

378986



CAS CIN-36/R

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE <u>609</u>
SUBCLASE <u>6</u>

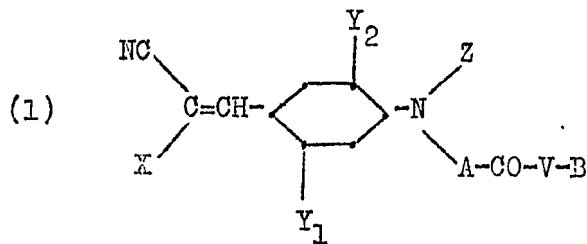
P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES ESTI-
RILICOS INSOLUBLES EN AGUA", a favor de la firma suiza
CIBA SOCIETE ANONYME residente en BASILEA (Suiza)

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a nuevos colorantes esti-
rílicos insolubles en agua, de la fórmula



5.

en la que

X significa un grupo de alquilsulfonilo, carba-
moilo, carboalcoxilo o, preferentemente,
ciano;

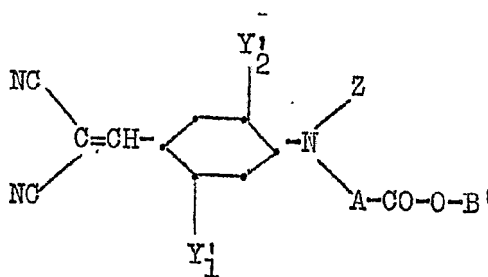
10.



- A significa un grupo de alquileo, en ocasiones interrumpido por heteroátomos (en particular, átomos de oxígeno),
5. Y_1 e Y_2 significan cada uno un átomo de hidrógeno o de halógeno o un grupo de alquilo o alcóxido y pueden ser iguales o diferentes uno de otro;
10. Z significa un grupo de alquilo (eventualmente sustituido) que preferentemente contiene un radical de la fórmula -A-CO-V-B, el cual está unido por el átomo de nitrógeno al anillo bencénico;
- V significa un átomo de azufre o un grupo de imino o, cuando B es un radical aromático, un átomo de oxígeno;
15. y
- B es un radical orgánico monovalente, en particular un radical de alquilo o aralquilo o un radical aromático alicíclico o heterocíclico.

20. A una modalidad particularmente preferida del invento corresponden los colorantes de la fórmula general

(1a)



25. en la que

Y'_1 es un grupo metílico o metoxílico;

Y'_2 es un átomo de hidrógeno o un grupo metoxílico;

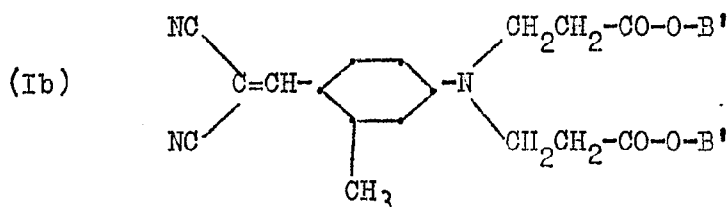
378986



Z es un radical alquílico (eventualmente sustituido) o el radical $-A-CO-O-B'$; y

B' es un radical bencénico, eventualmente sustituido.

5. Como representantes más típicos de los compuestos de la fórmula (1a) cabe señalar los derivados estirílicos de la fórmula



10.

en la que

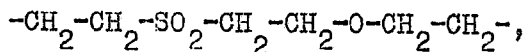
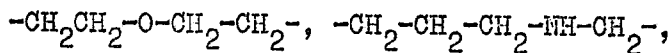
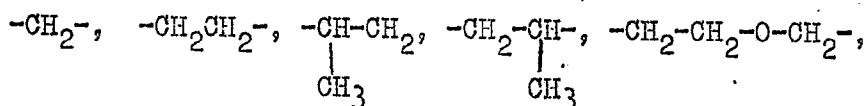
B' tiene el mismo significado que se le asignó antes.

15. El grupo Z representa un grupo alquílico inferior, es decir, que contiene 1 a 4, y preferentemente 2 a 4, átomos de carbono, como un grupo de metilo, etilo, n-propilo o n-butilo, que puede estar sustituido de la manera ordinaria y ser, por ejemplo, un grupo de bencil- o beta-fenil-etilo, un grupo de alquilo, un grupo de beta-cloroetilo, beta,beta,beta-trifluoroetilo o beta,gamma-dicloropropilo; un grupo de beta-cianoetilo, alcoxialquilo (como un grupo de beta-etoxietilo o bien omega-metoxibutilo), hidroxialquilo (como beta-hidroxietilo), beta,gamma-dihidroxi-propilo, nitroalquilo (como beta-nitroetilo), carboalcoxilo (como beta-carbo-(metoxi-, etoxi- o propoxi)-etilo) (en cuyo caso el grupo alquílico terminal puede llevar en posición omega grupos de ciano, carboalcoxilo, aciloxilo y amino), beta-
- 20.
- 25.



