar cuerpos colorantes utilizados para colorantes ácidos y colorantes de dispersión, y, por ejemplo, se pueden utilizar los siguientes compuestos.

1-amino-4-ciclohexilaminoantraquinona-2-sulfonamida; ácido 1-amino-4-(3'-sulfamilfenilamino)-antraquinona-2-sulfónico; ácido 1-ciclohexilamino-4(2',4',6'-trimetil-3'-sulfamilfenilamino)-antraquinona-6-sulfónico; 1,4-bis(4'-metil-2'-sulfamilfenilamino)-antraquinona; 1,4-bis(2',4',6'-trimetil-3'-sulfamilfenilamino)-antraquinona; ácido 1,4-bis(alfa-metil-gamma-(4'-sulfamilfenil)-propilamino)antraquinona-6-sulfónico; 1,4-diamino-2,3-bis(4'-sulfamilfenoxi)-antraquinona; ácido 1,4-diamino-2(4'-sulfamil

12.12.67.

345975



fenoxi)antraquinona-3-sulfónico; N-metil-4(2',4'-disulfamilfenilamino)-1,9-antrapiridona.

Los colorantes azoicos incluyen colorantes monoazoicos, diazoicos o colorantes azoicos que contienen metal que tienen radicales arilo o grupos sulfamilo con átomos de hidrógeno sustituíbles en el componente diazoico o componente de copulación. En calidad de colorantes azoicos se pueden mencionar, por ejemplo, los siguientes compuestos:

10 ácido 2-(4'-metil-2'-sulfamilfenilazo)-1-naftol-4-sulfónico; ácido 2-(2',4'-dimetilfenilazo)-1-naftol-6-sulfónico; ácido 2-(2',4'-dimetilfenilazo)-1-naftol-3,6-disulfónico; ácido 2-(fenilazo)-1-naftol-8-(beta-fenilpropionilamino)-3,6-disulfónico; 1-(2'-hidroxifenilazo)-15 -2-naftol-6-sulfonamida; ácido 1-(2'-sulfamilfenilazo)-2-naftol-8-sulfónico; ácido 1-(2',4',6'-trimetilfenilazo)-2-naftol-3,6-disulfónico; ácido 1-(2'-metilfenilazo)-2-naftol-6,8-disulfónico; ácido 2-(2',4'-dimetilfenilazo)-1,8-dihidroxi-naftaleno-3,6-disulfónico; ácido 7-amino-8-(2'-20 sulfamilfenilazo)-1-naftol-3-sulfónico; ácido 7-acetilamino-8-(2'-metilfenilazo)-1-naftol-3-sulfónico; ácido 7-(2',4',6'-trimetilfenilamino)-2-(2'-nitrofenilazo)-1-naftol-3-sulfónico; ácido 6-acetilamino-5-(2'-metilfenilazo)-1-naftol-3-sulfónico; ácido 8-(4'-metilbenzoilamino)-2-(2'-25 metilfenilazo)-1-naftol-3,6-disulfónico; ácido 8-acetilamino-2-(2',5'-dimetilfenilazo)-1-naftol-3,6-disulfónico; ácido 8-acetilamino-2-(2'-fenoxifenilazo)-1-naftol-3,5-disulfónico; 1-(2',5'-dicloro-4'-sulfofenil)-4-(2'',4''-dimetilfenilazo)-3-metil-5-pirazolona.

30 Como colorantes de ftalocianina, se pueden men  
12.12.67.



23 110

cionar, por ejemplo, los de cobre, cobalto y níquel mostrados seguidamente.

5                   ácido ftalocianina-3,3'-bis(N-fenilsulfonamida)-3",3"'-disulfónico; ácido ftalocianina-3,3'-bis-sulfonamida-3",3"'-disulfónico; ácido ftalocianina-3-N-metilsulfonamida-3'-sulfónico; ácido ftalocianina-3,3'-bis-sulfonamida-3"-N-fenilsulfonamida-3"'-sulfónico; ácido ftalocianina-3,3'-bis-N-(p-sulfamilfenil)sulfonamida-3",3"'-disulfónico; ácido ftalocianina-4,4'-bis-N-fenilsulfonamida-4",4"'-disulfónico; 4,4'-bisfeniloxi-ftalocianina; 4,4'-bisfeniltio-ftalocianina; 3,3'-bisfenilaminometilftalocianina; ácido 3,3'-bisfenilaminometilftalocianina-3"-sulfónico.

10

Además, se puede utilizar ácido amino-N-fenilnaftalimidossulfónico y colorantes de rodamina que tienen grupos sulfamilo, etc.

15

Tal como se ha mostrado claramente anteriormente, un colorante orgánico que ha de ser utilizado en el presente invento tiene un átomo de hidrógeno sustituible en su núcleo arílico o grupo sulfamilo, y la introducción de un grupo reactivo mostrado por la fórmula general (I) mediante la reacción de un colorante orgánico con un compuesto reactivo representado por la fórmula general (II) antes mencionada, o un compuesto representado por la fórmula (III) o (IV) y formaldehído bajo las condiciones de reacción mostradas seguidamente, puede llevarse a cabo mediante la sustitución de dicho átomo de hidrógeno sustituible.

20

25

Los compuestos mostrados por las fórmulas generales (II), (III) y (IV), que se utilizan en el presente

30  
12.12.67.



25 D

invento, son nuevos compuestos sintetizados por los pre-  
sentes inventores, y pueden ser fabricados de manera ven-  
tajosa, notablemente con facilidad, a una escala indus-  
trial. Es decir, cuando n es 0 en la fórmula general an-  
tes mencionada, el cloruro de ácido sulfónico de benzonitrilo o un derivado del mismo es reducido a ácido sulfí-  
nico, que es sometido a la reacción de condensación con óxi-  
do de etileno para obtener un compuesto representado por  
la fórmula general (IV), que es hidrolizado con peróxido  
de hidrógeno débilmente alcalino para obtener el compues-  
to (III), que es sometido adicionalmente a metilación con  
formaldehído bajo condiciones débilmente alcalinas, para  
obtener el compuesto (II). En este caso, es preferible  
utilizar cloruro de ácido meta-sulfónico o para-sulfónico  
de benzonitrilo, y, como sustituyentes, se pueden mencio-  
nar grupos metilo, metoxi y átomos de halógeno.

Por otra parte, cuando n es 1, la aminofenil  
beta-hidroxietilsulfona o sus derivados, son sometidos a  
acilación con cloruro de ácido cianobenceno sulfónico o  
con cloruro de ácido cianobenceno carboxílico para obtener  
un compuesto representado por la fórmula general (IV) que  
es hidrolizado para obtener el compuesto (III). El compues-  
to (III) es sometido adicionalmente a metilolación con  
formaldehído bajo condiciones débilmente alcalinas para  
obtener el compuesto (II). Es preferible utilizar la for-  
ma meta o para del cloruro de ácido cianobencenosulfónico  
o del cloruro de ácido cianobencenocarboxílico, teniendo  
los cloruros de ácido cianobenceno sulfónico o cloruros  
de ácido cianobenceno carboxílico sustituyentes tales co-  
mo grupos metilo, metoxi, cloro, etc., y, como derivados

12.12.67.



de la aminofenil-beta-hidroxietilsulfona, se utilizan los que tienen sustituyentes tales como grupos metilo, metoxi, cloro, carboxilo, etc.

5 Cuando X es un átomo de halógeno en (II), independientemente de que n sea 0 ó 1, (II) puede ser obtenido fácilmente haciendo reaccionar (III) con sim-dicloro metil éter o sim-dibromometil éter en ácido sulfúrico, y en este caso, la solución en ácido sulfúrico, tal como es  
10 tá, puede ser utilizada en la reacción con el cuerpo colorante.

La introducción de un grupo reactivo representado por la fórmula general (I) (en que Y es beta-sulfa-toetilo), llevada a cabo mediante la reacción de un compuesto reactivo representado por la fórmula general (II)  
15 con los diversos colorantes antes mencionados, puede realizarse en ácido sulfúrico, preferiblemente en ácido sulfúrico de 80 a 100%, utilizando el compuesto reactivo en una proporción molar de 1 a 3 con respecto a la cantidad del colorante, a una temperatura de reacción de 0 a 60°C,  
20 preferiblemente a 10-20°C, durante 1 a 20 horas. Se puede observar el completamiento de la reacción por la desaparición del cuerpo colorante en cromatografía de papel (utilizando como agente revelador, por ejemplo, una solución de n-butanol, etanol y agua, en una proporción en vo  
25 lumen de 3:1:1 respectivamente).

El producto de reacción es descargado en agua y hielo después de que se completa la reacción, y es sometido a salificación en sales inorgánicas tales como NaCl y KCl, con el resultado de que precipita el producto. Se  
30 pueden añadir agentes tensioactivos aniónicos en la exten  
12.12.67.

