



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

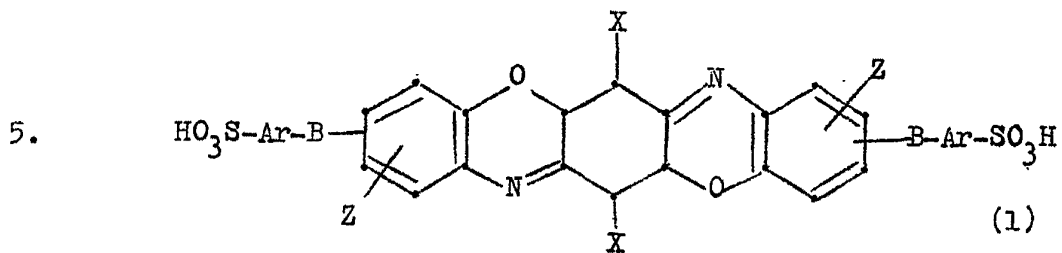
4 4 7 1 4

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE NUEVOS COLORANTES DIOXACINICOS", a favor de la firma suiza CIBA-GEIGY AG, residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a nuevos colorantes dioxacínicos de la fórmula



en la que

- X es cloro o bromo,
10. Z es hidrógeno, cloro o bromo,
B es un átomo de oxígeno y
Ar es un radical arilénico.

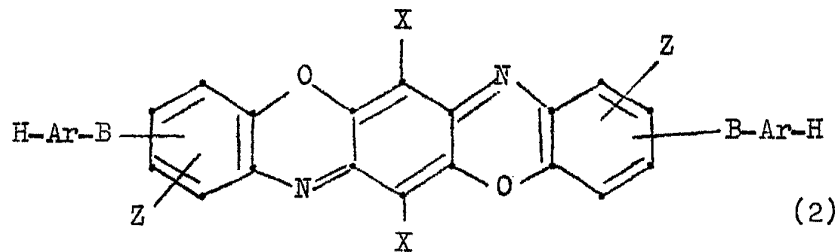
Por radicales arilénicos se entienden aquí



- sobre todo los radicales de la serie bencénica, naftalínica o difenólica. El símbolo Ar designa pues radicales como alfa- o beta-naftileno, difenileno y de preferencia radicales fenilénicos, eventualmente substituidos. A título de substituyentes de estos último cabe señalar los radicales alquílicos de peso molecular bajo, cicloalquilo (en particular ciclohexilo y metilciclohexilo), aralquilo (en particular bencilo), fenilo y asimismo los átomos de halógeno. Se designan como "de peso molecular bajo" los radicales con 1 a 4 átomos de C, y el concepto de "átomos de halógeno" comprende aquí el flúor y en particular el cloro y el bromo.

Los nuevos colorantes se preparan según este invento sulfonando un compuesto de la fórmula

15.



20.

Como agentes sulfonantes se emplean el óleum o el ácido sulfúrico concentrado (de preferencia, monohidrato de ácido sulfúrico). La reacción se efectúa por lo general a temperatura de 10 a 30° C, y con preferencia alrededor de la temperatura del ambiente. Es conveniente

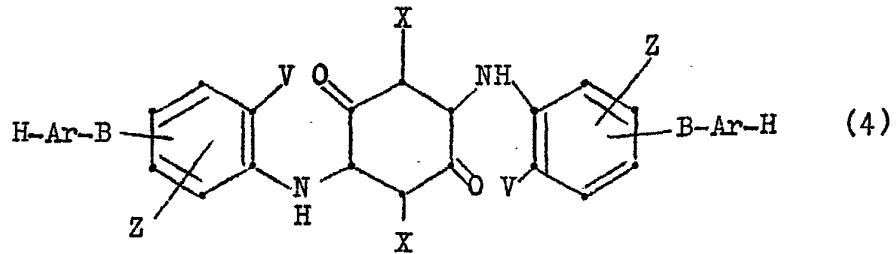
25.

aislar los colorantes en forma de sus sales, especialmente de sus sales alcalinas.

Los compuestos de partida de la fórmula (2) se obtienen de manera conocida si se somete una 2,5-di-



arilaminobenzoquinona de la fórmula



en la que

V significa hidrógeno, alcoxilo, aralcoxilo, alquilmercapto, ariloxilo, aralquilmercapto o arilmercapto y

10. X, Z, B y Ar tienen el mismo significado que se les ha atribuido antes,

a un cierre de anillo que conduzca a dioxacinas.

