

378941



Case 6736/E/R/2

SECCION TECNICA
GRUPO 9. C.
CLAS. _____
SUBCLASE _____ b _____

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES DE TI-
 NA" a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME, resi-
 dente en BASILEA (Suiza)

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a nuevos colorantes de
 tina y pigmentarios, de la fórmula general



5. en la que
- A significa un radical tinable;
 - X significa un radical heterocíclico con dos átomos de nitrógeno cíclicos, el cual está ligado al grupo -NH, o bien directamente por un átomo de carbono cíclico, o bien por medio de un grupo -CO;
- 10.



5. Y significa un átomo de oxígeno o de azufre;
R significa un radical aromático carente de grupos azoicos, el cual está ligado al átomo de oxígeno o de azufre Y por un átomo de carbono del núcleo aromático; pero cuando R representa un radical aromático heterocíclico, éste es un radical aromático heterocíclico de seis miembros a lo menos;
10. Z significa un radical -NH-A' o un radical -Y-A' (donde Y tiene el mismo significado que se le ha asignado antes y A' representa un radical tinable); y
n es igual a 1 ó 2.

15. Rige aquí la restricción de que cuando X es un radical pirimidínico y Z es un radical -NH-A', mientras que A y A' son radicales antraquinónicos insubstituidos, -Y-R no debe ser ningún grupo fenoilico insubstituido.

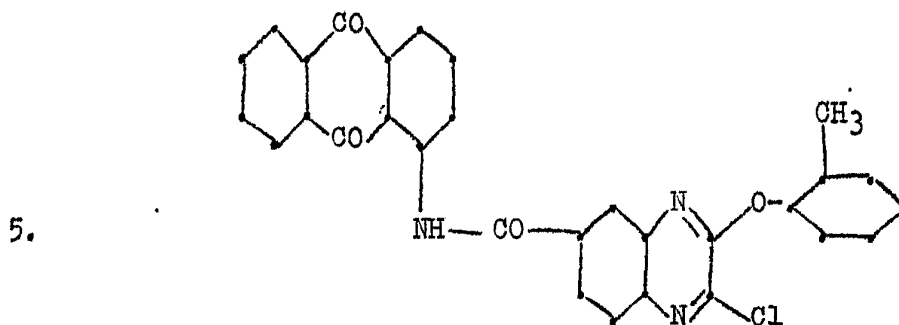
20. En calidad de radicales tinables A y A' entran en cuenta los radicales de quinonas policíclicas (como, por ejemplo, de indantronas, pirantronas y dibenzoantronas), pero sobre todo de ftaloilacridonas y, en particular, de antraquinonas.

25. En calidad de radicales heterocíclicos X entran en consideración tanto los compuesto cíclicos simples como los compuestos heterocíclicos que contienen anillos yuxtacondensados. Especial interés tienen los colorantes de la fórmula (1) en los que el radical X representa un radical de quinoxalina-CO, quinazolina-CO o ftalacina-CO y, sobre todo, un radical pirimidínico. El radical X puede es-

378941



tar ligado al puente -NH por medio de un grupo -CO, como, por ejemplo, en el compuesto de la fórmula



Predominantemente, sin embargo, X está ligado al puente -NH directamente por un átomo de carbono cíclico.

10. El radical aromático R constituye preferentemente un radical bencénico, naftalínico o antraquinónico. Los radicales R pueden estar substituídos en los núcleos aromáticos. No obstante, entran también en cuenta como radicales R los radicales arílicos heterocíclicos o los radicales arílicos con anillos heterocíclicos yuxtapuestos. Pero R no debe contener ningún grupo azoico.

15. En el caso de que en la fórmula (1) n sea igual a 2 y Z signifique un grupo -NH-A', los radicales A y A' pueden ser iguales o diferentes; pero de preferencia los colorantes contienen radicales A y A' iguales, en especial radicales antraquinónicos. Los radicales antraquinónicos pueden estar ligados en posición 1 ó 2 al puente -NH. Son colorantes valiosos los que contienen el radical de una metoxiantraquinona (por ejemplo, de la 1-amino-4-metoxiantraquinona) o el radical de una antraquinona halogenada (por ejemplo, de la 1-amino-2-, -3- o -4-cloroantraquinona o de la 2-amino-3- o -4-cloroantraquinona) y en los que R sig-

20.

25.

378941



nifica un radical bencénico (que puede estar substituido por átomos de halógeno, grupos hidroxílicos o carboxílicos o radicales de alquilo, arilo, aralquilo, carbonamido o carboalcoxilo), un radical heterocíclico o un radical antraquinónico.

5. También tienen importancia los colorantes de la fórmula (1) que en calidad de radicales A y A' presentan radicales antraquinónicos insubstituidos, de preferencia iguales.

10. Asimismo son importantes los colorantes que contienen el radical de una antraquinona acilada (como, por ejemplo, de la 1-amino-4- o -5-benzoilaminoantraquinona) y los colorantes que contienen dos radicales iguales de dicho tipo. Por radical aromático heterocíclico de seis miembros

15. a lo menos debe entenderse un radical que representa un sistema aromático heterocíclico - como, por ejemplo, el anillo triacínico (1,3,5) - o un radical heterocíclico que contiene, yuxtacondensado, un radical aromático - como, por ejemplo, el radical cumarínico -. También aquí el radical

20. puede estar substituido. En el caso de que en la fórmula general (1) n sea igual a 2 y Z represente un radical $-Y-A'$ (con el significado de átomo de origen o de azufre para Y), R no se supedita a ninguna condición restrictiva. También cabe destacar especialmente la posibilidad de que A,

25. A' y R denoten cada uno un radical antraquinónico. Los colorantes de la fórmula (1) pasan a ser, para $n = 1$, los de la fórmula



(2)

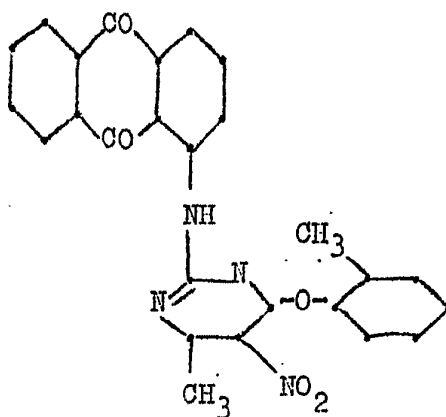


378941

en la que

A, R, X e Y tienen el mismo significado que se les atribuyó en la explicación de la fórmula (1).