230



sión de hasta de 5 a 6% del colorante, y se agita con el fin de facilitar la filtración. Cuando el producto es apenas soluble en agua, puede ser sulfonado con ácido sulfúrico fumante, después que el producto haya sido aislado o no.

5  
10  
No es necesario utilizar, en calidad de compuesto reactivo, un compuesto completamente transformado representado por la fórmula general (II); antes bien, se pueden utilizar también aquellos que pueden ser transformados en dicho compuesto reactivo en ácido sulfúrico bajo condiciones apropiadas, tales como los (III) o (IV).

15  
20  
25  
Cuando se utilizan (III) o (IV) en lugar de (II), la reacción puede realizarse añadiendo formaldehído, en una proporción (en moles) de 1:1 con respecto a la cantidad de (III) o (IV), en la forma de formalina, paraformaldehído o dihalometiléter, que es una forma condensada del mismo con halogenuro de hidrógeno, a ácido sulfúrico, en el cual el compuesto representado por (III) o (IV) es disuelto al mismo tiempo con los colorantes antes mencionados. La concentración de ácido sulfúrico, la temperatura de reacción, el período de reacción, el tratamiento ulterior, en este caso, pueden ser completamente los mismos que con el compuesto reactivo (II). Los colorantes así obtenidos pueden ser tratados con álcalis débiles, si es necesario, para transformar el grupo beta-sulfatoetiló en un grupo vinílico con facilidad.

30  
12.12.67.  
Los presentes inventores han encontrado que cuando se tiñen fibras con los nuevos colorantes así obtenidos bajo las condiciones de teñido o tinción apropiadas que se muestran seguidamente, los colorantes pueden adhe-

345975



5 rirse fuertemente sobre las fibras para proporcionar solidesces o resistencias diversas notablemente excelentes. Los nuevos colorantes presentes pueden ser producidos notablemente con facilidad a escala industrial. Por lo tanto, el presente invento es de gran importancia desde un punto de vista industrial.

10 Los materiales fibrosos que se han de utilizar en el procedimiento del presente invento pueden incluir fibras de celulosa, tales como algodón, cáñamo, viscosa, rayón, fibras cortadas; fibras que contienen nitrógeno tales como lana, seda, poliamidas, etc. Se pueden aplicar dentro de un amplio margen diversos procedimientos de teñido tales como los teñidos por inmersión, estampado, o impregnación convencionales.

15 El teñido por inmersión de las fibras de celulosa se realiza añadiendo una sal inorgánica tal como cloruro de sodio, sulfato de sodio, etc. a un baño de teñido en la presencia de un agente que fija los ácidos, tal como carbonato de hidrógeno y sodio, carbonato de sodio, hidróxido de sodio fosfato de sodio, etc., entre 60 y
 20 90°C.

25 El teñido por impregnación puede efectuarse impregnando con una solución acuosa que contiene un colorante disuelto en agua en la presencia de urea, tratando con una solución química que comprende un agente fijador de ácidos, tal como carbonato de hidrógeno y sodio, carbonato de sodio, hidróxido de sodio, fosfato de sodio, etc., en el mismo momento de la impregnación o después de la impregnación, y sometiendo a tratamiento con vapor de
 30 agua o a tratamiento térmico durante corto período de tiempo.

12.12.67.

po.

La estampación puede realizarse estampando sobre las fibras, una pasta de estampación que puede obtenerse añadiendo el colorante y el agente fijador de ácidos antes mencionado a una pasta tal como de alcoholcelulosa, alginato de sodio, etc. seguido por tratamiento con vapor de agua o tratamiento térmico, o estampando con una pasta de estampado que no contiene un agente fijador de ácidos, seguido por el tratamiento con un agente fijador de ácidos y después tratando con vapor de agua o tratando térmicamente.

El teñido de fibras que contienen nitrógeno puede realizarse en un baño de teñido entre neutro y débilmente ácido por un método convencional, y en este caso, se puede utilizar o añadir un agente tensioactivo no iónico o agente tensioactivo catiónico que contiene nitrógeno en calidad de agente colorante y, después de teñir, el baño de teñido puede ser sometido a tratamiento de neutralización con un álcali débil tal como hexametilenotetramina.

Después de teñir, es preferible eliminar los colorantes que no están adheridos a las fibras, por un tratamiento de enjabonado. Los materiales teñidos así obtenidos tienen diversas solideces o resistencias notablemente excelentes.

Los siguientes ejemplos están dados para ilustrar el presente invento. Todas las partes y porcentajes están dados en peso.

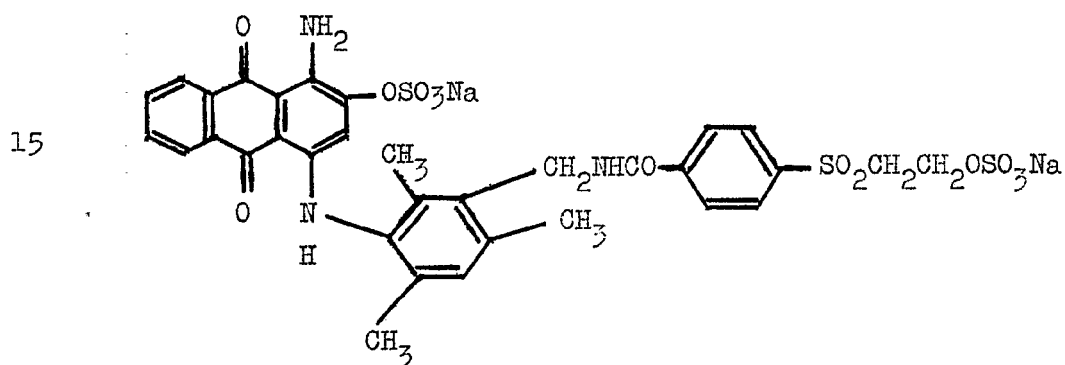
Ejemplo 1

4,6 partes de 1-amino-4-(2',4',6'-trimetilfe-

30  
12.12.67.



nilamino)-antraquinona-2-sulfonato de sodio son disueltas  
 en 55 partes de ácido sulfúrico concentrado, se añaden a  
 esto 2,6 partes de para-(N-hidroximetil carbamoil) fenil-  
 beta-hidroxietilsulfona, y la mezcla resultante es agita-  
 da a 10-15°C durante 5 horas. La solución de reacción es  
 vertida en 275 partes de agua y hielo que contienen 27,5  
 partes de NaCl, y el colorante precipitado es separado  
 por filtración y después lavado con una solución acuosa  
 al 15% de NaCl hasta que el filtrado es hecho casi neutro,  
 para obtener un colorante azul rojizo representado por la  
 siguiente fórmula

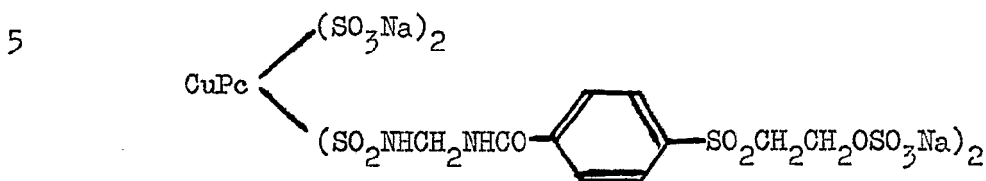


20 Ejemplo 2

8,9 partes de cobre ftalocianina-ácido-3-di-  
 sulfónico-3-disulfonamida son disueltas en 89 partes de  
 ácido sulfúrico de 100%, y la mezcla resultante es enfria-  
 da hasta 0°C, y se añaden a esto 4,5 partes de para-carba-  
 moilfenil-beta-hidroxietilsulfona y 1,5 partes de bis-  
 clorometil éter, durante un corto período de tiempo, y la  
 mezcla es agitada a 10-15°C durante 20 horas. La solución  
 de reacción es vertida dentro de 500 partes de una solu-  
 ción acuosa al 10% de NaCl helada, el precipitado es fil-  
 trado y lavado con una solución acuosa al 10% de NaCl has



ta que el filtrado es hecho casi neutro para obtener un colorante de azul turco representado por la siguiente fórmula:



### Ejemplo 3

10                    2,1 partes de para-cianofenil beta-hidroxietilsulfona son disueltas en 20 partes de ácido sulfúrico concentrado, y se añaden a esto 0,3 partes de paraformaldehido, y la mezcla resultante es agitada a 20-25°C durante 5 horas. La solución de reacción así obtenida es añadida a 25 partes de solución de ácido sulfúrico que contiene 2,9 partes de 1,4-bis(alfa-isobutil-gamma-fenil)-propilamino antraquinona en la concentración de 90%, y la mezcla resultante es hecha reaccionar a 20-25°C durante 10 horas. El contenido es vertido en 250 partes de una solución acuosa al 10% de NaCl helada, y la sustancia precipitada es separada por filtración y lavada con una solución acuosa al 10% de NaCl hasta que el filtrado es hecho casi neutro. La torta húmeda así obtenida es secada a una baja temperatura.