- o gamma-carbo-(metoxi o etoxi)-propilo, acilaminoalquilo (como beta-(acetil o formil)-amino-etilo), aciloxialquilo (como beta-acetiloxietilo), beta,gamma-diacetoxipropilo, beta-(alquil o aril)-sulfonilalquilo (como beta-metansulfoniletilo, beta-etansulfoniletilo o beta-(p-clorobencensulfonil)-etilo), alquil- o aril-carbamoiloxialquilo (como beta-metil-carbamoiloxietilo y beta-fenilcarbamoiloxietilo), alquiloxicarboniloxialquilo (como beta-(metoxi-, etoxi- o isopropiloxi)-carboniloxietilo), gamma-acetamidopropilo, beta-(p-nitrofenoxi)-etilo, beta-(p-hidroxifenoxi)-etilo, beta-(beta'-acetiletotoxicarbonil)-etilo, beta-[beta'-(ciano-, hidroxi-, metoxi- o acetoxi)-etoxicarbonil]-etilo, cianoalco-xialquilo, beta-carboxietilo, beta-acetiletilo, beta-dietil-aminoetilo, beta-cianoacetoxietilo, beta-benzoil- y beta-(p-alcoxi o fenoxi-benzoil)-oxietilo. El grupo Z no contiene por lo general más de 18 átomos de carbono.

Grupos A idóneos son los grupos alquilénicos que están interrumpidos por grupos de imino, átomos de azufre y especialmente átomos de oxígeno, como, por ejemplo, los grupos de las fórmulas

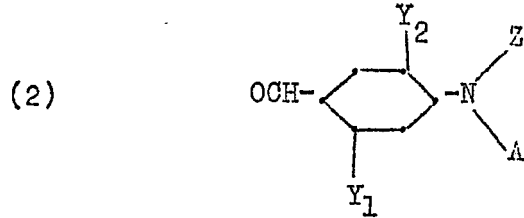


25. las cuales por su lado izquierdo están ligadas al anillo aromático por medio del átomo de nitrógeno.

Se llega a los nuevos colorantes sí:



a) se condensa un aldehido desprovisto de grupos hidroxolubilizantes, de la fórmula

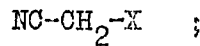


5.

en la que

A, Y₁, Y₂ y Z tienen el mismo significado que antes, o su aldimina, con un compuesto de la fórmula

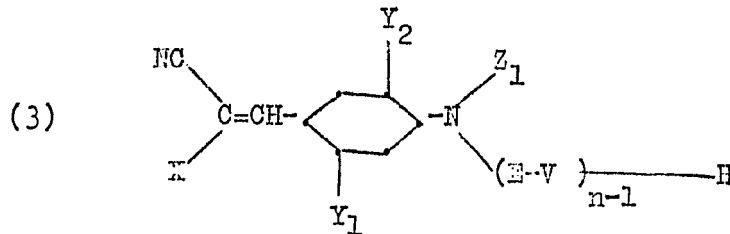
10.



o bien

b) se condensa 1 mol de un derivado estirílico de la fórmula

15.



en la que

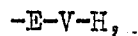
A, X, Y₁, Y₂ y V tienen el mismo significado que antes,

20.

mientras que

Z₁ significa un grupo alquílico, eventualmente substituido, en particular un grupo de la fórmula

25.



n es igual a 1 ó 2 y

378986

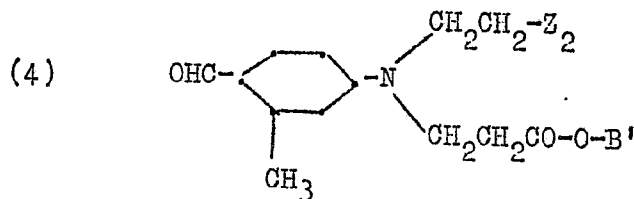


E es un grupo alquilénico, eventualmente interrumpido por heteroátomos, con un haluro de un ácido carboxílico de la fórmula halógeno-E'-CO-V-B

5. en la que E' es un grupo alquílico.

Para la modalidad de realización a) del procedimiento de este invento sirven de materias de partida, por ejemplo, los aldehidos, como el aldehido de la fórmula

10.



en la que

15.

Z₂ significa el radical aciloxílico de un ácido monocarboxílico alifático inferior o un radical benzoiloxílico, cianico o cianoetiloxílico

y

B' significa un radical bencénico.

20.

Los radicales bencénicos pueden presentar todavía otros substituyentes no hidrosolubilizantes más, por ejemplo átomos de halógeno o grupos de alquilo, alcoxilo o carboalcoxilo.

Los aldehidos pueden prepararse, por ejemplo, a partir de las anilinas siguientes:

25.