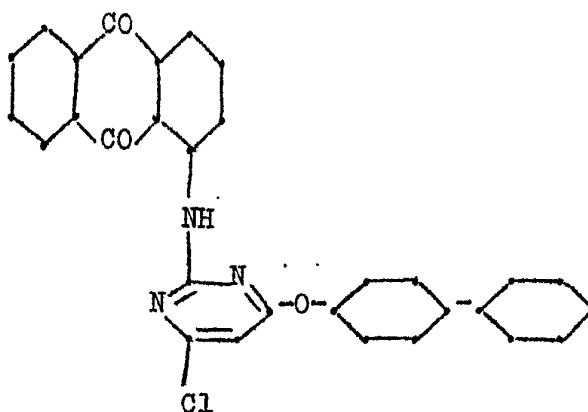
5. Como ejemplo cabe citar un colorante de la fórmula



10.

Sin embargo, tales colorantes de la fórmula (1) pueden también contener átomos de halógeno en el radical X, como, por ejemplo, en el colorante de la fórmula

15.



20.

La preparación de los colorantes de la fórmula (1) de este invento se efectúa de manera conocida por condensación de compuestos heterocíclicos provistos de dos áto-

378941



- mos de nitrógeno cíclicos, compuestos que contienen a lo menos dos substituyentes fáciles de disociar (como, por ejemplo, grupos metansulfónilicos o átomos de halógeno), con quinonas policíclicas, que contienen grupos condensables (como, por ejemplo, el grupo H_2N), y compuestos de hidroxilo o mercapto aromáticos. Los compuestos heterocíclicos pueden contener como ulteriores substituyentes, por ejemplo, radicales de alquilo o arilo, grupos de amino (como grupos de alquilamino, grupos de arilamino o el grupo H_2N), grupos oxi o mercapto eterificados (como grupos de alcóxilo, de alquilmercapto o de arilmercapto), grupos nitró, grupos ciano o grupos $ClCO$. Después de la preparación de los colorantes de la fórmula (1) es posible, eventualmente, introducir en los radicales A, A' y R otros substituyentes más o disociar los substituyentes existentes.

A título de compuestos heterocíclicos idóneos para preparar los colorantes de este invento cabe señalar:

- el cloruro de ácido clorocrítrico
- la 2,4-dicloropirimidina
- la 3,6-dicloropirimidina
- el cloruro de ácido 3,6-dicloropiridacin-5-carboxílico
- la tetracloropiridacina
- el cloruro de ácido 4,5-dicloropiridazon-(6)-il-propiónico.
- el cloruro de ácido 4,5-dicloro-1-fenilpiridazon-carboxílico o -sulfónico
- el cloruro de ácido 4,5-dicloropiridazon-propiónico
- el cloruro de ácido 1,4-dicloroftalacin-carboxílico

378941



- o -sulfónico
- el cloruro de ácido 2,3-dicloroquinoxalin-carboxílico o -sulfónico
- el cloruro de ácido 2,4-dicloro-quinazolin-carboxílico o sulfónico
5. la 2,4,6-tricloro- o 2,4,6-tribromo-pirimidina y sus derivados que, por ejemplo, llevan en posición 5 un grupo de ciano, nitro, metilo, etilo, carbamido, sulfamido, carbometoxilo, carboalcoxilo, acilo (por ejemplo, benzoilo, acetilo o propionilo), alquenilo (por ejemplo, alilo o clorovinilo) o un grupo sustituido de alquilo (por ejemplo, carboxi-metilo, cloro-metilo o bromo-metilo),
10. la 2,4,5,6-tetracloro- o 2,4,5,6-tetrabromopiridimina
- la 2,6-dicloro- o 2,6-dibromo-4-carboetoxipirimidina
15. la 2,4,5-tricloropirimidina
- la 5-nitro-6-metil-2,4-dicloropirimidina
- el cloruro de ácido 2,4-dicloropirimidin-6-carboxílico
- el cloruro de ácido 2,4-dicloropirimidin-5-carboxílico
- las amidas de ácido 2,6-dicloro- o 2,6-dibromo-
20. -piridimin-4- o -5-carboxílico o -sulfónico
- el cloruro de ácido 2,6-dicloro- o 2,6-dibromo-
- pirimidin-4- o -5-carboxílico o -sulfónico
- el ácido 2,4-dicloropirimidin-5-sulfónico
- la 2,4-dicloro-5-clorometil-6-metil-pirimidina
25. la 2,4-dibromo-5-bromometil-6-metil-pirimidina
- la 2,4-dicloro-5-clorometilpirimidina
- la 2,4-dibromo-5-bromometilpirimidina
- la 2,5,6-tricloro-4-metilpirimidina
- la 2,6-dicloro-4-triclorometilpirimidina

378941



o, en particular,

la 2-metansulfonil-4,5-dicloro-6-metilpirimidina

y

la 2,4-dimetansulfonil-5-cloro-6-metilpirimidina.