A causa de su buena asequibilidad, se prefieren los colorantes en los que los símbolos X, Z, B y

15. Ar tienen los significados siguientes:

X: átomo de cloro

Z: átomo de hidrógeno

B: átomo de oxígeno

Ar: radical fenílico, eventualmente

20. substituido por alquilo de peso molecular bajo y particularmente por metilo.

Los nuevos colorantes dioxacínicos se prestan para teñir y estampar los más diversos materiales, sobre

25. todo materiales de poliamida natural o en particular sintética, como lana, seda, cuero y principalmente



nilón, lo mismo que fibras artificiales a base de caseína o poliuretanos.

5. Especialmente sobre las poliamidas sintéticas, se obtienen con los nuevos colorantes matices brillantes, fluorescentes y de colorido intenso, en particular tonos anaranjados hasta rojos, que no pueden conseguirse con los colorantes azoicos. Se prestan especialmente para tinturas de combinación. Así, por combinación con otros colorantes, por ejemplo con un amarillo no fluorescentes, puede lograrse un anaranjado fluorescentes.
- 10.

15. Estos colorantes tienen propiedades de solidez generalmente buenas, tales como solidez a la luz, al frote, al decatizado y a la carbonización, pero sobre todo altas propiedades de resistencia a la humedad (solidez al lavado, al agua, al agua de mar, a los álcalis y al sudor). Cabe destacar el alto grado de extracción y el buen poder de igualación en las tinturas sobre poliamida. También puede lograrse en particular un buen cubrimiento del barrado sobre la poliamida sintética. Los nuevos colorantes tienen buena estabilidad. Sirven también para la tintorería a temperatura alta y para la tinción diferencial en la tintorería de alfombras y tapices.
- 20.

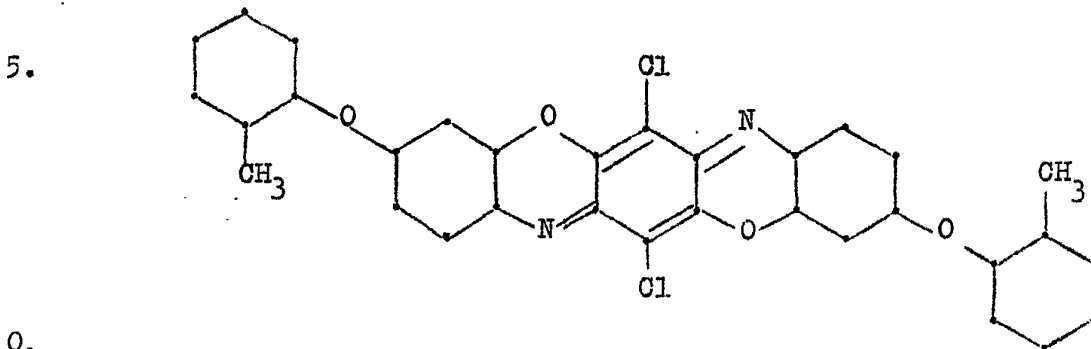
25. En los ejemplos que siguen, en tanto no se haga constar otra cosa, las partes significan partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso; las temperaturas están expresadas en grados centígrados. La relación entre parte en peso y volúmenes es la misma que entre el gramo y el centímetro cúbico.



