

138-282



CASE 1-9436

Int. Cl. C09B // D06P

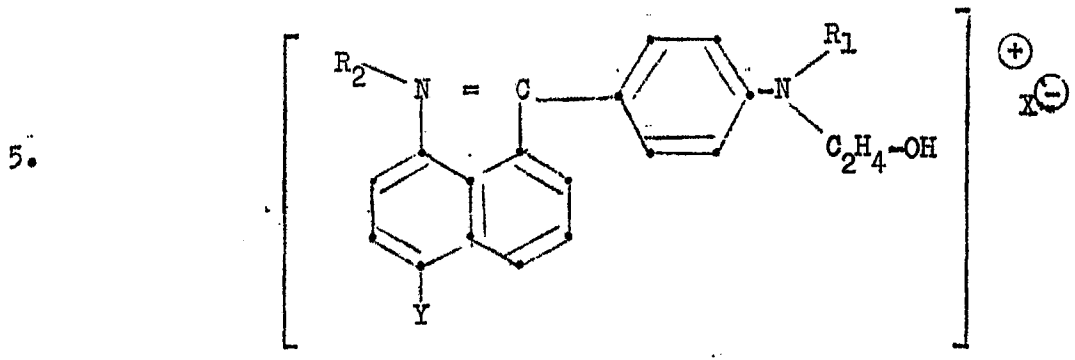
PATENTE DE INVENCION

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

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a nuevos y valiosos colorantes básicos de naftolactama, azules y de la fórmula



10. en la que

Y significa un átomo de halógeno, R1 y R2 significa cada uno un radical alquílico de peso molecular bajo, eventualmente subs-

POOR QUALITY



tituido, o un radical aralquílico

y

X⁻ significa un anión.

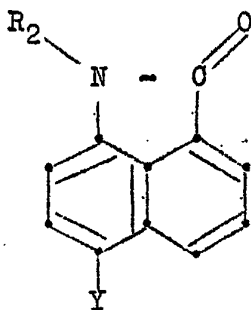
Con la expresión "de peso molecular bajo" se

5. designan aquí radicales con 1 a 4 átomos de C. R₁ y R₂ son pues, por ejemplo, un radical de metilo, etilo, propilo o butilo, y estos dos últimos pueden ser de cadena lineal o ramificada. En calidad de substituyentes estos radicales pueden contener, por ejemplo, un grupo
10. de hidroxilo, de alcoxilo de peso molecular bajo o de ciano o átomos de halógeno. R₁ y R₂ pueden además significar todavía el grupo bencílico y el fenotílicos.

15. De preferencia R₁ es un radical alquílico insubstituido (en particular, etilo) o un radical hidroxialquílico (por ejemplo, hidroxietilo). R₂ es preferentemente un radical alquílico insubstituido (en particular, metilo o etilo) o un radical bencílico. Y es un átomo de cloro o, de preferencia, un átomo de bromo.

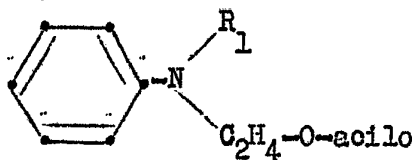
20. Los nuevos colorantes se preparan haciendo reaccionar una naftolactama de la fórmula

25.



con una anilina de la fórmula

7 JUN. 1953



5. en presencia de un agente de condensación, e hidrolizando a continuación el grupo aciloxílico.

El grupo acílico tiene la misión de proteger el grupo hidroxílico durante la condensación. En calidad de radicales acílicos se utilizan para ello predominantemente radicales alcanofílicos de peso molecular bajo, en particular acetilo.

10.

A título de agentes de condensación entran en cuenta, por ejemplo, los reactivos desdobladores de agua siguientes: haluros de ácido fosfórico, como el oxiclорuro de fósforo, el oxibromuro de fósforo, el pentacloruro de fósforo y el tricloruro de fósforo, lo mismo que el cloruro de sulfurilo, el cloruro de tionilo, el cloruro de zinc, el cloruro de aluminio, etc. También pueden emplearse mezclas de estos compuestos.