- N,N-di-(beta-carboximetil-etoxietil)-anilina,
N-cianoetil-N-carboximetil-etoxietil-anilina,

378986



- 3-acetilamino-N-cianoetil-N-(carboxietil)-propil-
-anilina,
N,N-di-(beta-carbometoxietil)-3-cloroacetilamino-
-anilina,
5. N,N-di-(beta-carbometoxi-etil)-m-toluidina,
N,N-di-(beta-carbometoxi-etil)-3-acetilamino-5-
-metoxi-anilina,
N-etil-N,beta-carbometoxi-etil-3-acetilamino-anilina,
N-etil-N,beta-carbometoxi-etil-3-etoxiacetilamino-
10. -anilina
y
éster etílico de ácido N-etil-N,m-cloro-fenilpro-
piónico.

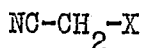
- Los aldehidos pueden obtenerse por procedimientos
15. conocidos; por ejemplo, mediante condensación de los al-
dehidos respectivos con haluros de aril- o alquil-oxicar-
bonilalquilo, o mediante condensación de las anilinas res-
pectivas (de preferencia, las toluidinas) con el produc-
to de la adición de compuestos N-formílicos de aminas aro-
20. máticas secundarias a oxiclorigero de fósforo e hidrólisis
según Vilsmeier del producto de la condensación, o median-
te condensación de las oxietil-m-toluidinas, aciladas, con
dialquilformamidas, según la patente británica 870.454,
e hidrólisis del producto resultante de la condensación.

25. La condensación de los aldehidos con los compues-
tos metilénicos activos (de preferencia, malodinitrilo o
ésteres de ácido cianoacético) se efectúa convenientemente
en caliente, en presencia de un catalizador básico (co-
mo, por ejemplo, amoníaco, dimetilamina, dietilamina, pipe-



- ridina, acetato de piperidina, alcoholato sódico o alcoholato potásico) y eventualmente en presencia de un disolvente (como metanol, etanol, benceno, tolueno, xileno, cloroformo o tetracloruro de carbono. Cuando se emplean disolventes es posible, por destilación azeotrópica de estos últimos, excluir continuamente de la mezcla reaccional el agua que se va originando durante la reacción, con lo cual se inclina constantemente el equilibrio de ésta en favor del producto de la condensación. La condensación puede realizarse también sin catalizador básico, en ácido acético glacial u otro ácido orgánico o, en ausencia de disolvente por fusión conjunta de los componentes de la reacción en presencia de un catalizador básico (por ejemplo, acetato amónico o acetato de piperidina).

5. En calidad de compuestos metilénicos activos de la fórmula



están indicados, por ejemplo:

20. el dinitrilo de ácido malónico
el éster metílico, etílico o butílico de ácido cianoacético,
la cianacetamida,
la cian-N-metilacetamida,
la cian-N,N-dimetilacetamida,
25. la cianoacetanilida,
la ciano-p- o -m-cloroacetanilida,
la ciano-N-ciclohexil-acetamida,
el metilsulfonilacetoni trilo

378986

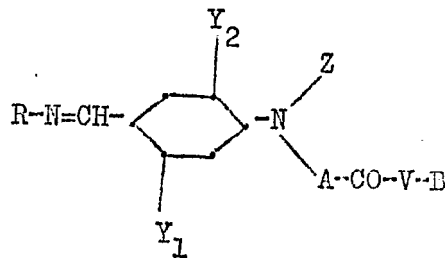


y

el fenilsulfonilacetoni-trilo.

En vez de los aldehidos, pueden emplearse tambien como materias de partida sus aldiminas, o sea los productos de la condensación de aquéllos con aminas primarias, en particular aminobencenos en forma de las llamadas "bases Schiff" de la fórmula

5.
10.



donde

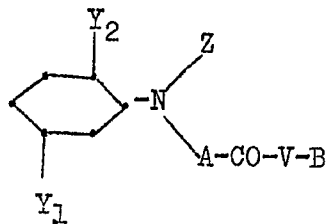
R significa preferentemente un radical bencénico (por ejemplo, el radical fenílico) o un radical sulfofenílico.

15.

Los compuestos de la fórmula (5) pueden obtenerse por condensación del producto de la actuación de formaldehido y ácido clorhídrico sobre la amina de la fórmula

20.

(6)



con un nitrobenceno (por ejemplo, ácido nitrobencensulfónico) en presencia de hierro y ácido clorhídrico, según el Ejemplo 17 de la patente norteamericana 2.583.551.

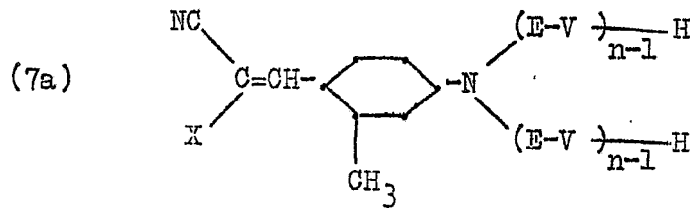
25.

