



209409

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 PARA SEDA ARTIFICIAL AL ACETATO", a favor de la razón social suiza CIBA, Soci t  Anonyme, domiciliada en Basilea (Suiza).

209409

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invenci n se refiere a un procedimiento para la preparaci n de colorantes para seda artificial al acetato.

Se ha encontrado que pueden prepararse valiosos colorantes para seda artificial al acetato, de modo particularmente sencillo y conveniente, si se hace reaccionar amon aco con 1,4-dioxiantraquinona, en presencia de un leucocompuesto de una antraquinona que est  substituida en posici n 1 y 4 por sendos grupos oxi o grupos amino, simult neamente con una amina alif tica, oxidando seguidamente los leucocompuestos existentes en la mezcla asi obtenida.

Como leucocompuestos de la clase indicada pueden utilizarse, por ejemplo, el leucocompuesto de la 1,4-dioxiantraquinona, de la 1,4-diaminoantraquina, o de la 1-oxi-4-aminoantraquinona.

Entre las aminas alif ticas proporcionan buenos resultados, an-

209409

20



posición con amoníaco y, eventualmente con la alquilamina. Como reductores entran en consideración, por ejemplo, polvo de cinc o hidrosulfito sódico.

Las transposiciones del presente procedimiento se efectúan convenientemente en medio acuoso y en presencia de un disolvente orgánico, hidrosoluble, como por ejemplo metanol o etanol. Una temperatura reaccional moderadamente aumentada, por ejemplo de 60 a 120° garantiza, en general, un transcurso sin dificultad de las reacciones del presente procedimiento.

5. La transposición con amoníaco y una amina alifática se lleva a cabo, convenientemente, en recipiente cerrado y bajo presión. Es de suponer que en esta operación se substituyen en el leucocompuesto, primero, los grupos oxi por grupos amino y grupos alquilamino, o respectivamente, los grupos amino por grupos alquilamino; los leucocompuestos así formados, substituidos en posición 1 y/o 4 por grupos amino o, respectivamente, grupos alquilamino, entonces son aptos para transformar, evidentemente, por reducción la 1,4-dioxiantraquinona en leucocompuesto, en cuya operación ellos mismos son transformados por oxidación en las antraquinonas respectivas. De este modo ambas reacciones tienen lugar probablemente de modo paralelo hasta que se ha consumido prácticamente toda la 1,4-dioxiantraquinona. Finalmente se obtiene una mezcla de 1,4-diaminoantraquinona, 1,4-dialquilaminoantraquinona, y 1-amino-4-alquilaminoantraquinona, así como de los leucocompuestos de tales materias.
- 10.
- 15.
- 20;
- 25.

Despues de efectuada la transposición con el amoníaco y la amina alifática, los leucocompuestos han de ser oxidados, lo cual tiene lugar, ventajosamente, sin segregación intermedia. Al efecto pueden utilizarse los oxidantes usuales para tales oxidaciones, como por ejemplo, cloratos alcalinos, o aire, bajo adi-

30.

209409



ción de acetato de cobre y/o piperidina. Resulta particularmente ventajoso el ácido 3-nitrobenzol-1-sulfónico que es empleado, convenientemente, en forma de una sal alcalina.

5. Los productos obtenibles de acuerdo con el presente procedimiento son valiosos colorantes, en parte nuevos, que pueden ser utilizados para el teñido de diversos materiales. Son apropiados ante todo, para teñir ésteres celulósicos como la seda artificial al acetato u hojas de acetato de celulosa, así como de fibras sintéticas, por ejemplo las de superpoliamidas, o superpoliuretanos.

10. Los colorantes se distinguen con esta utilización, en general, por su rendimiento particularmente bueno. Eventualmente los productos obtenibles según el presente procedimiento pueden servir, asimismo, como productos intermedios, por ejemplo para la preparación de colorantes de tina a base de antraquinona.

15. En los siguientes ejemplos las partes significan, en tanto que no se observe otra cosa, partes en peso, los tantos por ciento porcentajes en peso y las temperaturas estan indicadas en grados Celsius.

EJEMPLO 1º

20. 80 partes de 1,4-dioxiantraquinona y 25 partes de leuco91, 4-dioxiantraquinona son calentadas en 400 partes de metanol con 30,5 partes de beta-oxietilamina y 90 partes de amoníaco acuoso al 25 por ciento en autoclave agitador, primero, durante 5 horas a 60° y, luego durante 12 horas a 100°. Seguidamente se adiciona una solución de 10,5 partes de 3-nitrobenzol-1-sulfonato sódico en 150 partes de agua y se mantiene el conjunto durante 4 horas más a 100°. Después del enfriamiento se filtra y el residuo es lavado con agua. El colorante, así obtenido tiñe, según los procedimientos de dispersión usuales, la seda artificial al acetato en tonos de un violeta azulado muy intenso.

25.

30.

209409

20



En lugar de beta-oxietilamina se puede utilizar, asimismo, gamma-oxipropilamina, o beta gamma-dioxipropilamina.

EJEMPLO 2º

5. 80 partes de 1,4-dioxiantraquinona y 25 partes de leuco-1,4-dioxiantraquinona son calentadas en 400 partes de metanol con 36,2 partes de isopropilamina y 112,5 partes de amoníaco acuoso al 25 por ciento en un autoclave agitador, primero 5 horas a 60° y luego durante 12 horas a 100°. Seguidamente el colorante es oxidado y aislado según las indicaciones del ejemplo 1. El colorante obtenido de este modo tiñe la seda artificial al acetato en tonos algo más rojos que el colorante obtenible según las indicaciones del ejemplo 1º, párrafo 1º.