15.

20.

La reacción se realiza con calentamiento, por lo general a temperatura de 50 a 150°C. No son necesarios disolventes, pero si se quiere puede diluirse la mezcla reaccional con un disolvente orgánico inerte; por ejemplo, con un hidrocarburo clorado, como el tetracloetano o el clorobenceno.

25.

X⁻ puede ser el anión de ácidos fuertes; por ejemplo, cloruro, bromuro, yoduro, nitrato, sulfato (en particular, hidrosulfato) y fosfato (en particular, dihidrofosfato). Pero también entran en consideración

77 JUL 19



- aniones de ácidos orgánicos, con lo cual se comprenden los sulfonatos y carbonatos de arilo y alquilo (en particular, el sulfonato de benceno) y sus derivados sustituidos con nitro, cloro, bromo, grupos de alquilo de C_1 a C_4 y grupos de alcoxilo de C_1 a C_4 , sulfatos de alquilo de C_1 - C_4 , aniones de ácidos carboxílicos alifáticos con 1 a 4 átomos de C y benzoatos, cuyo anillo bencénico puede llevar substituyentes, como en el caso de los sulfonatos de benceno. Tienen importancia especial
5. los aniones de los semiésteros de ácido alquilsulfúrico de peso molecular bajo, o sea que contienen de 1 a 4 átomos de C. Por otra parte, los colorantes pueden hallarse en forma de sales dobles con haluros de metales pesados, en particular con haluros de zinc y de cadmio.
10. Ejemplos de tales aniones son: el sulfonato de benceno, el sulfonato de p-tolueno, el sulfonato de p-metoxibenceno, el sulfonato de metano, el sulfonato de etano, el formiato, el acetato, el cloroacetato, el propionato, el lactato, el tartrato, el benzoato, el benzoato de metilo, el sulfato de metilo, el sulfato de etilo, $ZnCl_3^-$, $CdCl_3^-$, el carbonato y el bicarbonato.

15. Los colorantes y las sales de colorantes conformes a este invento sirven para teñir y estampar las más diversas fibras totalmente sintéticas, como,
20. por ejemplo, fibras de cloruro de polivinilo, de poliamida o de poliuretano, fibras a base de poliésteres de ácidos dicarboxílicos aromáticos (como, por ejemplo, fibras de tereftalato de polietilenglicol) y sobre todo fibras de poliéster y de poliamida modificadas aniónicamente, pero
- 25.



en especial polimerizados y polimerizados mixtos a base de acrilonitrilo y dicianetileno asimétricos. Asimismo son aptos para teñir en la hilatura dichos materiales.

- Por fibras de poliacrilonitrilo se entienden
5. sobre todo polímeros que contienen más del 80 % (por ejemplo, de 80 a 95%) de acrilonitrilo; suplementariamente contienen de 5 a 20% de acetato de vinilo, vinilpiridina, cloruro de vinilo, cloruro de vinilideno, ácido acrílico, ésteres de ácido acrílico, ácido metacrílico, ésteres de ácido metacrílico, etc.

10. Los nuevos colorantes dan matices azules brillantes y de colorido intenso. Se distinguen sobre todo por una solidez a la luz asombrosamente alta. Tienen además buena resistencia al lavado, al sudor, a la sublimación, al decatizado, al frote, a la carbonización, al agua, al agua de mar, al agua clorada, a la sobrotinción y a los disolventes, así como buena estabilidad
15. en un gran campo de pH. Los colorantes azules de naftolactama comparables que se hallan en el comercio o ya conocidos por otros aspectos presentan siempre una
20. afinidad muy alta para las fibras de poliacrilo, por lo cual impiden la pronsión de los otros colorantes, normalmente colorantes catiónicos menos afines, lo que dificulta mucho la realización de tinciones de combinación. En
25. cambio, los colorantes de este invento se comportan mucho más favorablemente y son combinables con la mayoría de los colorantes catiónicos.