FEB. 1975

EJEMPLO 1

A temperatura de 20-22º se depositan 20 partes del compuesto de la fórmula

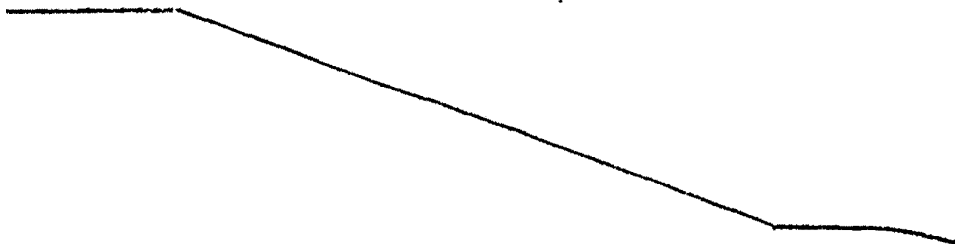


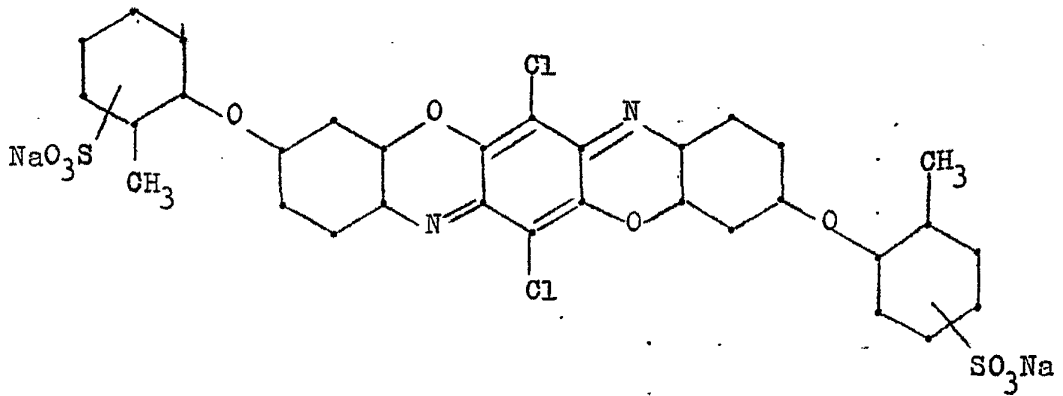
en 180 partes de monohidrato de ácido sulfúrico y a continuación se agita durante 4 horas a la misma temperatura la solución azul verdosa obtenida. Luego se vierte la solución en una mezcla de 300 partes de hielo y 200 volúmenes de solución de sal común al 25 %. Se separa por filtración el colorante precipitado y se lava la torta del filtro de succión dos veces con solución al 5 % de cloruro sódico. Se recoge el filtrado en 250 volúmenes de agua y se ajusta el pH de la suspensión a 7 por adición de lejía diluida de sosa cáustica, con lo que al final se obtiene una precipitación de la sal sódica del colorante. Se filtra y se seca en vacío a 70º.

15.

20.

El colorante obtenido de la fórmula





10. tiñe la poliamida sintética, en baño débilmente ácido, con tonos rojoamarillentos muy brillantes. Las tinturas tienen buena solidez a la humedad y se distinguen por intensa fluorescencia.

15. Si procediendo en lo demás de la misma manera se emplean, en lugar del compuesto dioxacínico indicado al principio, cantidades equivalentes de las dioxacinas reseñadas en la Tabla 1 que sigue, se obtienen colorantes con propiedades semejantes.

Tabla 1

	compuestos dioxacínicos	Matiz sobre poliamida
20.		rojo
25.		



Tabla I (continuación)

	compuestos dioxacínicos	Mátiz sobre poliamida
5.		rojo azulado
10.		rojo amarillento
15.		rojo
20.		rojo azulado
25.		rojo amarillento
		rojo



Tabla I (continuación)

	compuestos dioxacénicos	Mátiz sobre poliamida
5.		rojo azulado
10.		rojo amarillento
15.		rojo
20.		rojo azulado
25.		rojo amarillento
		rojo amarillento



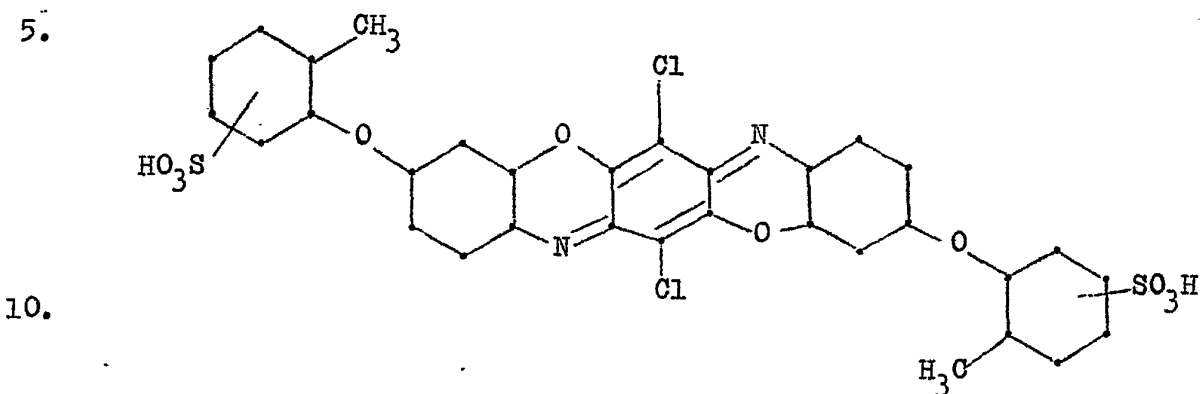
Tabla I (continuación)

	compuestos dioxacínicos	Mátiz sobre poliamida
5.		rojo amarillento
10.		rojo amarillento
15.		rojo amarillento
20.		rojo amarillento
25.		rojo azulado
		rojo



EJEMPLO 2

A una solución caliente a 40° que contiene en 5000 volúmenes de agua 1,0 parte del colorante de la fórmula



15.