5. A título de compuestos de hidroxilo o de mercapto apropiados para la preparación de los colorantes de la fórmula (1) cabe citar:

la 2-hidroxinaftalina

el pentaclorotiofenol

10. el 1-hidroxi-4-fenilbenceno

el 1-hidroxi-3-metil-6-isopropilbenceno

el 1,2-dihidroxi-4-(1,1-dimetiletíl)-benceno

el 1-hidroxi-2-metil-4,6-dicloro-benceno

el 1-hidroxi-4-nitrobenceno

15. el 1-hidroxi-2-cloro-4,6-dinitrobenceno

el 1-hidroxi-2,4,6-triclorobenceno

el 1-hidroxi-4-metoxibenceno

el orto-cresol

el meta-cresol

20. el para-cresol

los xilenoles

el orto-clorofenol

el para-clorofenol

el ácido salicílico

25. el ácido 1-hidroxi-bencen-4-carboxílico

el ácido 2-hidroxinaftalin-3-carboxílico

el ácido 1-hidroxi-bencen-4-sulfónico

el ácido 1-hidroxi-2-clorobencen-4-sulfónico

el alcohol 2-feniletílico

378941



- el pentaclorofenol
el 1-hidroxi-2-fenilbenceno
el 1-hidroxi-3-(4-metilfenilamino)-benceno
el 1-hidroxi-4-carbopropiloxibenceno
5. la 4-hidroxicumarina
la 8-hidroxiquinolina
la 2-hidroxi-antraquinona
la 2-mercaptoantraquinona
la 2-mercaptonaftalina
10. la 1-hidroxi-4-(4-metilfenil-sulfonamido)-antraquinona
el 1-hidroxi-2-isopropil-4-cloro-5-metilbenceno
el 1-hidroxi-2-cloro-4-fenilbenceno
el 1-mercapto-2-carboxibenceno
el 1-hidroxi-2,3,5-trimetilbenceno
15. el hidroxibenceno
el 1-hidroxi-4-(antraquinonil-(1)-aminocarbonil)-benceno
- no
- y además los compuestos de hidroxilo o mercapto polivalentes con 2 grupos OH condensables a lo menos y los compuestos cíclicos con ligadura glucosídica, pero en particular los compuestos aromáticos o heterocíclicos que contienen a lo menos 2 grupos hidroxílicos con átomos de hidrógeno móviles, como, por ejemplo:
- 20.
25. - los di- y tri-oxibencenos, como, por ejemplo,
la resorcina,
la hidroquinona
y sus productos de sustitución;
- la floroglucina,
el pirogalol

378941



y sus productos de sustitución;

- los derivados de dioxidifenilo;
- las dioxinaftalinas o naftoquinonas, como, por ejemplo,
 - 5. la 1,4-dioxinaftalina o la naftazarina;
 - los dioxiantracenos, como, por ejemplo, el rufol-(1,5), el crisazol-(1,8) y
 - 10. el dioxicriseno;
 - las dioxiantraquinonas y sus productos de sustitución, como, por ejemplo, la quinizarina-(1,4), la antrarrufina-(1,5),
 - 15. la crisacina-(1,8), la purpurina-(1,2,4-tri), la flavopurpurina-(1,2,6-tri) y la antrapurpurina-(1,2,7-tri);
 - compuestos polioxigenados como, por ejemplo,
 - 20. hexoseno, celobiosa, celulosa,
- y en particular también polioxiantraquinonas, como
 - 25. la 1,2,5,8-tetraoxiantraquinona (= burdeos de alizarina),
 - la 1,2,4,5,6,8-hexaoxiantraquinona (= azul de antraceno),
 - la dioxiindantrona,
 - la dioxibenzantrona,

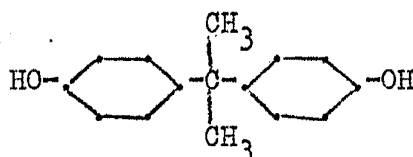
378941



la dioxo-iso-dibenzantrona,

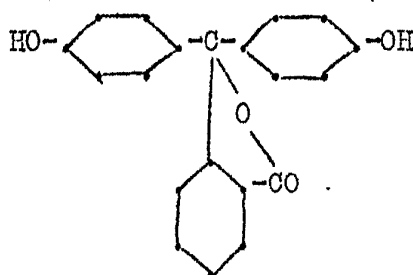
la diimida de ácido dioxo-bi-fenil-perilen-tetracarboxílico o, por ejemplo, los compuestos de las fórmulas

5.



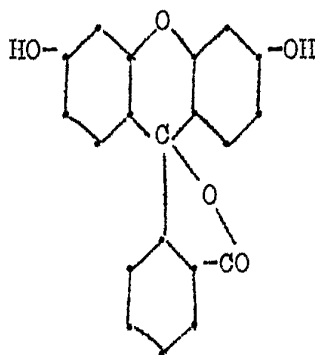
dioxo difenilpropano

10.



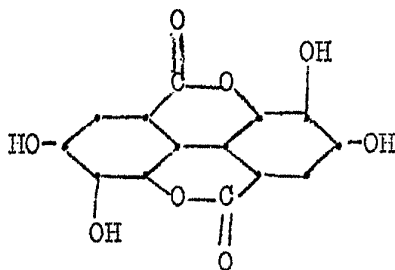
fenolftaleína

15.



fluoresceína

20.



ácido elágico



la 1,3-, 1,4- y 1,5-dihidroxi-naftalina,
el 2,6-dihidroxi-tolueno,
los di- o tri-hidroxi- y -mercapto-heterociclos como,
por ejemplo

- 5. la 2-fenil-4,6-dihidroxi-triacina,
la 2,4,6-trihidroxi-pirimidina,
la 2,4,6-trihidroxi-triacina,
la 3,6-dihidroxi-piridacina,
la 1,4-dihidroxi-ftalacina,
- 10. la 1,3-dihidroxi-quinazolina,
la 2,3-dihidroxi-quinoxalina
el 2,5-dimercapto-1,3,4-tiadiazol,
el 3,6-dihidroxi-1,2,4-trimetilbenceno,
el 4-metil-uracilo,
- 15. el di-beta-nafteno,
el tetrahidroxi-bifenilo y
el ácido trioxibenzoico.

En lugar de un compuesto dioxílico o dimercáp-
tico pueden emplearse también, sin embargo, los compuestos
20. que contienen tanto un grupo oxi como un grupo mercapto;
por ejemplo:

- la 2-mercapto-4-hidroxi-pirimidina,
el 2-tiouracilo o
el 4-metiltiouracilo.