25                    La torta secada es disuelta en 50 partes de ácido sulfúrico fumante al 10%, y la solución resultante es agitada a 10-15°C durante 2 horas. La solución es vertida en 200 partes de una solución acuosa al 15% de cloruro de potasio helada para obtener el precipitado que es separado por filtración. La torta húmeda así obtenida es

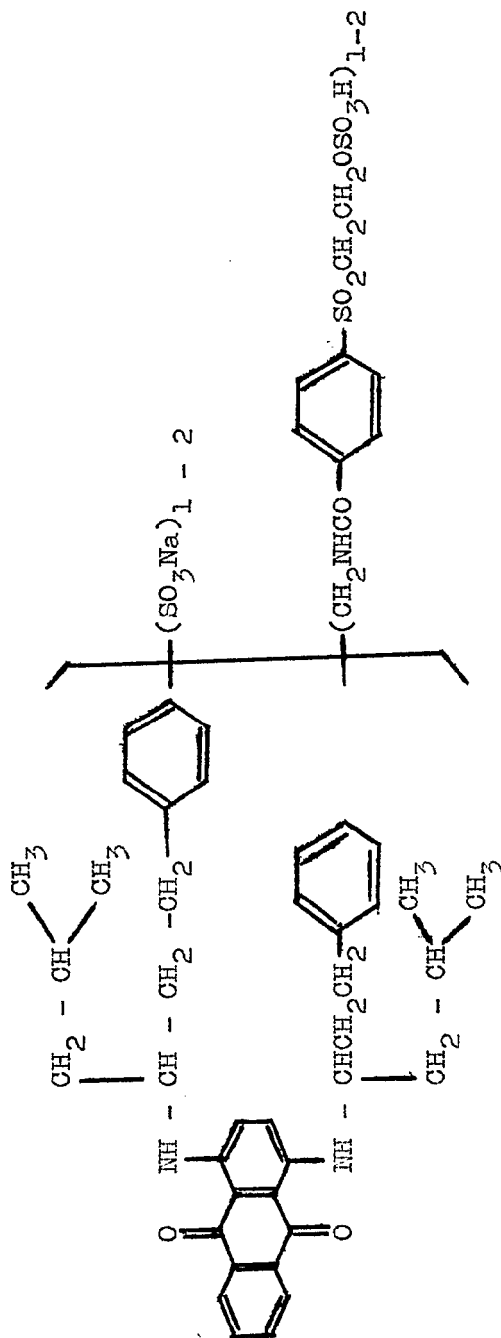
30  
12.12.67.

345975



suspendida en 100 partes de solución acuosa al 15% de cloruro de potasio, y el pH de la solución es ajustado a 6-7 con cenizas de sosa. Entonces, la solución es sometida a filtración para obtener un colorante azul celeste claro representado por la fórmula general

5



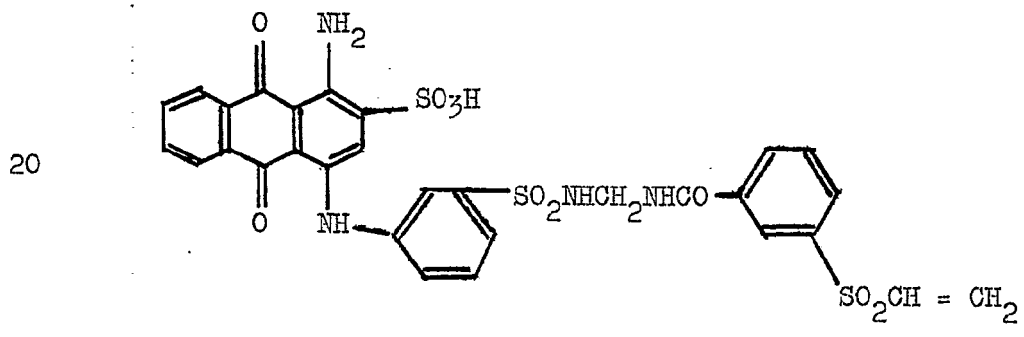
12.12.67.

345975



Ejemplo 4

4,7 partes de ácido 1-amino-4-(3'-sulfamila-  
 nilino)-antraquinona-2-sulfónico son disueltas en 47 par  
 tes de ácido sulfúrico concentrado, y se añaden a esto  
 5 2,6 partes de meta-(N-hidroximetilcarbamoil)fenil-beta-  
 hidroxietilsulfona, y la mezcla resultante es agitada a  
 10-15°C durante 10 horas. La solución de reacción es ver  
 tida en 200 partes de agua y hielo que contienen 20 par  
 tes de cloruro de sodio, y el precipitado es separado  
 10 por filtración. La torta húmeda así obtenida es suspendi  
 da en 100 partes de solución acuosa al 10% de NaCl, y el  
 pH de la solución es ajustado a 8-9 con una solución  
 acuosa al 45% de hidróxido de sodio. Después que la so  
 lución es agitada a 50°C durante una hora, es sometida a  
 15 filtración y después es secada para obtener un colorante  
 azul rojizo, representado por la siguiente fórmula



Ejemplo 5

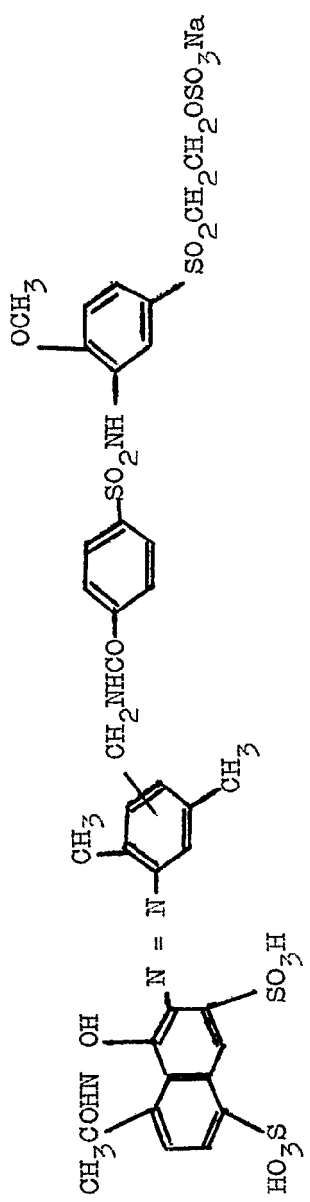
25 4,8 partes de ácido 8-acetilamino-2-(2'-5'-  
 dimetilfenilazo)-1-naftol-3,6-disulfónico son disueltas  
 en 48 partes de ácido sulfúrico de 90% a una temperatura  
 no superior a 10°C, y se añaden a esto 4,0 partes de  
 3-(para-cianofenilsulfonilamino)-4-metoxi-fenil-beta-hi  
 30 droxietilsulfona, y la mezcla resultante es agitada duran

12.12.67.



23.11.67

5 te 2 horas. Además, se añaden a esto 0,3 partes de paraformaldehído y la mezcla es agitada a 10-15°C durante 3 horas. La solución de reacción es vertida sobre 300 partes de agua y hielo que contienen 30 partes de cloruro de sodio. El precipitado es separado por filtración, y lavado con una solución acuosa al 10% de NaCl hasta que el filtrado es hecho casi neutro, para obtener un colorante rojo azulado representado por la siguiente fórmula



12.12.67.

345975



En la Tabla I mostrada seguidamente, se dan las estructuras y fases de color de colorantes obtenidos similarmente al ejemplo 1 antes mencionado.