Según la modalidad de realización b) del procedimiento de este invento, se emplean convenientemente como

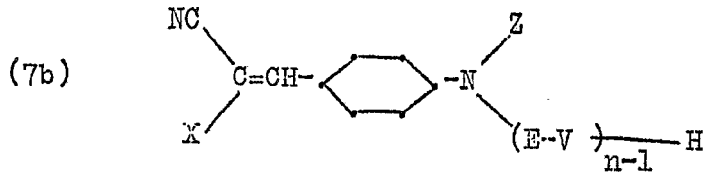


378986

materias de partida compuestos de las fórmulas



5.



La condensación se efectúa con ayuda de los ésteres, amidas o tioésteres alquílicos, aralquílicos, arílicos o heterocíclicos de ácidos haloalcancarboxílicos, y en calidad de ácidos haloalcancarboxílicos entran en cuenta, por ejemplo, el ácido cloroacético, el ácido alfa- o beta-cloro- o -bromo-propiónico, el ácido alfa,beta-dibromopropiónico, el ácido alfa-bromoacrílico y el ácido gamma-bromoacrílico, los cuales con las respectivas aminas, los respectivos mercaptanos y especialmente los compuestos hidroxílicos forman las respectivas amidas o anilidas, los respectivos ésteres alquil- o aril-mercápticos y los respectivos ésteres alquílicos o arílicos.

20.

Compuestos hidroxílicos apropiados son, por ejemplo:

- el metanol,
- el etanol,
- el n-propanol,
- el isopropanol,
- el n-butanol,

25.

378986



- el butanol secundario,
- el isobutanol,
- el alcohol alílico,
- el alcohol dodecílico,
- 5. el éter monometílico o el monoacetato de etilenglicol,
- el ácido glicólico,
- el ciclohexanol,
- el alcohol furfurílico,
- el alcohol bencílico,
- 10. el alcohol fenético,
- el fenol,
- el orto-, meta- y para-cresol,
- el orto-, meta- y para-nitrofenol,
- el orto-, meta y para-clorofenol,
- 15. el 2,4-dinitrofenol,
- el orto-, meta- y para-metoxifenol,
- el 2,4,6-triclorofenol,
- el 1- o 2-nafteno,
- la 8-hidroxiquinolina
- 20. y
- la 4-hidroximetilpiridina.

Aminas apropiadas son, por ejemplo:

- la metilamina,
- la etilamina,
- 25. la etanolamina,
- la propilamina
- la butilamina,
- la ciclohexilamina,
- la bencilamina,

378986



- la anilina,
la dimetilamina,
la dietilamina,
la dibutilamina,
5. la N-metil-anilina,
la pirrolidina,
la piperidina,
la morfolina,
la 2-cianoetilamina,
10. la bis-(2-cianoetil)-amina,
la dietanolamina,
la etilenimina,
la N,N'-dimetilpropilendiamina-(1,3),
la N-metil-anilina,
15. la bis-(2-metoxietil)-amina,
la diisopropilamina,
la N-metilpiperacina,
la N-hidroxi-etilpiperacina,
la anilina,
20. la orto-, meta- y para-cloroanilina,
la orto-, meta- y para-toluidina,
la orto-, meta- y para-nitroanilina,
la orto-, meta- y para-fenetidina,
la 1- ó 2-aminonaftalina,
25. el éster metílico de ácido p-aminobenzoico,
el 2-aminobenzotiazol,
el 2-aminotiazol,
la alfa- y beta-tetrahidrofurfurilamina,
la alfa- y beta-tetrahidrofurfuril-N-metilamina,

378986



- la N-(alfa-tetrahidropiranylmetil)-N-metilamina,
la alfa-tetrahidropiranyl-N-metilamina,
el 3-aminosulfolano,
el 1-carboetoxi-2-amino-tiofeno y
5. el 1-amino-2-carboetoxi-5-metil-tiofeno.
- Mercaptanos apropiados son, por ejemplo:
- el etilmercaptano,
el n-butylmercaptano,
el fenilmercaptano,
10. el 2-, 3- o 4-clorofenilmercaptano,
el 2,4- o 2,5-diclorofenilmercaptano,
el 2-, 3- o 4-metilfenilmercaptano,
el 2,4- o 2,5-dimetilfenilmercaptano,
el 2-, 3- o 4-metoxifenilmercaptano,
15. el 2,4- o 2,5-dimetoxifenilmercaptano,
el 2- o 4-nitrofenilmercaptano,
el 2- o 4-carbometoxifenilmercaptano,
el 2-mercaptobenzotiazol,
el 2-mercapto-6-cloro-benzotiazol,
20. el 2-mercapto-4-cloro-benzotiazol,
el 2-mercapto-4-metil-benzotiazol,
el 2-mercapto-6-metil-benzotiazol,
el 2-mercapto-6-metoxi-benzotiazol,
el 2-mercapto-6-etoxi-benzotiazol,
25. el 2-mercapto-benzoxazol y
el 2-mercapto-bencimidazol.