25. Entre las quinonas policíclicas tienen importan-
cia sobre todo las que son tinables. Para la preparación
de los colorantes de este invento se hacen reaccionar de ma-
nera conocida quinonas que contienen sustituyentes conden-
sables (como, por ejemplo, grupos amínicos primarios o se-



378941

- cundarios) con los compuestos citados antes que contienen substituyentes fáciles de desdoblar (como, por ejemplo, átomos de halógeno). El concepto de quinona tinable abarca los cromóforos que por reducción se convierten a una forma llamada "leuco" o "de tina", la cual presenta para las fibras de celulosa natural o regenerada mejor afinidad que la forma no reducida y la cual puede volverse por oxidación al sistema cromóforo primitivo. Por lo tanto, en el procedimiento aquí expuesto no se emplean quinonas policíclicas del tipo del ácido 1-amino-4-aril-aminoantraquinon-2-sulfónico, porque éstas se pueden reducir ciertamente, pero se modifican tanto químicamente por la reducción que ya no pueden ser vueltas al sistema cromóforo primitivo. En calidad de quinonas policíclicas tinables cabe señalar:
5. las imidas de ácido naftalin-tetracarboxílico, lo mismo que las quinonas policíclicas como, por ejemplo, las imidas de ácido perilen-tetracarboxílico, sobre todo
 10. las fenilimidas, las antrapirimidinas, las antrapiridonas, las isotiazolantronas, las quinazolinantraquinonas,
 15. las oxazolantraquinonas, las tiazolantraquinonas, las oxidiazolantraquinonas, los antraquinoniltriazoles, las pirazolantraquinonas,
 - 20.
 - 25.



- los dipirazolantronilos,
- las piracinoantraquinonas,
- las azabenzantronas,
- las indantronas,
- 5. las tioxantonantraquinonas,
- las antrimidas,
- los antrimidocarbazoles,
- las dihidroacridinas,
- las antantronas,
- 10. las pirantronas,
- las dibenzopirenquinonas,
- las dibenzoantronas,
- las isodibenzoantronas,
- las flavantronas,
- 15. las acediantronas

y en particular

las antraquinonacridonas y

- las propias antraquinonas, por las cuales deben entenderse no solamente los derivados con anillos 9,10-dioxoantracénicos puros, sino también los derivados con radicales tiofantrónicos y similares, lo mismo que los compuestos antraquinónicos que presentan anillos 9,10-dioxoantracénicos, los cuales pueden contener los substituyentes usuales, como por ejemplo átomos de halógeno, grupos de alcoxilo, grupos de alquilo, grupos de amida de ácido sulfónico, grupos de sulfona y grupos de acilamino, y en ocasiones otros anillos carbocíclicos y heterocíclicos, yuxtacondensados e intracondensados. A título de ejemplos de quinonas apropiadas que presentan grupos amínicos condensables, cabe citar:
- 20.
 - 25.

378941



5. la 1-amino-2-cloroantraquinona,
la 1-amino-3-cloroantraquinona,
la 2-amino-3-cloroantraquinona,
la 1-amino-5-cloroantraquinona,
la 2-amino-4-cloroantraquinona,
la 1-amino-4-cloroantraquinona,
la 1-amino-6-cloroantraquinona,
la 1-amino-8-cloroantraquinona,
la 1-amino-3-cloro-6-metilantraquinona,
10. la 1-amino-6,7-dicloroantraquinona,
la 1-amino-4-benzoilaminoantraquinona,
la 1-amino-4-metoxiantraquinona,
las 2-amino-3,4-ftaloilacridonas,
la 1,4-diamino-2-acetilaminoantraquinona,
15. las aminoantrapirimidinas,
la 1-aroilamino-4- o -5-aminoantraquinona,
la 1,4-diamino-2-acetilaminoantraquinona,
la 1-amino-7-cloroantraquinona,
la 1-amino-2-metil-3-cloroantraquinona,
20. las 4-aminoantraquinon-2,1(N)-acridonas,
o 4,4'-, 4,5'- o 5,5'-diamino-1,1'-diantrimidocarbazol,
las aminopirantronas,
la mono- y di-aminoacediantrona,
25. la aminoisodibenzoantrona,
la aminodibenzoantrona,
la aminoantantrona,
la aminoflavantrona,
la aminopirantrona,

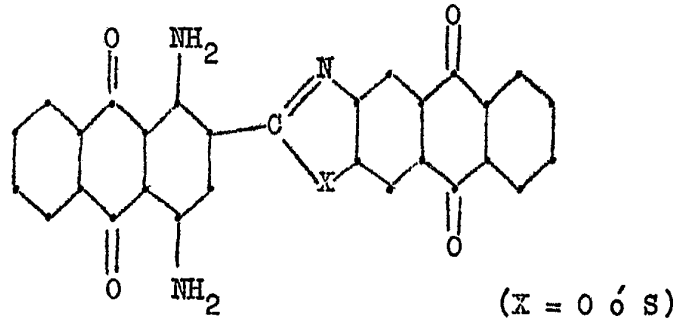
378941



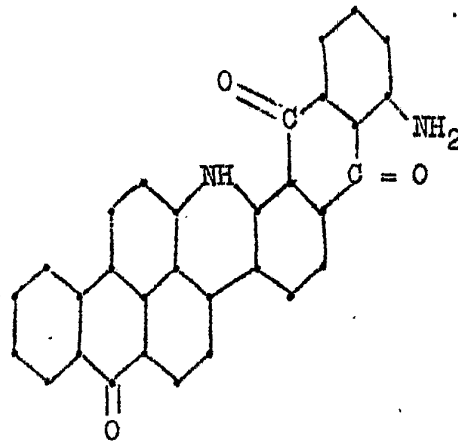
- las amino-isotiazolantronas,
el 4-, 5- o 8-amino-1,1'-diantrimidocarbazol,
las amino-indantronas,
el 4- o 5-amino-5'-benzoilamino-diantrimidocarbazol,
5. el 4-amino-4'-benzoilamino-diantrimidocarbazol,
la aminodibenzopirenquina

y asimismo

- los mono- y di-aminotriantirimidocarbazoles
(por ejemplo, el 8',8"-diamino-1',1,4,1"-triantirimido-
10. carbazol),
la (p- o m-aminofenil)-amida de ácido perilentetra-
carboxílico y
las diimidas de ácido naftalintetracarboxílico,
15. lo mismo que los compuestos de las fórmulas



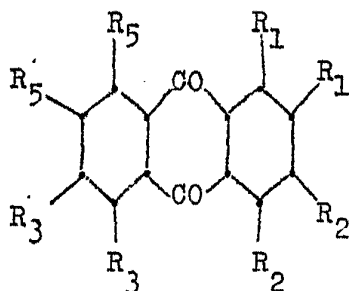
20.