**345975**

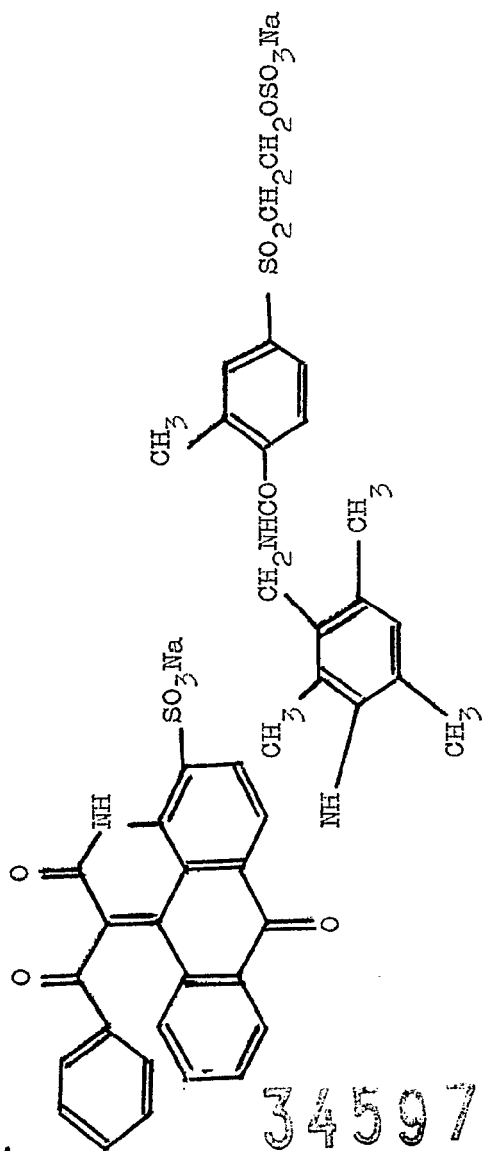
12.12.67.

12.12.67.

Tabla 1.

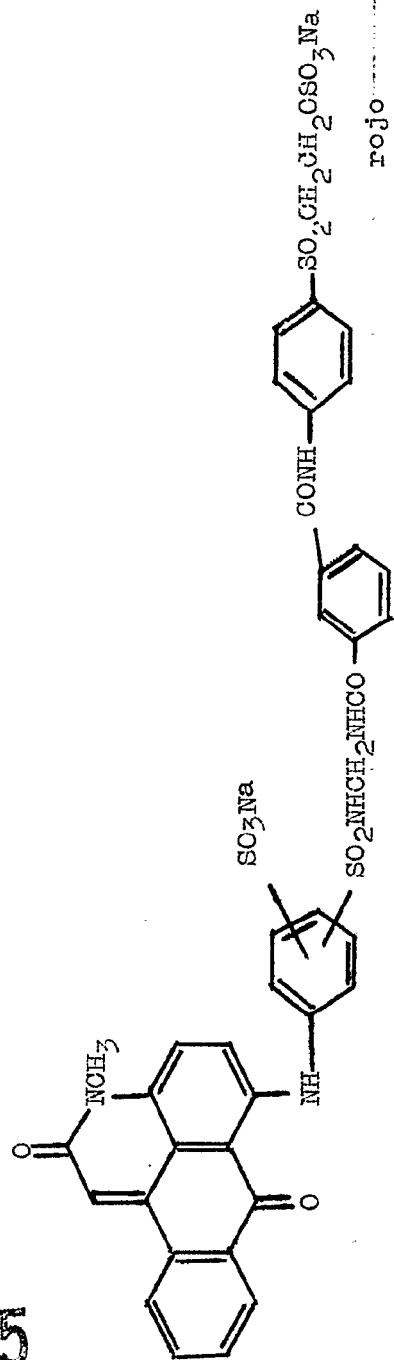
Ejemplo  
No.

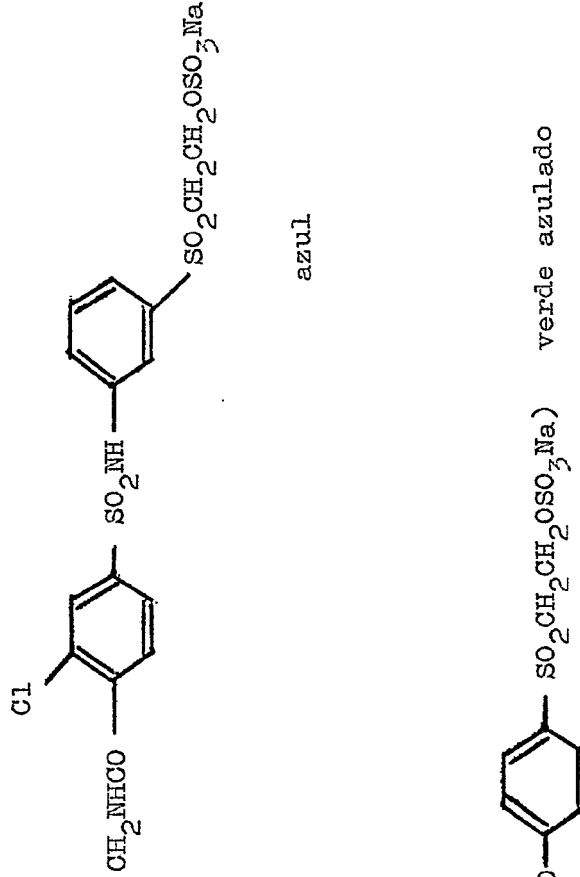
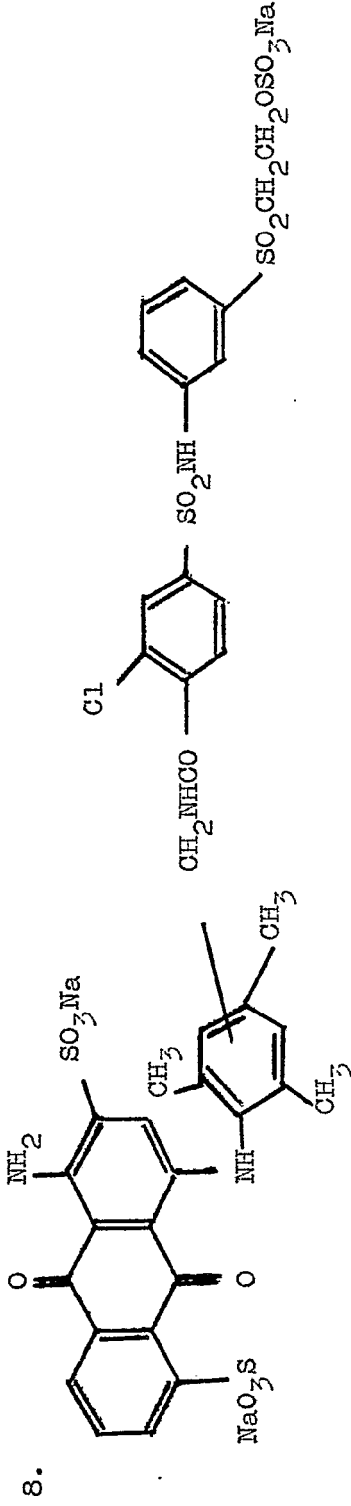
6.



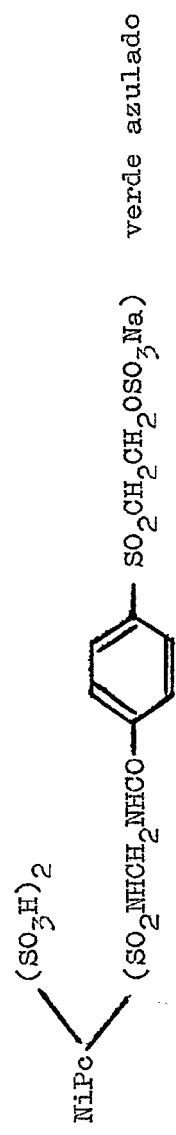
345975

7.





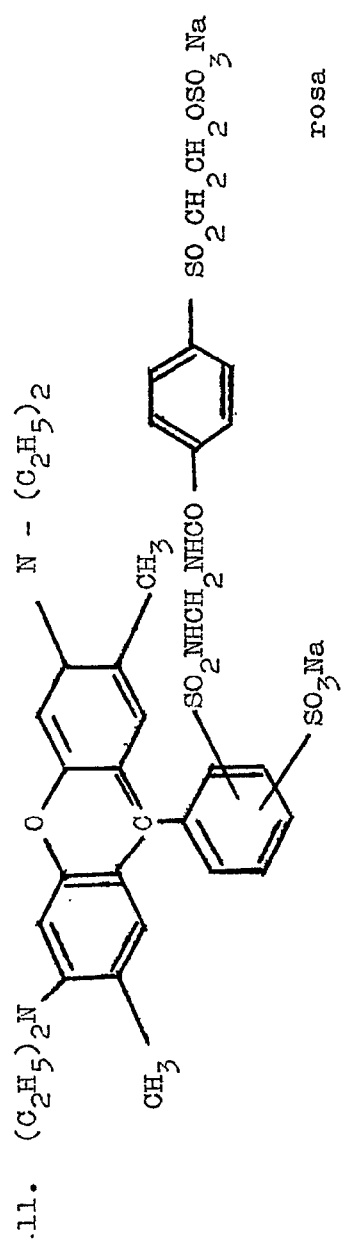
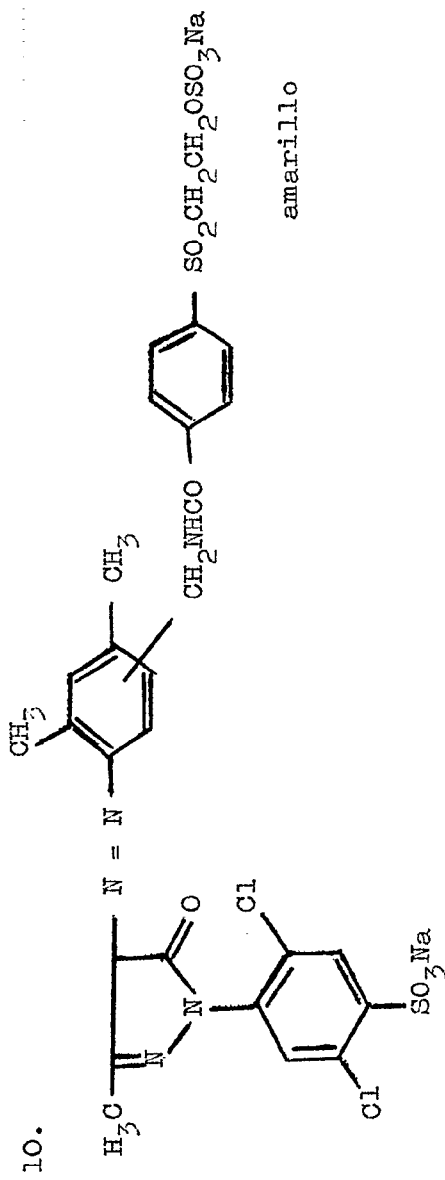
azul