20.

25.

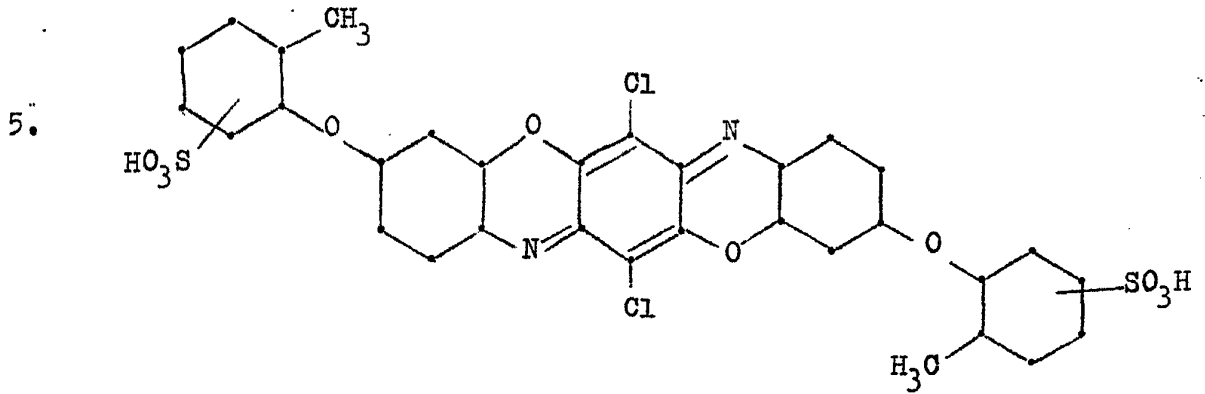
y 2,0 partes de un agente auxiliar tintóreo (mezcla de sulfonato de éter dodecildifenílico y el producto de adición de 20 moles de óxido de etileno a estearilamina, cauterizado con sulfato de dimetilo, en la relación de mezcla de 10:1) y que se ha ajustado a pH 5,0 con acetato sódico de ácido acético se añaden 100 partes de una malla de poliamida texturizada 6,6. Mientras se mueve constantemente el baño tintóreo, se le calienta en el curso de 45 minutos hasta ebullición y se tinte durante una hora a la temperatura de ebullición. Luego se enjuaga a fondo con agua fría el género teñido y se le seca. Se obtiene una tintura roja escarlata, de igualdad perfecta y que muestra muy buenas propiedades de resistencia a la humedad.

EJEMPLO 3

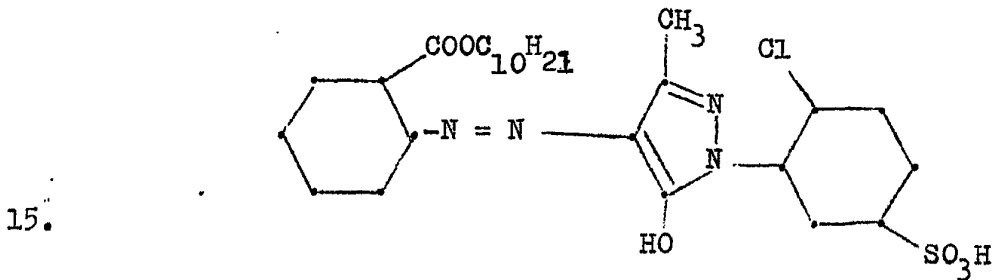
En una solución caliente a 40° que contiene



en 5000 volúmenes de agua 0,40 partes del colorante de la fórmula



10. 1,10 partes del colorante azoico amarillo de la fórmula



20. y 2,0 partes de un agente auxiliar tintóreo (mezcla de sulfonato de éter dedecildifenílico y el producto de adición de 20 moles de óxido de etileno a estearilamina, cuaternizado con sulfato de dimetilo, en la relación de mezcla de 10:1) y que se ha ajustado a pH 5,0 con acetato sódico de ácido acético, se depositan 100 partes de una malla de poliamida 6,6 texturizada. Mientras se remueve constantemente el baño tintóreo, se le calienta en el curso de 45 minutos hasta ebullición y se tiñe a temperatura de ebullición durante una hora. En el curso del proceso tintóreo se observa desde el principio el mismo matiz anaranjado de la tintura que se obtiene al

25.