Los nuevos colorante son aptos también para teñir mezclas de los materiales citados antes con lana,



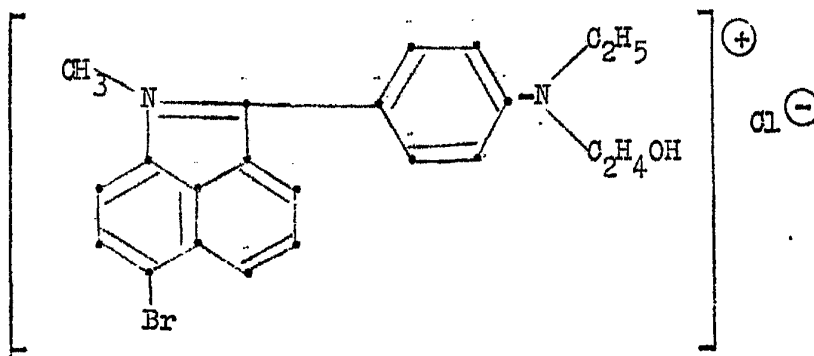
on cuyo caso la porción de lana apenas queda teñida. Por otra parte, se los puede emplear para teñir y estampar papel y algodón mordentado, así como para la preparación de tintas y colores al óleo.

5. En los ejemplos que siguen, las partes significan partes en peso y los porcentajes porcentajes en peso; las temperaturas están expresadas en grados centígrados. La relación entre partes en peso y volúmenes es la misma que entre el gramo y el centímetro cúbico.

10. EJEMPLO 1

Se introducen en 6,1 partes de oxitricloruro de fósforo 5,2 partes de N-metil-4-bromonaftolactama, 4,1 partes de N-etil-N-acetoxietilanilina y 0,3 partes de cloruro de zinc anhidro. Con buena agitación, se calienta la mezcla reaccional hasta 80° y se la mantiene a esta temperatura durante 16 horas. Luego se instilan a 85°, cuidadosamente, 10 volúmenes de ácido clorhídrico al 17% y se diluye con agua hasta 100 volúmenes. A continuación se neutraliza la solución de colorante con 100 volúmenes de lejía concentrada de sosa cáustica y se enfría. Se precipita entonces el colorante de la fórmula

25.

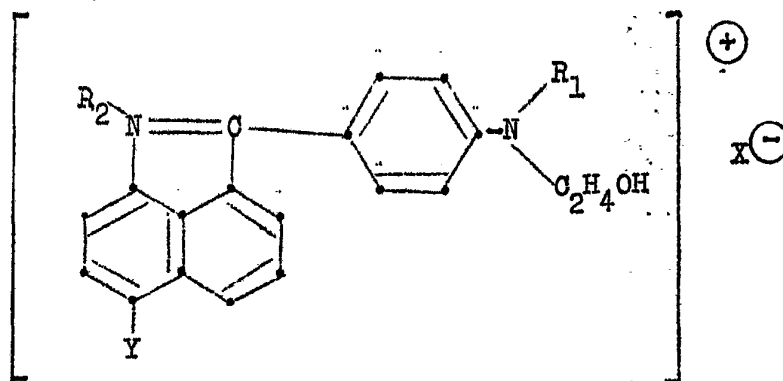




5. Se filtra éste, se lo lava con salmuera y se lo seca en vacío. Tifondo con él en baño acidulado con ácido acético, se obtiene sobre el poliacrilonitrilo una tintura azul brillante y de colorido intenso, que es extraordinariamente resistente a la luz y al decatizado.

De manera análoga pueden prepararse los colorantes siguientes, que dan igualmente tinturas azules sobre el poliacrilonitrilo:

10.



15.

20.

25.