25.

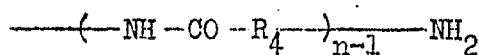


y los de la fórmula



en la que uno de los símbolos

10. R_1 representa un átomo de hidrógeno y el otro representa una agrupación de la fórmula



$n = 1 \text{ ó } 2,$

uno de los símbolos

15. R_2, R_3 y R_5 representa un átomo de halógeno, un grupo de alcoxilo, de ariloxilo, de arilmercapto o de acilamino, y en particular un grupo de benzoilamino, como los grupos de cloro-, metil-, sulfo- o fluoro-benzoilamino, y el propio grupo $C_6H_5\text{---CO}$ insustituido, mientras el otro de los símbolos

20. R_2, R_3 y R_5 representa un átomo de hidrógeno o de halógeno;

y uno de los pares de símbolos

R_2R_2, R_3R_3 o R_5R_5 puede significar en conjunto una agrupación

- 25.



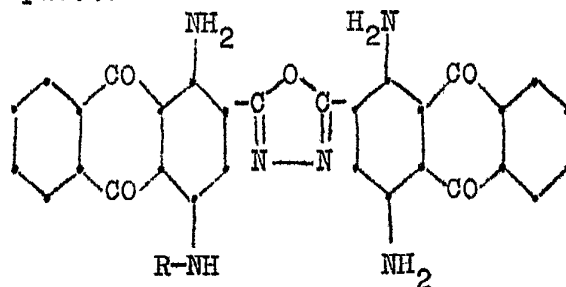


en tanto que

R₄ significa un radical arilénico, preferentemente de la serie bencénica,

y el compuesto

5.



10. donde

R puede ser un grupo benzoílico o un átomo de hidrógeno.

15. La reacción de los compuestos heterocíclicos con los compuestos oxi o mercápticos y las quinonas policíclicas puede desarrollarse en el orden de sucesión que se quiere.

20. Así, por ejemplo, se pueden hacer reaccionar primeramente los compuestos hidroxílicos o mercápticos con los compuestos heterocíclicos reactivos y luego los productos resultantes con los compuestos tinables. Pero también es posible hacer reaccionar primeramente el heterociclo con los compuestos tinables y sólo después condensar los productos de esta reacción con los compuestos hidroxílicos o mercápticos. De conveniencia, sin embargo, la reacción con los compuestos hidroxílicos o mercápticos del radical R se realiza en último término. Las condensaciones con las quinonas tinables se desarrollan con ventaja en caliente.

25.

Las reacciones de condensación se llevan a cabo



de conveniencia en un disolvente indiferente y en ocasiones en presencia de un agente aceptor de ácido (como, por ejemplo, carbonato sódico, acetato sódico, dimetilformamida o, con ventaja, una amina terciaria, de preferencia la piridina).

5.

Como campos para la reacción entran en cuenta, según el carácter de las reacciones y el orden de sucesión con que se llevan a cabo, los sistemas acuosos (por ejemplo, agua/acetona) o los disolventes orgánicos, como el nitrobenzeno, los diclorobencenos o triclorobencenos, la dimetilamina, la N-metilpirrolidona, la piridina, etc., o eventualmente el fenol.

10.

Los colorantes de este invento son asimismo preparables tomando como materias de partida, en lugar de cromóforos provistos de grupos amínicos, los respectivos compuestos halogenados (por ejemplo, en lugar de aminoantraquinona, cloroantraquinona) y haciendo reaccionar éstos con aminopirimidinas antes o después de su condensación con los compuestos hidroxílicos o mercápticos. La síntesis

15.

puede efectuarse también haciendo reaccionar pirimidinas que contengan sustituyentes desdoblables (como, por ejemplo, halogenpirimidinas) con un compuesto de hidroxilo o en mercapto, en la reacción molar 1:1, y, después de reemplazo consecutivo de dos sustituyentes desdoblables de la

20.

pirimidina por grupos amínicos, condensándolos con compuestos aromáticos policíclicos, tinablos, que contengan sustituyentes desdoblables (como, por ejemplo, halogenantraquinonas). Por combinación de dos compuestos tinables distintos se puede llegar a valiosos tonos mixtos. Si el com-

25.



puesto tinable lleva a lo menos dos grupos amínicos y la reacción se efectua con un compuesto heterocíclico que asimismo contenga a lo menos dos substituyentes condensables, es también posible la síntesis de cuerpos colorantes dímeros o, eventualmente, polímeros.

5.

Puede ser ventajoso hacer pasar por la mezcla reaccional, temporalmente o durante todo el curso de la reacción, una corriente de aire o de nitrógeno. Los colorantes de este invento pueden también contener grupos sulfónicos. En ocasiones se obtienen productos que pre-

10.

den mejor en las fibras si ulteriormente se sulfonan por uno de los procedimientos usuales colorantes que estén desprovistos de grupos sulfónicos.