verde azulado

345975

12.12.67.



345975

23





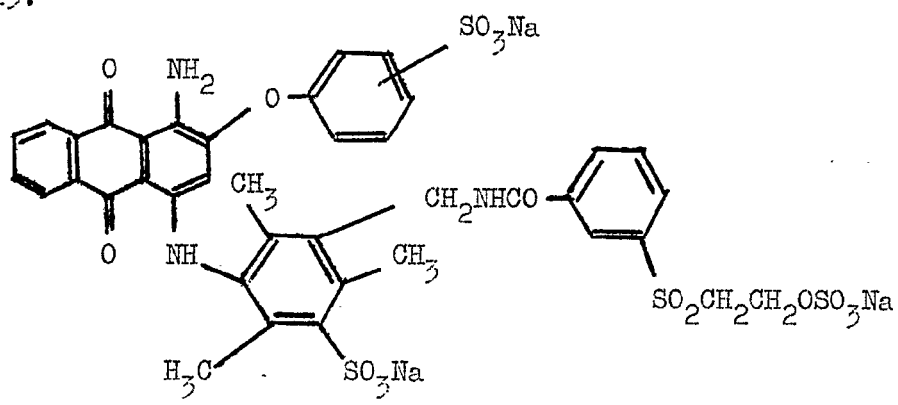


En la Tabla 2, mostrada seguidamente, se dan las estructuras y fases de color de colorantes obtenidos similarmente al ejemplo 3.

Tabla 2.

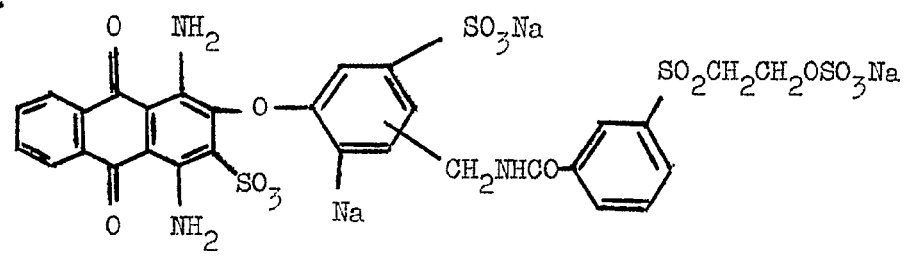
Ejemplo  
Nº.

13.



purpura

14.

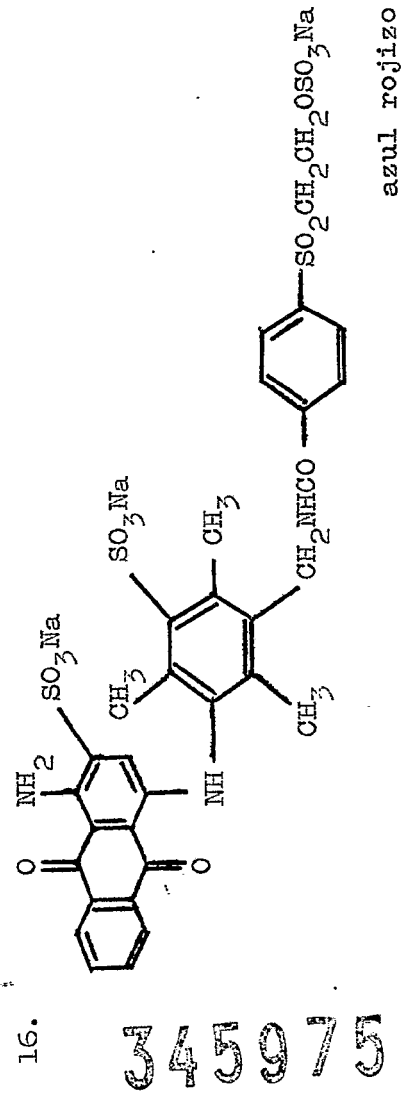
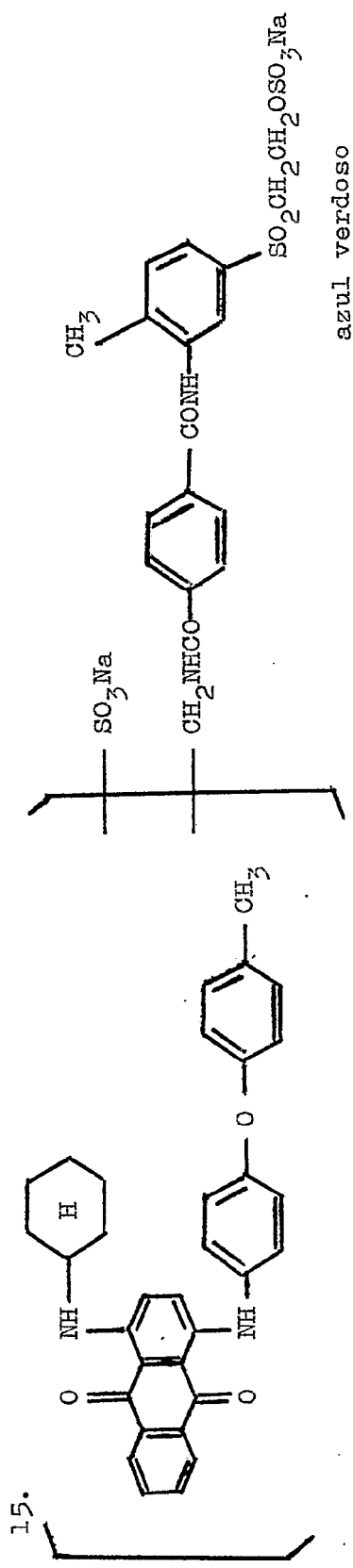


purpura azulado

345975

12.12.67.

23 DIT

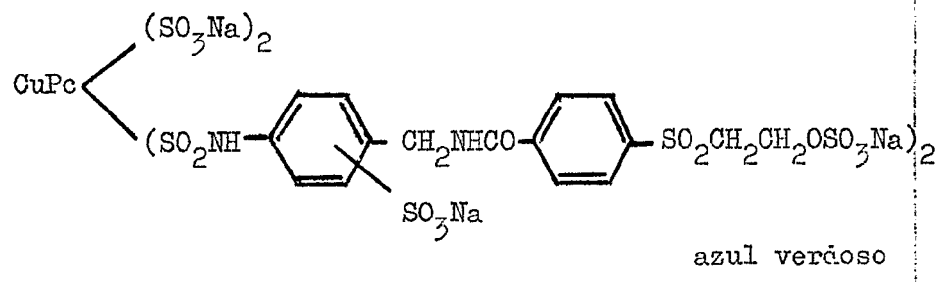


345975

12.12.67.