La esterificación con los ácidos haloalcancarbo-
xílicos se efectúa de la manera ordinaria, pero respetan-
do el halógeno que se halla junto al radical alcánico. La



condensación de los ésteres, las amidas y los tioéteres obtenidos de ácido haloalcanocarboxílico con los derivados estirílicos de la fórmula (3) o los aldehidos respectivos o las anilinas respectivas se realiza de preferencia en un disolvente orgánico inerte (como piridina, benceno, dioxano, éter isopropílico, acetato de etilo o dimetilformamida), eventualmente en presencia de un agente aceptor de ácido (como carbonato sódico o hidróxido sódico).

Los nuevos colorantes se prestan admirablemente (sobre todo después de ponerlos en forma finamente dividida, por ejemplo mediante molturación, empastamiento, reprecipitación, etc). para teñir y estampar el material de fibra de poliéster, en particular el tereftalato de polietileno. Sobre este material se obtienen por los procedimientos tintóreos usuales - por ejemplo, con un baño tintóreo que contenga una dispersión fina del colorante y, de conveniencia, un dispersante, a temperaturas cercanas a 100° eventualmente con adición de un agente imbibidor (procedimiento Carrier), o a temperaturas por encima de 100° C (hasta unos 130° C), con empleo de sobrepresión (procedimiento de alta temperatura) - tinturas de amarillo verdoso, vivas y puras, que se distinguen por extraordinaria solidez a la luz y a la sublimación. Esta solidez especial a la luz no merma ni aún con las combinaciones (por ejemplo, combinaciones de verde).

Los nuevos colorantes tienen además la ventaja de teñir muy poco la lana y las demás fibras que se hallen en el baño tintóreo. Tienen por lo tanto buena aptitud para teñir los tejidos mixtos de poliéster y lana o, por ejem-

378986



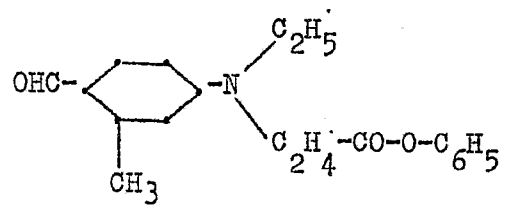
plo, poliéster-triacetato.

- Los colorantes de este invento sirven también para teñir por el procedimiento llamado "Thermosol" en el cual el tejido que se ha de teñir se impregna (de preferencia a temperaturas de 60° C a lo sumo) con una dispersión acuosa del colorante (que, de conveniencia, contiene 1 a 50% de urea y un espesante, en particular alginato sódico) y se exprime como de ordinario. De conveniencia se exprime de modo que el género impregnado retenga en líquido tintóreo del 50 al 100 % del peso inicial. Para la fijación del colorante, el género así impregnado se somete (de conveniencia después de secado previo, por ejemplo en una corriente de aire caliente) a calentamiento a temperaturas de 100° (por ejemplo, entre 180 y 210° C).
5. Particular interés presenta dicho procedimiento Thermosol cuando se han de teñir tejidos mixtos de fibras de poliéster y fibras de celulosa, en particular lana. En este caso el líquido de impregnación contiene, además del colorante según el invento, otros colorantes todavía, aptos para teñir el algodón; por ejemplo colorantes de tina. Si se emplean estos últimos, se necesita después del tratamiento térmico un tratamiento del género fulardeado, que se realiza con una solución alcalinoacuosa de un agente reductor de los usuales en la tintorería de tina.
10. En los Ejemplos que siguen, mientras no se indique otra cosa, las partes significan partes en peso y los porcentajes significan porcentajes en peso, en tanto que las temperaturas están expresadas en grados centígrados.
- 15.
- 20.
- 25.



Receta 1

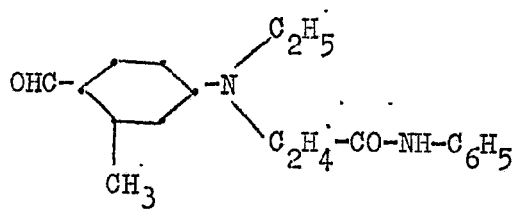
Se calientan a temperatura de 80 a 100°, durante 1 hora, 2 equivalentes de N-etil-m-toluidina con 1 equivalente de éster fenílico de ácido m-bromopropiónico. La amina terciaria resultante, N-etil-N-fenilcarboxietil-m-toluidina, se purifica por destilación a 180-200° / 0,9 mm de Hg y a continuación se formula con oxicloruro de fósforo en dimetilformamida por el procedimiento de Vilsmeier y Haack (Berichte 60, 119 - 1927-). Se obtiene el aldehido de la fórmula



15.

Receta 2

Se calientan a 100° durante 1 hora 2 equivalentes de N-etil-m-toluidina y 1 equivalente de anilida de ácido beta-bromopropiónico y la mezcla enfriada se recristaliza en metanol diluído. La amina terciaria resultante (agujas sutiles e incoloras, con punto de fusión de 69 a 70°) se formula con hexametilentetramina en ácido acético glacial por el método de Duff (J. Chem. Soc. 1952, 1159), con lo cual da el aldehido de la fórmula



25.