Las tinturas obtenidas con los colorantes de este invento se distinguen por matices nítidos y vivos. Cabe destacar especialmente las ventajosas propiedades de aplicación. Por el procedimiento aquí expuesto se obtienen, entre otros, colorantes cuya aplicación es ampliamente independiente de la temperatura. La aplicación puede realizarse por los más diversos procedimientos; así, por ejemplo, por el procedimiento de extracción o el de tinción en fular, como el procedimiento Pad-Jig, el procedimiento Pad-Steam o el procedimiento de permanencia en frío. Igualmente notable es que en todos los procedimiento de aplicación se obtengan buenos rendimientos del colorante y que una gran parte de los colorantes sea sintetizable con rendimiento casi teórico por la preparación según este invento. Una ventaja particular consiste en que la amplitud de variación de los matices tintóreos es muy grande, por lo que

15.

20.

25.

- 21 378941



con los colorantes de éste invento pueden producirse prácticamente todos los tonos.

Los productos obtenidos por este procedimiento sirven para teñir y estampar los más diversos materiales,

5. y particularmente para teñir y estampar fibras de celulosa natural o regenerada en presencia de agentes reductores (como, por ejemplo, ditionito). Las tinturas resultantes se distinguen por muy buena solidez a la humedad (en particular, solidez a la ebullición con sosa y al cloro) y por propiedades buenas hasta muy buenas de solidez a la luz.
- 10.

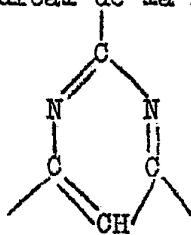
Los nuevos colorantes pueden emplearse también como pigmentos. Gracias a sus propiedades favorables, se los puede utilizar para las más diversas aplicaciones pigmentarias; por ejemplo, en forma finamente dividida, para teñir

15. seda artificial y viscosa o éteres y ésteres de celulosa o superpoliamidas y superpoliuretanos o poliésteres en la masa para hilar, lo mismo que para la preparación de barnices teñidos o formadores teñidos de barnices, soluciones o productos de acetilcelulosa, nitrocelulosa, resinas naturales o artificiales, como resinas de polimerización o resinas de condensación (por ejemplo, aminoplastos, resinas alquídicas y fenoplastos), poliolfinas (como poliestireno, cloruro de polivinilo, polietileno, polipropileno y poliacrilonitrilo), goma caseína, silicona y resinas de silicona.
- 20.
25. Pueden emplearse además ventajosamente para fabricar lápices de colores, preparados cosméticos o placas de laminación.

En los ejemplos que siguen, en tanto no se advierta otra cosa, las partes significan partes en peso y los porcentajes significan porcentajes en peso. Las temperatu-



ras están expresadas en grados centígrados y el símbolo Cy significa el radical de la fórmula



5.

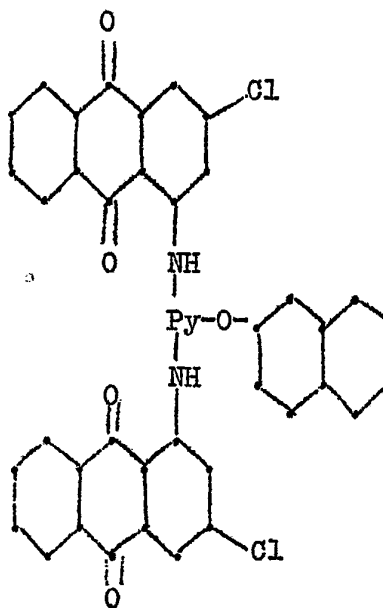
EJEMPLO 1

6,3 partes del producto de reacción de 1 mol de tricloropirimidina con 2 moles de 1-amino-3-cloro-antraquinona se calientan a 205-210° y agitando, junto con 1,7 partes de 2-nafteno y con la adición de 0,3 partes de piridina. Se mantiene dicha temperatura por 5 1/2 horas haciendo pasar por la mezcla reaccional una ligera corriente de nitrógeno o de aire durante todo el curso de la condensación.

15.

Se deja enfriar hasta unos 100°, se filtra todavía en caliente, se lava con nitrobenzeno y a continuación con metanol y se seca en vacío. El colorante aislado, de la fórmula

20.



25.

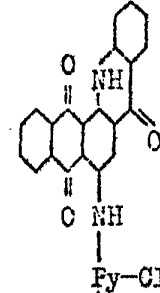

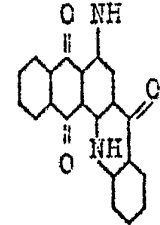
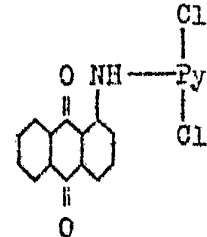
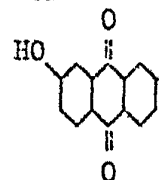
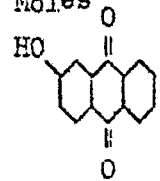
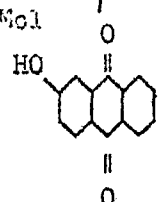



	Componen- te reac- tivo	Compuestos de hidroxilo. o de mercapto	Matiz sobre el algodón
5. 10.			<p>amarillo</p>
2			"
15. 20.			"
4	"		"
25.	"		"



	Componen- te reac- tivo	Compuestos de hidroxilo o de mercapto	Matiz sobre el algodón
5:	<p>6</p>		<p>amarillo</p>
10.			
15.	<p>7</p> <p>"</p>		<p>"</p>
20.	<p>8</p>		<p>rojo</p>
25.			



	Componente reactivo	Compuestos de hidroxilo o de mercapto	Matiz sobre el algodón
5.	<p>9</p> 		<p>azul</p>
10.			
15.	<p>10</p> 	<p>1 Mol.</p> 	<p>amarillo</p>
20.	<p>11</p> <p>"</p>	<p>2 Moles</p> 	<p>"</p>
25.	<p>12</p> <p>"</p>	<p>1 Mol.</p>  <p>1 Mol.</p> 	<p>"</p>



	Componen- te reac- tivo	Compuestos de hidroxilo o de mercapto	Matiz sobre el algodón
5.	13 		amarillo
10.			
14	14 		verde
15.	15 		
20.	15 		amarillo
25.	16 		"



	Componen- te reac- tivo	Compuestos de hidroxilo o de mercapto	Matiz sobre el algodón
5. 17.		2 Mol 	amarillo
10. 18.			rojo
15.			
20.			