Nº	R ₂	R ₁	Y
2	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	Br
3	-CH ₃	-C ₂ H ₄ OH	Br
4	-C ₂ H ₅	- "	Br
5	-C ₂ H ₅	-C ₂ H ₅	Cl
6	-CH ₃	- "	Cl
7	-CH ₃	-CH ₃	Br
8	- "	-C ₂ H ₄ CN	- "
9	- "	-C ₂ H ₄ OCH ₃	- "
10	- "	-C ₂ H ₄ Cl	- "



Proscripción tintórea I

5. Se disuelven en 2000 partes de agua 1 parte del colorante obtenido según el Ejemplo 1, con adición de 4 partes de ácido acético al 40%, 1 parte de acetato sódico cristalizado y 10 partes de sulfato sódico anhidro. Se introducen en este baño tintóreo, a 60°, 100 partes de hilo seco de hobra de poliacrilonitrilo, se aumenta la temperatura en el curso de media hora hasta 100° y se tiñe durante una hora a temperatura de ebullición. Luego se enjuaga bien la tintura y se la seca.

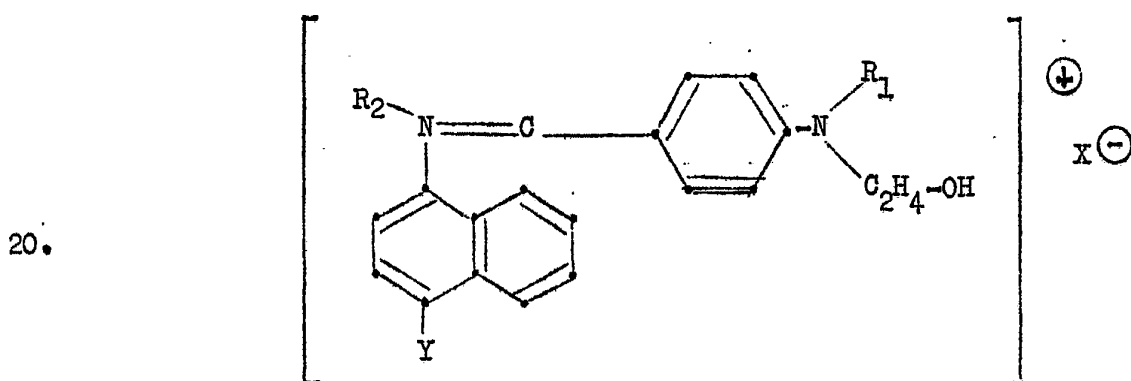
10.

- . -

N O T A

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 7806/74 del 7 de Junio de 1974.

15. 1. Procedimiento para la preparación de colorantes naftolactámicos, de la fórmula general



en la que

25. Y es un átomo de halógeno,

Bej



R₁ y R₂ son cada uno un radical alquílico de peso molecular bajo, eventualmente sustituido, o un radical aralquílico

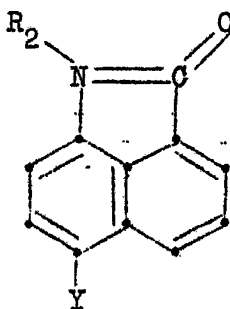
y

5.

X[⊖] significa un anión,

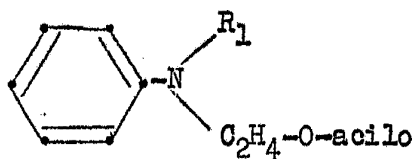
aptos para teñir y estampar materiales de poliacrilonitrilo, caracterizado por hacerse reaccionar un compuesto de naftolactama de la fórmula

10.



15.

con una anilina de la fórmula



20.

en presencia de un agente de condensación, y a continuación hidrolizarse el grupo aciloxílico.

25.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en una forma más selectiva de realización por condensarse una naftolactama de la fórmula indicada en la que R₂ significa un radical alquílico de peso molecular bajo o bencilo con una anilina en la que R₁



significa un radical alquílico o hidroxialquílico de peso molecular bajo.

5. 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por que, en una forma de realización preferente, se parte de una naftolactama en la que Y es un átomo de bromo.

10. 4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado, en una realización particular, por condensarse N-etil- o N-til-4-bromo-naftolactama con N-etil-N-(beta-acetoxi-til)-anilina.

5. Procedimiento para la preparación de colorantes naftolactámicos.

15. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 10 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 7 de Junio de 1975

p.a.

JAI ME IBERN

p. p.

Firmado: JOSE L. MORA

[Handwritten mark]