Receta 3

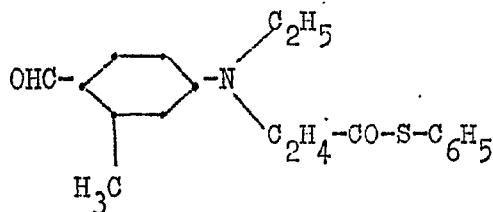
-17-
373986



De manera análoga a la de la receta 1, a partir de N-etil-m-toluidina y el producto de la reacción de tiofenol con cloruro de beta-bromopropionilo (líquido incoloro, con punto de ebullición de 148 a 150°), se obtiene

5. N-etil-N-(fenil-tiocarboxietil)-m-toluidina (aceite amarillo y viscoso, con punto de ebullición de 190 a 200° / 0,5 mm de Hg), la cual, por formilación según Vilsmeeyer y Haack, conduce al aldehído de la fórmula

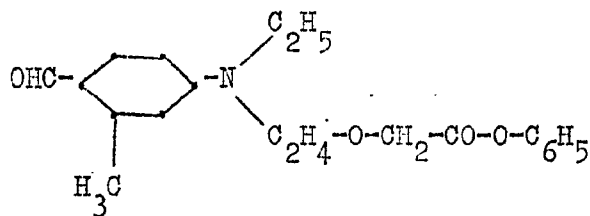
10.



Receta 4

15. Se calientan a 100° en tolueno 1 equivalente de sal sódica de N-etil-N-(beta-hidroxi-etil-m-toluidina y 1 equivalente de éster fenílico de ácido cloroacético. La amina terciaria formada (punto de ebullición: 190 a 200° / 1 mm de Hg) da, al formularla como en la receta 1, un aldehído de la fórmula

20.



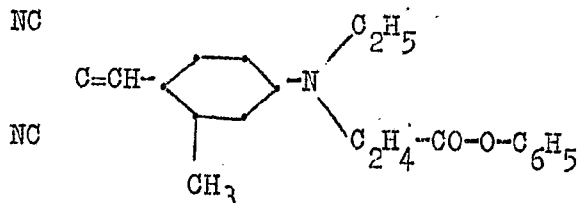
Ejemplo 1

25. Se hierve en reflujo durante 3 horas una mezcla de 3,11 partes de aldehído 2-metil-4-(N-etil-N-beta-fenoxi-carbonil)-etil-benzoico, 0,72 partes de malodinitrilo,



0,003 partes de piperidina y 10 partes de metanol. Después del enfriamiento, se vierte la mezcla en 100 partes de ácido clorhídrico diluido. Se precipita así el colorante de la fórmula

5.

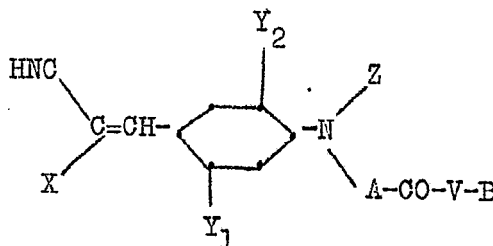


que tinte las fibras de poliéster con matices amarillos de buenas propiedades de solidez.

10.

De manera análoga se obtienen los colorantes de la fórmula general

15.



que se exponen en la tabla que sigue y que están caracterizados por los símbolos X, Z, Y₁, Y₂, A, V y B. Todos estos colorantes tinen las fibras de poliéster con matices amarillos de buenas propiedades de solidez.

20.

378986



Colorante No	X	Z	Y ₁	Y ₂	A	V	B
1	NC-	-CH ₄ H ₉ (-n)	-CH ₃	-H	-C ₂ H ₄ -	-O-	-C ₆ H ₅
2	"	-CH ₂ CH ₂ CN	H	"	"	"	"
3	"	"	"	"	-CH ₂ CH ₂ CH ₂ -	-NH-	-CH ₃
4	"	-C ₂ H ₅	-CH ₃	"	"	-NH-	-CH ₃
5	-SO ₂ C ₆ H ₅	-C ₂ H ₄ -O-C ₂ H ₄ -CN	"	"	-C ₂ H ₄	-O-	-C ₆ H ₅
6	"	-C ₂ H ₄ -O-CH ₃	"	"	"	"	"
7	NC-	-C ₂ H ₄ -OH	H	"	"	"	"
8	"	-C ₂ H ₄ -O-CO-CH ₃	"	"	"	"	"
9	"	-C ₂ H ₄ -O-CO-C ₆ H ₅	"	"	"	"	"
10	"	-C ₂ H ₄ -OCO-CH ₂ Cl	-OCH ₃	-OCH ₃	"	"	"