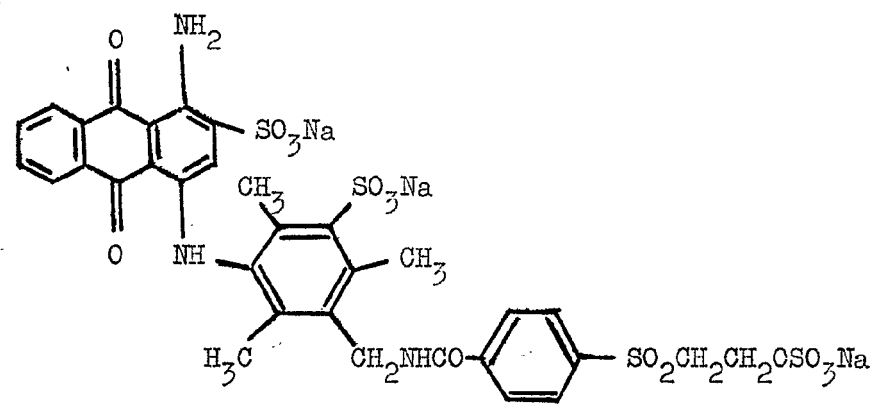


17.



Ejemplo 18

2 partes de un colorante representado por la siguiente fórmula estructural



5 son disueltas en 500 partes de agua, y después de la adición de 20 partes de sulfato de sodio anhidro, se sumergen en la misma 20 partes de algodón. La mezcla resultante es calentada hasta 70°C y es sometida a teñido durante una hora con la adición de 5 partes de fosfato de sodio.

10 Después de enjabonar y lavar, se obtiene el material teñido con un color azul rojizo claro, que es resistente o sólido contra la luz del sol y el lavado.

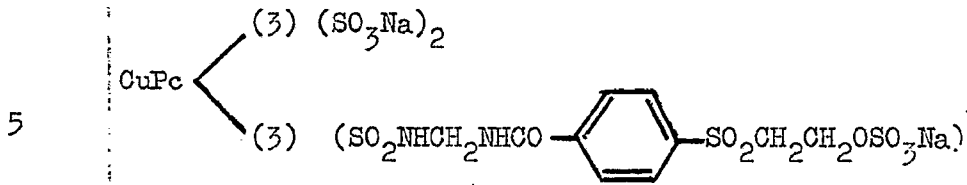
Ejemplo 19

14 Una tela de algodón es impregnada con una solución acuosa obtenida disolviendo una parte de un coloran

12.12.67.

25 016

te representado por la fórmula general



10 (en que CuPc representa ftalocianina de cobre) y 5 partes de urea en 50 partes de agua. Después de secar, la tela de algodón es sumergida en 100 partes de una solución química que contiene 1 parte de hidróxido de sodio y 30 partes de cloruro de sodio, y después la solución es exprimida. La tela es sometida entonces a tratamiento con vapor de agua durante 1 a 2 minutos. Después de enjabonar y lavar, se obtiene la sustancia teñida con un color azul turquesa claro, que es sólida contra la luz del sol y el lavado.

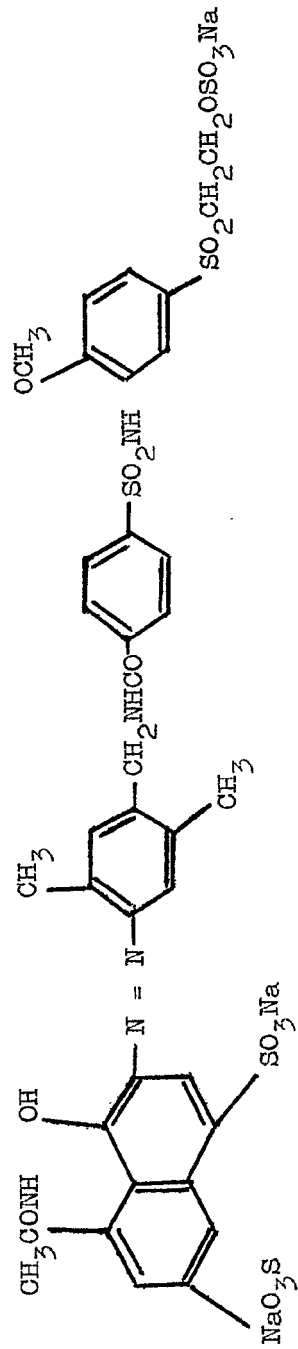
15

Ejemplo 20

20 Una tela de algodón es impregnada con una solución acuosa obtenida disolviendo 1 parte de un colorante representado por la siguiente fórmula estructural

12.12.67.

345975



5 partes de urea y 2 partes de carbonato de hidrógeno y sodio en 50 partes de agua. Después de secar, la tela de algodón es calentada a 140°C durante 2 minutos. Después de enjabonar y lavar con agua, se obtiene la sustancia teñida con un color rojo azulado claro que es sólida o resistente contra la luz del sol y el lavado.

12.12.67.

345975

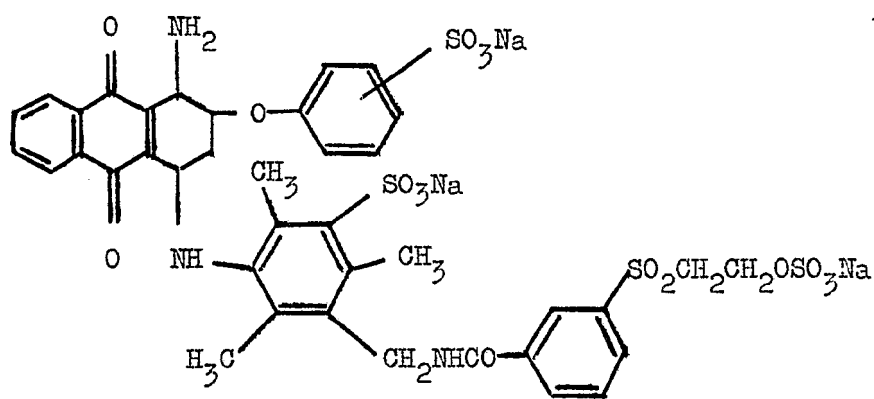


Ejemplo 21

Una solución obtenida disolviendo 2 partes de un colorante representado por la siguiente fórmula estructural

5

10



15

20

y 8 partes de urea disueltas en 40 partes de agua caliente son añadidas a 50 partes de una pasta de alginato de sodio al 5% bajo agitación. Después de enfriar, se añaden a esto 2 partes de carbonato de hidrógeno y sodio. La pasta de estampación es estampada sobre la tela de algodón, y la tela de algodón es sometida a tratamiento con vapor de agua durante 5 minutos después de secar. Después de enjabonar y lavar con agua, se obtiene la sustancia teñida, con un color púrpura azulado claro que es sólida o resistente contra la luz del sol y lavado.

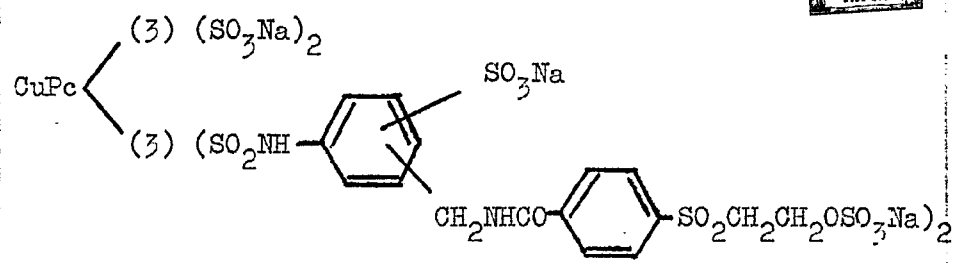
Ejemplo 22

25

Una solución obtenida disolviendo 2 partes de un colorante representado por la siguiente fórmula estructural

12.12.67.

345975



5

10

15

(en que CuPc representa ftalocianina de cobre) y 8 partes de urea en 40 partes de agua caliente, son añadidas a 50 partes de una pasta de alginato de sodio al 5% para obtener una pasta de estampación. La pasta de estampación es estampada sobre una tela de algodón, y después se seca la tela de algodón. La tela es sumergida entonces en 100 partes de una solución que contiene 10 partes de cloruro de sodio, 10 partes de carbonato de sodio, 1 parte de hidróxido de sodio y 1 parte de silicato de sodio a 95-100°C durante 30 segundos.

20

Después de enjabonar y lavar con agua, se obtiene la sustancia teñida, con un color azul turquesa claro que es sólida o resistente contra la luz del sol y el lavado.