Prescripción tintórea

Se tina una parte de colorante con 10 volú-
menes de lejía sódica de 36° Bé y 5 partes de hidrosul-
fito sódico en 200 partes de agua a 50-70°. Se agrega
25. esta tina madre a un baño tintóreo que contiene, en 2000
partes de agua, 5 volúmenes de lejía sódica de 36 Bé y
3,7 partes de hidrosulfito sódico y, a 40°, se introducen



100 partes de algodón. A los 10 minutos se añaden 15 partes de cloruro sódico y al cabo de 20 minutos otras 15 partes más y durante 45 minutos se tiñe a 40°. A continuación se exprime el algodón, se le oxida y se le somete al acabado ordinario.

5.

Tinción con pigmento

Se mezclan 5 partes del colorante indicado en el Ejemplo 1 con 95 partes de ftalato de dioctilo y se muele la mezcla en un molino de bolas hasta que las partículas del colorante tienen tamaño inferior a 3 micras.

10.

Se mezclan 0,8 partes de esta pasta de ftalato de dioctilo con 13 partes de cloruro de polivinilo, 7 partes de ftalato de dioctilo y 0,1 partes de estearato de cadmio y a continuación se lamina a 140° en la calandria de dos rodillos.

15.

Se obtiene un material teñido de amarillo verdoso, con buenas propiedades de resistencia a la migración y buena solidez a la luz.

20.

Si en vez del colorante que se ha indicado antes se emplea el del Ejemplo 9 y se procede igual en lo demás, se obtiene un material teñido con matices de amarillo verdoso, de buenas propiedades de resistencia a la migración y a la luz.

= . =

N O T A

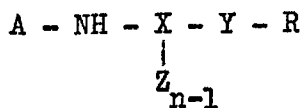
25.

Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patentes



suizas núms. 6152/69 del 23.4.69 y 3271/70 del 5.3.70.

1. Procedimiento para la preparación de colorantes de tina de la fórmula general



5.

en la que

A significa un radical tinable;

10.

X significa un radical heterocíclico con dos átomos de nitrógeno cíclicos, el cual está ligado al grupo -NH directamente por un átomo de carbono cíclico por medio de un grupo -CO;

Y significa un átomo de oxígeno o de azufre;

15.

R significa un radical aromático carente de grupos azoicos, el cual está ligado al átomo de oxígeno o de azufre Y por un átomo de carbono del núcleo aromático; pero cuando R representa un radical aromático heterocíclico, éste es un radical aromático heterocíclico de seis miembros a lo menos;

20.

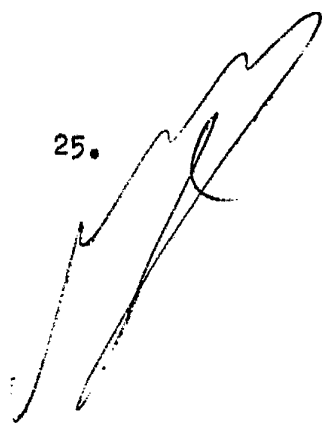
Z significa un radical -NH-A' o un radical -Y-A' (donde Y tiene el mismo significado que se le ha asignado antes y A' representa un radical tinable); y

25.

n es igual a 1 ó 2,

con la condición de que

cuando X significa un radical pirimídínico, Z significa un radical -NH-A' y los símbolos A y A' significan radicales antraquinónicos insubstituidos, -Y-R no debe ser ningún grupo fenoxi-



378941



lico insustituido,
caracterizado por condensarse compuestos heterocíclicos
provistos de dos átomos de nitrógeno cíclicos, compuestos
que contienen a lo menos dos substituyentes fáciles de
5. disociar, con quinonas policíclicas, que contienen grupos
condensables, y compuestos de hidroxilo o mercapto aromá-
ticos.

2. Procedimiento según la reivindicación 1,
para la preparación de colorantes de la fórmula (1) en
10. los que A significa un radical antraquinónico.

3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y
2, para la preparación de colorantes de la fórmula (1)
en los que A y A' significan radicales antraquinónicos.

4. Procedimiento según las reivindicaciones 1
15. a 3, para la preparación de colorantes de la fórmula (1)
en los que A y A' significan radicales iguales.

5. Procedimiento según las reivindicaciones 1
a 4, para la preparación de colorantes de la fórmula (1)
en los que X significa un radical de pirimidina, quinoxali-
20. na-CO, quinazolina-CO o ftalacina-CO.

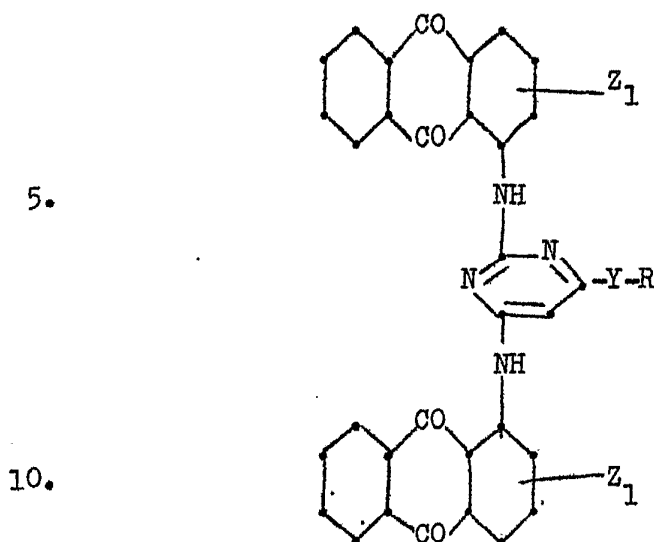
6. Procedimiento según las reivindicaciones 1
a 5, para la preparación de colorantes de la fórmula (1)
en los que R contiene un radical bencénico, naftalínico
o antraquinónico .