Colorante No	X	Z	Y ₁	Y ₂	A	V	B
11	NC-	-C ₂ H ₄ -OCO-C ₃ H ₇	-OCH ₃	-OCH ₃	-C ₂ H ₄	-NH-	-C ₆ H ₅
12	"	C ₆ H ₁₁	H	H	"	"	-C ₂ H ₅
13	"	-C ₂ H ₄ -O-C ₄ H ₉ (-n)	"	"	"	"	-C ₂ H ₅
14	"	-C ₂ H ₅	-CH ₃	"	"	-S-	-C ₆ H ₅
15	"	-C ₂ H ₄ -O-CO-CH ₃	"	"	"	"	-C ₆ H ₄ -CH ₃ (-p)
16	"	-C ₂ H ₄ -O-C ₂ H ₄ -OCH ₃	H	"	"	"	-C ₄ H ₉ (-n)
17	"	-C ₂ H ₄ -CN	-CH ₃	"	"	"	-C ₂ H ₅
18	-CO-OC ₂ H ₅	-C ₂ H ₄ -CN	"	"	"	"	-C ₂ H ₅
19	-CO-OC ₂ H ₅	-CH(CH ₃) ₂	-CH ₃	"	"	-O-	-C ₆ H ₅
20	"	-C ₆ H ₁₁	"	"	"	"	-C ₆ H ₅ -CH ₃ (-p)

378986



Colorante No	X	Z	Y ₁	Y ₂	A	V	B
21	-CO-O-C ₂ H ₅	-CH ₂ -C ₆ H ₅	-CH ₃	-H	-OH ₂	-O-	-C ₆ H ₅
22	"	-CH ₂ -C ₆ H ₅	"	"	"	-NH-	-C ₆ H ₅
23	"	-C ₂ H ₅	-OCH ₃	-OCH ₃	"	-S-	-C ₂ H ₅
24	NO-	-C ₂ H ₄ -Cl	-CH ₃	-H	-C ₂ H ₄	-O-	-C ₆ H ₄ -CH ₃ (-p)
25	"	C ₂ H ₄ -CO-O-C ₆ H ₅	"	"	"	"	-C ₆ H ₅
26	"	-Ciclohexilo	"	"	"	"	-C ₆ H ₅
27	-CO-O-C ₄ H ₉	-C ₂ H ₄ -O-CO-C ₆ H ₄ (p-)H ₅ C ₂ O-CO-	"	"	"	"	-C ₆ H ₅
28	"	-C ₂ H ₄ -OCO-C ₆ H ₄ (p-)H ₃ CO-	"	"	"	"	-C ₆ H ₅

378986



Coloran- te No	X	Z	Y ₁	Y ₂	A	V	B
29	NC	-C ₂ H ₅	"	"	-C ₂ H ₄	-O-	-C ₆ H ₄ -OCH ₃ (-P)
30	"	"	"	-CH ₃	"	"	-C ₆ H ₅
31	"	"	"	"	-CH ₂	"	-C ₆ H ₅
32	"	"	"	"	-C ₂ H ₄	"	$ \begin{array}{c} \text{---CH}_2\text{---CH}_2 \\ \quad \\ \text{CH}_2 \quad \text{CH}_2 \\ \diagdown \quad / \\ \text{S} \\ \\ \text{O} \end{array} $
33	"	"	"	"	"	"	$ \begin{array}{c} \text{---CH---CH} \\ \quad \\ \text{CH}_2\text{---CH} \quad \text{CH} \\ \diagdown \quad / \\ \text{O} \end{array} $
34	"	"	-CH ₃	-H	"	-NH-	-CH ₂ CH ₂ CH ₂ N(CH ₃) ₂
35	"	"	"	"	"	"	-C ₆ H ₄ -OCH ₃ (-P)
36	"	"	"	"	"	"	-C ₆ H ₄ -CO-O-C ₂ H ₅ (-P)
37	"	"	"	"	"	-S-	-C ₆ H ₃ Cl ₂ (2,5)

= 23 = 378986



Prescripción tintórea

Se muele en húmedo 1 parte del colorante obtenido según el Ejemplo 1 con 2 partes de una solución acuosa al 50% de sal sódica de ácido dinaftilmetandisulfínico y se seca.

5.

Se agita este preparado colorante 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 agregan 4 partes de una solución de ácido acético al 40%. Con esto se prepara, por dilución con agua, un baño tintóreo de 4000 partes.

10.

En este baño se introducen, a 50°, 100 partes de un tejido limpio de fibra de poliéster. Se aumenta la temperatura en el curso de media hora hasta 120-130° y se tiñe a esta temperatura por una hora, en recipiente cerrado. A continuación se enjuaga bien. Se obtiene una tintura amarilloverdosa, viva y pura, de excelente solidez a la luz y a la sublimación.