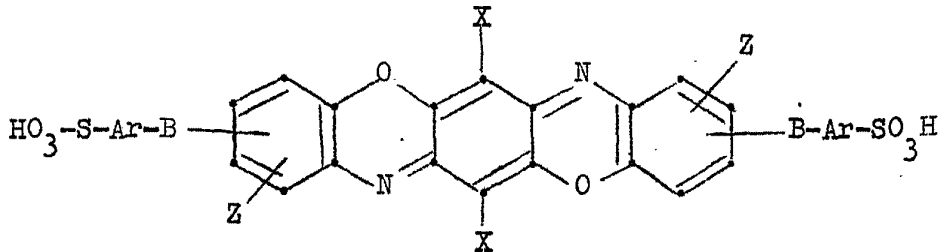


final. Se enjuaga luego a fondo con agua fría el género teñido y se le seca. Se obtiene una tintura anaranjada de igualdad perfecta y que presenta muy buenas propiedades de resistencia a la humedad,

N O T A

5. Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente suiza nº 2152/74 del 15 de Febrero de 1974.

10. 1. Procedimiento para la preparación de nuevos colorantes dioxacínicos, de la fórmula



en la que

X es cloro o bromo,

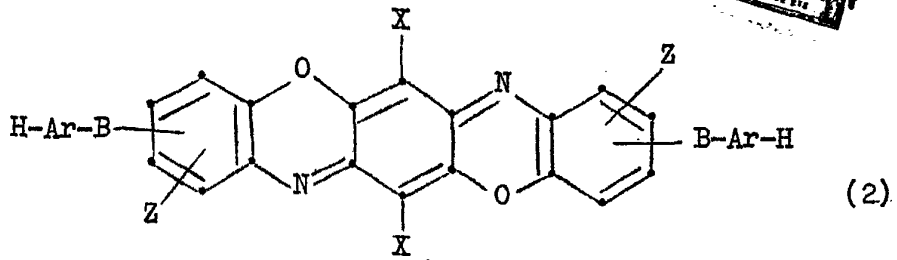
Z es hidrógeno, cloro o bromo,

20. B es un átomo de oxígeno y

Ar es un radical arilénico,

caracterizado por hacerse reaccionar un compuesto de la fórmula

43 4 7 1 4 4 F



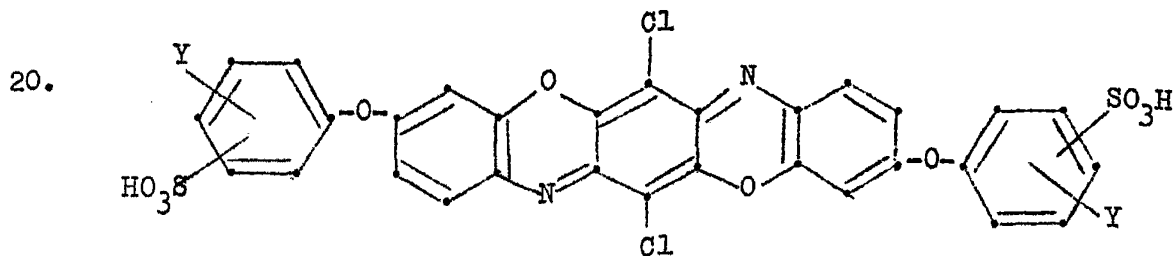
5. con un agente sulfonante.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por partirse de compuestos de la fórmula (2) en los que Ar es un radical fenílico, eventualmente sustituido.

10. 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por partirse de compuestos de la fórmula (2) en los que X es un átomo de cloro.

4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por partirse de compuestos de la fórmula (2) en los que Z es hidrógeno.

15. 5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por partirse especialmente de compuestos de la fórmula (2) con la estructura



en la que .



Y es un radical alquílico de peso molecular bajo o hidrógeno.

6. Procedimiento para la preparación de nuevos colorantes dioxacínicos.

5. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 14 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara,

Madrid, a 14 de Febrero de 1974
p.a.

JAIME ISEFN
P. P.

Firmado: JOSE L. MORA