25. 7. Procedimiento según las reivindicaciones 1
a 6, caracterizado porque se preparan colorantes de la fór-

378941



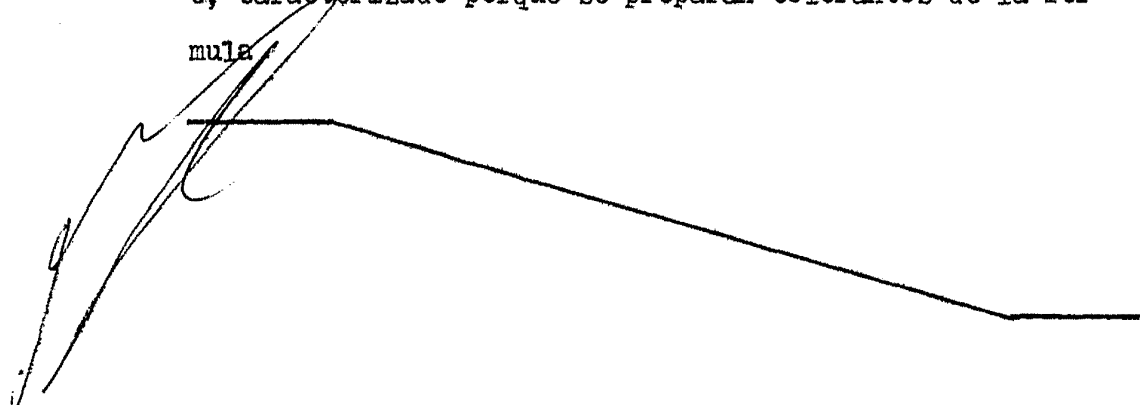
mula



en la que

15. Y tiene el mismo significado que antes,
Z₁ denota un átomo de hidrógeno o de halógeno y
R significa un radical bencénico (que puede estar
substituido por átomos de halógeno, grupos hi-
droxílicos o carboxílicos o radicales de alquilo,
arilo, aralquilo, carbonamido o carboalcoxilo),
20. un radical heterocíclico/^oun radical antraquí-
nónico.

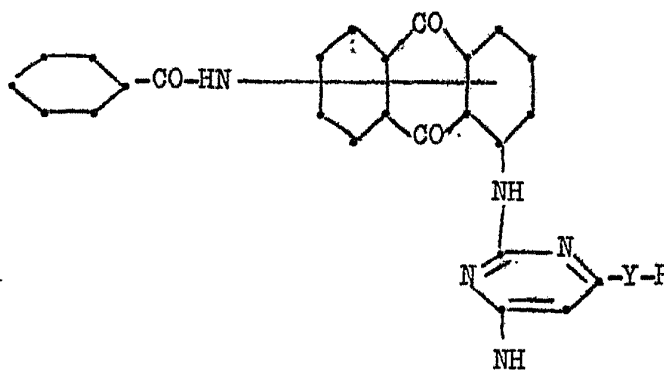
8. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a
6, caracterizado porque se preparan colorantes de la fór-
mula



378941



5.



10.



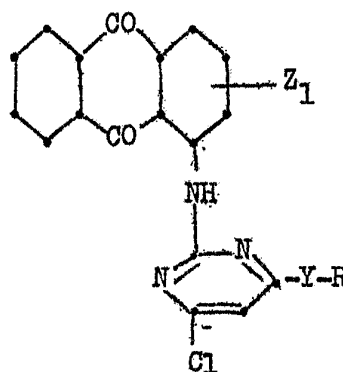
en la que

Y y R tienen el mismo significado que en la reivindicación 1.

15.

9. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 6, caracterizado porque se preparan colorantes de la fórmula

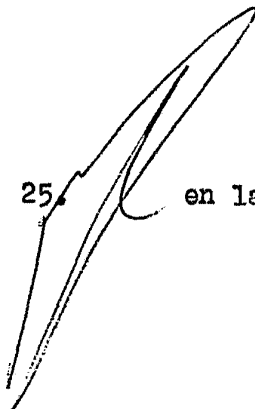
20.



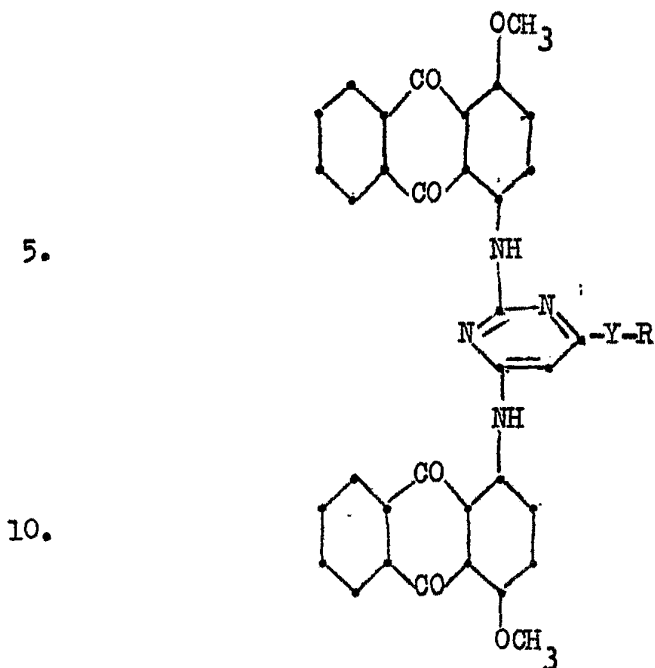
25.

en la que

Y y R tienen el mismo significado que en la reivindicación 1,



378941



en la que

15. Y y R tienen el mismo significado que en la reivindicación 1.

12. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por hacerse pasar por la mezcla, durante la condensación, una corriente de gas inerte.

20. 13. Procedimiento para la preparación de colorantes de tina.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 34 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 22 de Abril de 1970

P.a. JAIME ISERN

P. p.

Firmado: JOSÉ F. NIETO