EJEMPLO 3º

15. 80 partes de 1,4-dioxiantraquinona y 25 partes de leuco-1,4-dioxiantraquinona son calentadas en 400 partes de metanol con 16 partes de metilamina y 112,5 partes de amoníaco acuoso al 25 por ciento en autoclave durante 5 horas a 60° y luego 12 horas a 100°. Entonces se oxida y aísla el colorante como en el ejemplo 1º. Tiñe la seda artificial al acetato en tonos violeta que tiran considerablemente más al azul que el colorante obtenible según el primer párrafo del ejemplo 1º;

20. Se obtienen colorantes similares, si se utiliza, en vez de metilamina, etilamina, n-propilamina, o n-butilamina.

EJEMPLO 4º

25. Se procede como en el ejemplo 3º, párrafo 1º, pero se emplea en vez de 16 partes sólo 10 partes de metilamina, obteniendo de esta manera un colorante que tiñe la seda artificial al acetato en tonos similares a los obtenidos con el colorante, preparable según el ejemplo 1º, párrafo 1º.

30. Colorantes similares son obtenidos, si se utiliza en lu-

209409 20



gar de 10 partes de metilamina, 15 partes de etilamina, 20 partes de n-propilamina, ó 25 partes de n-butilamina.

EJEMPLO 5º

- 160 partes de 1,4-dioxiantraquinona y 50 partes de leuco-1,4-dioxiantraquinona son calentadas en 800 partes de metanol con 75 partes de butilamina secundaria y 225 partes de solución de amoníaco metilalcohólico al 25 por ciento, en autoclave, 5 horas a 60° y seguidamente durante 12 horas a 100°. Se oxida y aísla como en el ejemplo 1º. El colorante tiñe la seda artificial al acetato en tonos muy similares a los del ejemplo 2º.

EJEMPLO 6º

- 0,5 partes del colorante obtenido según el ejemplo 1º, párrafo 1º, son empastadas del modo usual. A la pasta, al 20% aproximadamente, se adicionan aproximadamente 105 partes de una solución jabonosa, preparada con agua descalcificada, calentada a 60° y 2 g. de jabón por litro, mezclando bien a fondo. Se adiciona toda la mezcla a un baño tintórico de 3000 partes de agua descalcificada que contiene 6 partes de jabón. Seguidamente se introducen 100 partes de seda artificial al acetato a 40°, se hace subir la temperatura paulatinamente a 80° y se tiñe durante una hora a 80°. Seguidamente el género es enjuagado y terminado del modo usual. La seda artificial al acetato queda teñida en tonos de un violeta azulado intenso y sólido.

- La invención, en su esencialidad, puede ser desarrollada en otras variantes que difieran en detalle de la indicada a título de ejemplo y a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, realizarse con los medios y aparatos más adecuados, por quedar todo ello comprendido dentro del espíritu de las reivindicaciones.

NOTA

209409



Hecha la descripción del invento, se hace constar que la presente patente de invención, se acoge a los derechos de prioridad de la solicitud de patente suiza nº 80.362 depositada el día 30 de mayo de 1952, y se reivindican como nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones:

5.

1ª Procedimiento para la preparación de colorantes para seda artificial al acetato, caracterizado porque se hace reaccionar amoníaco con 1,4-dioxiantraquinona, en presencia de un leucocompuesto de una antraquinona que está substituída en posición 1 y 4 por sendos grupos hidroxilo, o grupos amino, simultáneamente con una amina alifática, y que se oxida seguidamente el leucocompuesto contenido en la mezcla así obtenida.

10.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizada porque se utiliza por cada mol de la mezcla que se compone de 1,4-dioxiantraquinona y leucocom^mpuesto, aproximadamente un mol de amina alifática y más de un mol, de preferencia aproximadamente dos a tres moles de amoníaco.

15.

3ª.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque la proporción cuantitativa de 1,4-dioxiantraquinona: leucocompuesto es de a lo menos 1 : 1 y, de preferencia aproximadamente 4 : 1.

20.

4ª.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se produce el leucocompuesto en la misma mezcla reaccional por adición de un agente reductor.

25.

5ª.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3 caracterizado porque se utiliza el leucocompuesto de la 1,4-dioxiantraquinona.



209409

20

6ª.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se utiliza el leucocompuesto de la 1,4-diaminoantraquinona.

5. 7ª.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque las reacciones se llevan a cabo en medio acuoso y en presencia de un disolvente orgánico hidrosoluble.

10. 8ª.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque las reacciones se efectúan a temperaturas moderadamente elevadas, de preferencia entre 60° a 120°, convenientemente, bajo presión.

9ª.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque se utiliza ácido 3-nitrobenzol-1-sulfónico como oxidante, de preferencia, en forma de una sal alcalina .

15. 10ª.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque la oxidación se lleva a cabo sin segregación intermedia.

20. 11ª.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 10 caracterizado porque se utiliza una amina alifática de peso molecular bajo, por ejemplo con 1 a 4 átomos de carbono que puede contener, asimismo grupos de oxi.

12ª.- Procedimiento para la preparación de colorantes para seda artificial al acetato.

25. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 8 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 20 de Mayo de 1953

CIBA SOCIÉTÉ ANONYME

p.a.

JANE ISERN MIRALLÉS

P. E.