Ejemplo 23

25

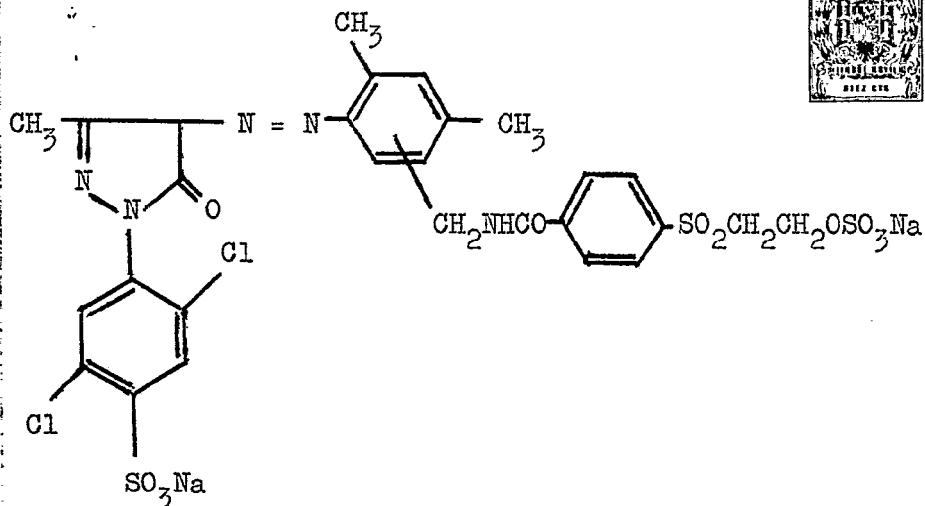
10 partes de lana son sumergidas en un baño colorante (200 partes), que contiene 0,2 partes de un colorante representado por la fórmula estructural siguiente

**345975**

12.12.67.



5



10

y 0,1 partes de ácido acético, 0,1 partes de agente tensioactivo no iónico que contiene nitrógeno, y el baño colorante es calentado hasta 95-100°C y es mantenido a la misma temperatura durante 1 hora.

15

Durante este período, se añaden 0,1 partes de ácido fórmico. Después de enjabonar y lavar con agua, se obtiene la sustancia teñida, con un color amarillo claro, que es sólida o resistente contra la luz del sol y el lavado.

20

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Japón, el 12 de Octubre de 1966, bajo el número 67.325/66; 14 de Octubre de 1966, número 67.670/66; 18 de Octubre de 1966, número 68.751/66; 11 de Noviembre de 1966, número 74.330/66 y 74.331/66; 10 de Febrero de 1967, número 8.689/67; 13 de Febrero de 1967, número 9.379/67; 16 de Mayo de 1967, número 31.388/67 y 8 de Agosto de 1967, número 51.083/67, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

25

345975

12.12.67.



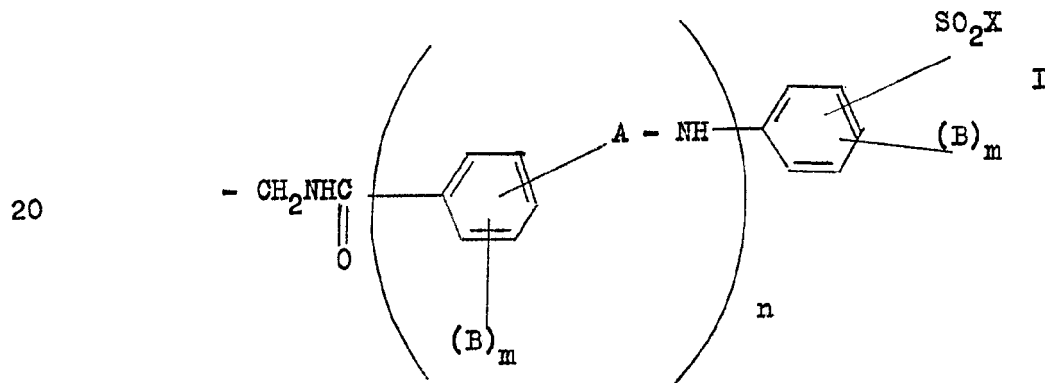
F-1 SEP 1975

- REIVINDICACIONES -

5

Los puntos de invención, propia y nueva, -  
que se presentan para que sean objeto de esta solicitud  
de Patente de Invención, en España, por VEINTE años, son  
10 los siguientes:

1.- Un procedimiento para producir un --  
nuevo colorante reactivo que contiene al menos uno de --  
15 los grupos reactivos representados por la fórmula

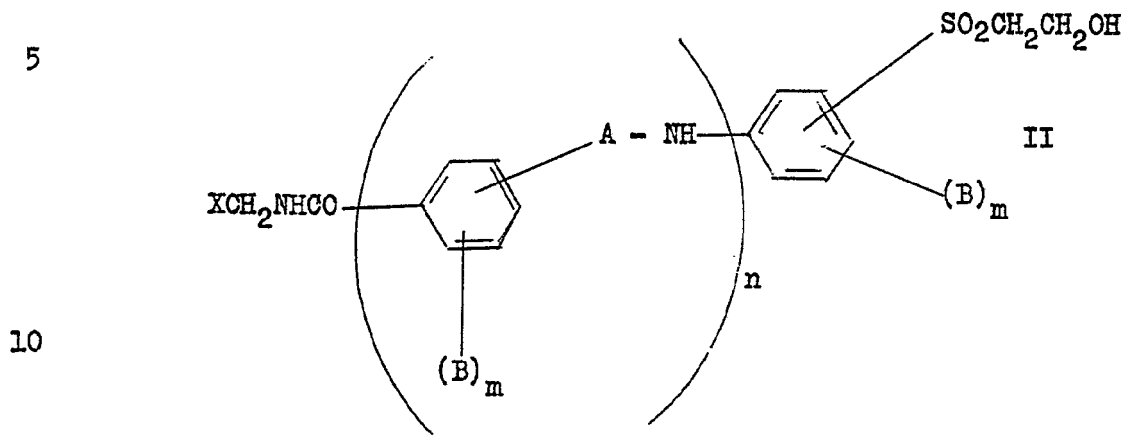


25 en la que A representa un grupo  $-SO_2-o-CO-$ , B representa un grupo metilo, metoxi o un átomo de halógeno, Y -- es un grupo beta-sulfatoestilo o vinilo, n es 0 ó 1 y -- m es 0 ó 1, que comprende hacer reaccionar un colorante  
30 orgánico que tiene un átomo de hidrógeno que puede es--

345975

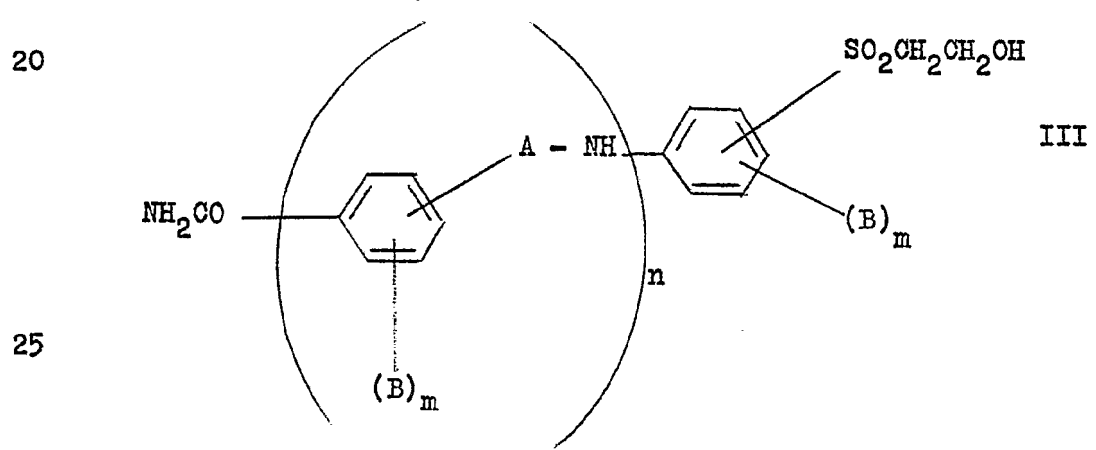
10 SEP 1974

tar sustituido con otros radicales, con un compuesto - -  
reactivo representado por la fórmula



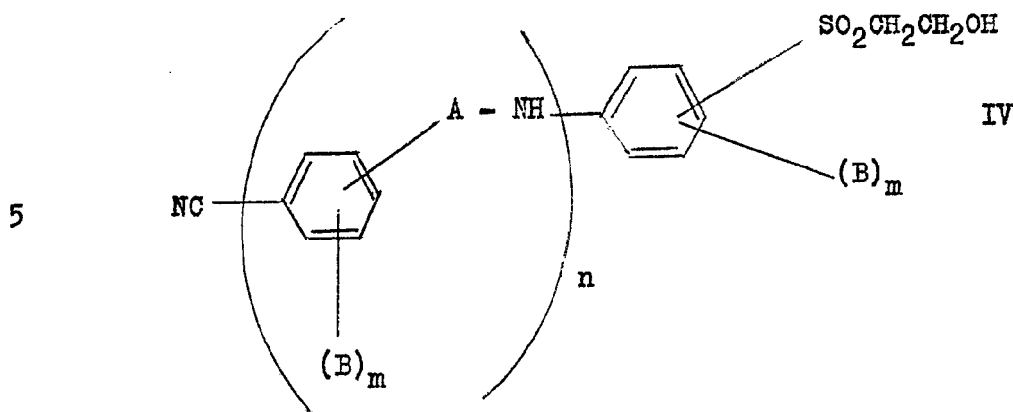
15

en que A, B, m y n tienen los mismos significados que ---  
se indicaron anteriormente, y X represente un grupo hi---  
droxi o un átomo de halógeno, en ácido sulfúrico; o ha-  
cer reaccionar el colorante orgánico con un compuesto re  
presentado por la fórmula