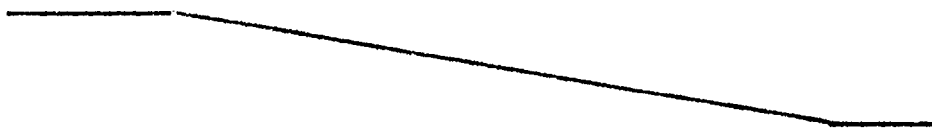
15.

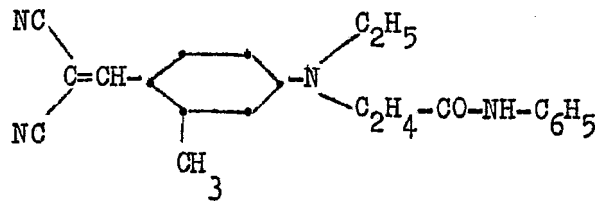
Ejemplo 2

Se hierven en reflujo durante 3 horas 3,1 partes de aldehído 4-(N-etil-N-beta-fenilcarbamoil-etil)-amino-2-metil-benzoico junto con 0,72 partes de malodinitrilo, 0,003 partes de piperidina y 10 partes de metanol. Después del enfriamiento, se vierte la mezcla en 100 partes de ácido clorhídrico diluído. Se precipita el colorante de la fórmula

20.

25.



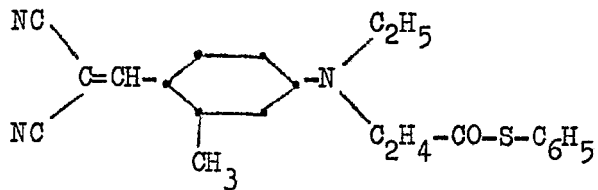


5. el cual tñe las fibras de poliéster con matices amarillos de buenas propiedades de solidez.

De manera análoga se obtienen:

- a partir de aldehído 4-(n-etil-N-beta-feniltiocarboxí-
-etil)-amino-2-metil-benzoico, el colorante de la fórmula

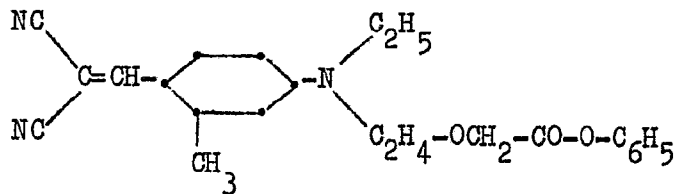
10.



- y a partir de aldehído 4-(N-etil-N-beta-fenoxicar-

15.

bonilmetoxi-etil)-amino-2-metil-benzoico, el colorante de la fórmula



20.

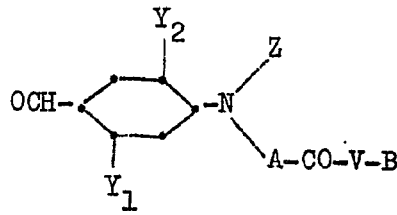
Ambos colorantes tñen las fibras de poliéster con matices amarillos de buenas propiedades de solidez.

= . =

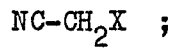
N O T A

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. 6355/69 del 24.4.69 y 1598/70 del 4 de Febrero

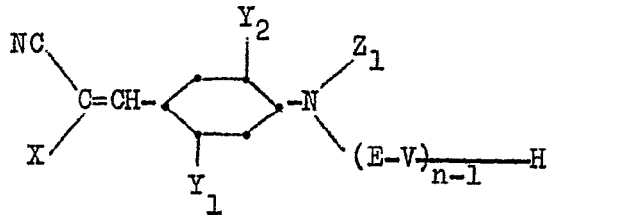


5. o su aldimina, con un compuesto de la fórmula



o bien

10. b) condensarse 1 mol de un derivado estirílico de la fórmula



15. en la que

Z_1 es un grupo alquílico, eventualmente sustituido, en particular un grupo de la fórmula -E-V-H,

n es igual a 1 ó 2 y

20. E es un grupo alquílico, eventualmente interrumpido por heteroátomos,

con un haluro de un ácido carboxílico de la fórmula halógeno-E'-CO-V-B

en la que

25. E' es un grupo alquílico.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado, por ser, en los compuestos de partida, Y_1 un



átomo de hidrógeno o un grupo metoxílico e Y_2 un átomo de hidrógeno o un grupo metoxílico.

5. 3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado por representar Z, en los compuestos de partida, el radical -A-CO-V-B.

4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por ser B, en los compuestos de partida, un radical monovalente, alquílico o aralquílico, o un radical aromático, alicíclico o heterocíclico.

10. 5. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por presentar X, en los compuestos de partida, un radical ciánico.

15. 6. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por representar A, en los compuestos de partida, un grupo alquilénico, eventualmente substituido por átomos de oxígeno.

7. Procedimiento para la preparación de colorantes estirílicos insolubles en agua.

20. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de 27 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 23 de Abril de 1970

p.a.

JOSÉ IGERN

p. p.

Firmado: JOSE F. NIETO