30

345975

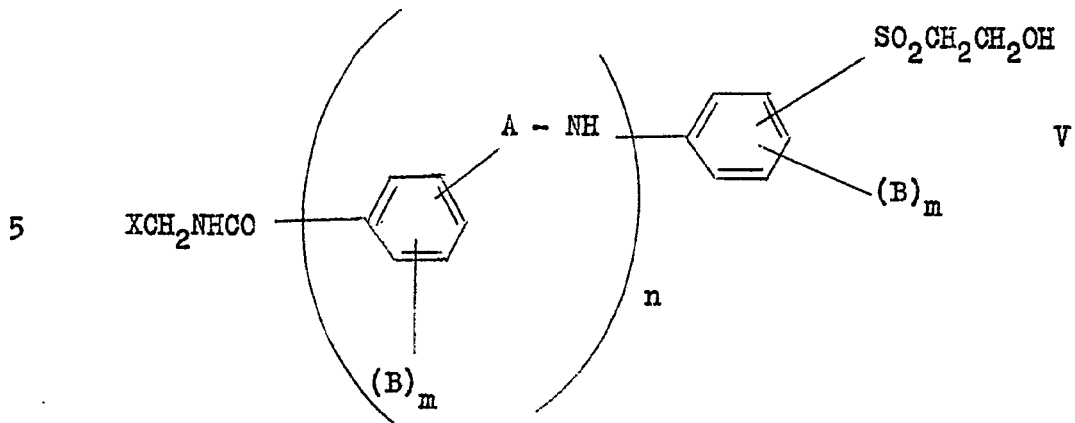


10 en que A, B, m y n tienen los mismos significados que --  
se definen anteriormente, en la presencia de formaldehi-  
do en ácido sulfúrico; y, si es necesario, tratar el --  
colorante orgánico que contiene el grupo reactivo que --  
15 tiene el grupo sulfatoetilo como Y en la fórmula I defi-  
nida anteriormente, con una solución acuosa débilmente  
alcalina para convertir el grupo beta-sulfatoetilo en un  
grupo vinilo.

20 2.- Un procedimiento de acuerdo con la --  
reivindicación 1, en que dicho colorante orgánico es un  
colorante de antraquinona, un colorante monazoico o di-  
sazoico, un colorante azoico que contiene metales, un co-  
lorante, de ftalocianina, un colorante de aminonaftali-  
mida o un colorante de xanteno.

25 3.- Un procedimiento para producir un --  
nuevo compuesto reactivo representado por la siguiente --  
fórmula

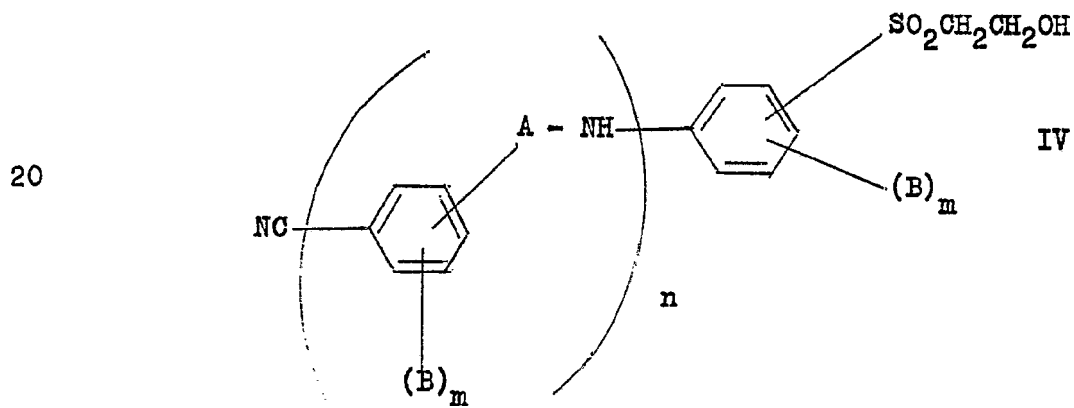
30 345975



10

en la que A representa un grupo  $-\text{SO}_2-\text{o}-\text{CO}$ , B representa un grupo metilo, metoxi o un átomo de halógeno; n es 0 ó 1 y m 0 ó 1, y X representa un grupo hidróxi o un átomo de halógeno, que comprende hidrolizar un compuesto representado por la siguiente fórmula

15

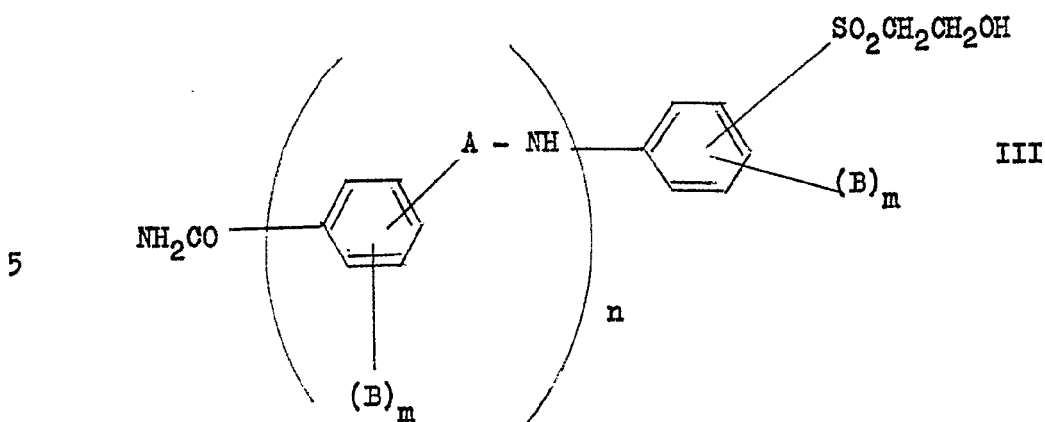


25

en que A, B, m y n tienen los mismos significados que se definen anteriormente, con peróxido de hidrógeno débilmente alcalino para obtener un compuesto de amida representado por la siguiente fórmula

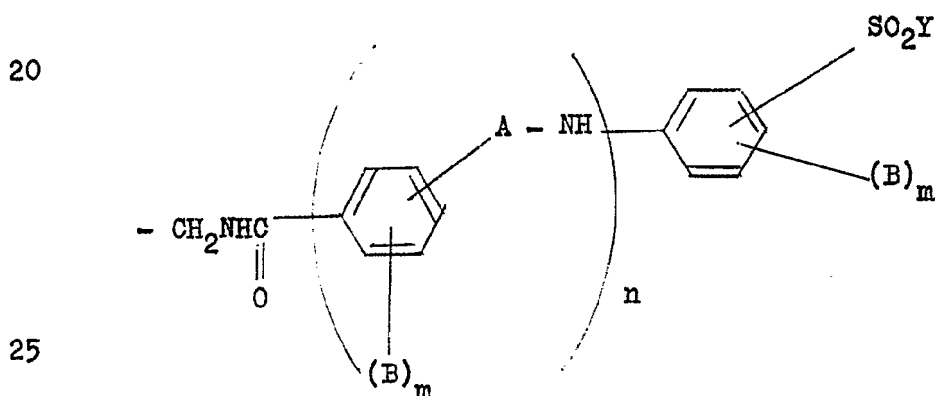
30

345975



10 en que A, B, m y n tienen los mismos significados que se definen anteriormente, y hacer reaccionar después el compuesto de amida resultante con formaldehído o dihalometiléter simétrico.

15 4.- Un procedimiento para teñir artículos fibrosos, que está caracterizado por utilizar un nuevo colorante reactivo que contiene al menos uno de los grupos reactivos representados por la fórmula



30 en que A representa un grupo  $-SO_2-$  o  $-CO-$ , B representa un grupo metilo, metoxi o un átomo de halógeno, Y es un grupo beta-sulfatoetilo o vinilo, n es 0 ó 1 y m es 0 ó 1.

345975



5.- Un procedimiento para producir un --  
nuevo colorante reactivo.

Tal y como se ha descrito en la Memoria --  
que antecede y para los fines que se han especificado.

5

Esta Memoria consta de treinta y ocho ho--  
jas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

P.A.

Alberto de  
Por favor.

345975