



240637

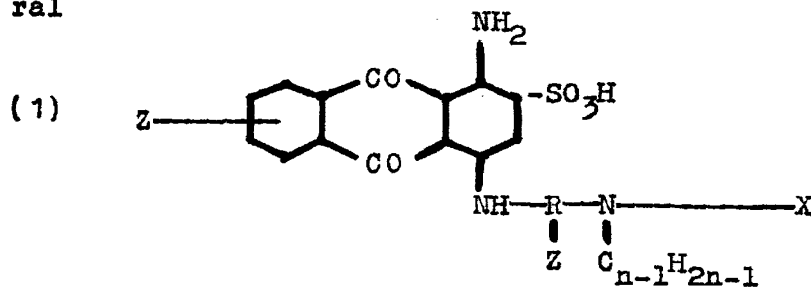
P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE NUEVOS COLORANTES DE ANTRAQUINONA", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME, domiciliada en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a nuevos colorantes de la serie de las antraquinonas que contienen a lo menos dos grupos hidrodisolventes y que corresponden a la fórmula general



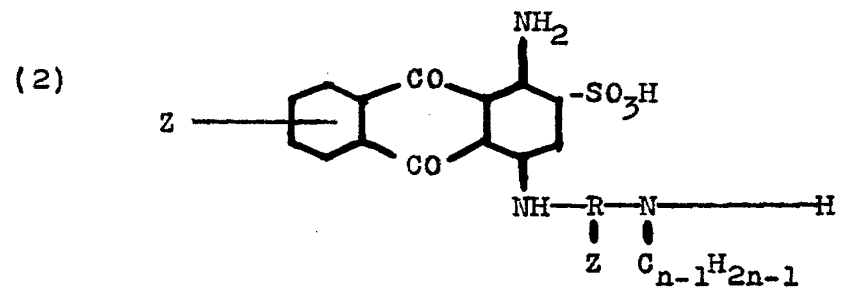
5. en la que significa



11 M
24 637

- n un número entero por valor de a lo sumo 3,
 - R un radical benceno,
 - X un radical propionilo beta-halogenado, una
 - Z un grupo de ácido sulfónico, y la otra
5. Z un átomo de hidrógeno, o un grupo de ácido sulfónico.

Para la preparación de estos colorantes, según el invento, son acilados con anhídridos o halogenuros de ácido propiónico beta-halogenados, colorantes de antraquinona de fórmula



10. en la que n, R y Z tienen la significación indicada al dilucidar la fórmula (1).

15. Como colorantes de antraquinona de la naturaleza indicada entran en consideración para el presente procedimiento como colorantes de partida, preferentemente, aquellos que contienen un grupo NH₂ enlazado en el núcleo bencénico R; este grupo amino se puede encontrar en posición meta, o preferentemente, para con respecto del grupo -NH- y el núcleo bencénico puede presentar sustituyentes ulteriores, como grupos alquilo o un grupo -SO₃H-.

20. Como ejemplos de tales colorantes de antraquinona que en el presente procedimiento pueden ser utilizados como materias de partida, se cita los siguientes:
 ácido 1-amino-4-(4'-aminofenilamino)-antraquinon-2,3'-disulfónico, o bien -2,2'-disulfónico, ácido 1-amino-4-(4'-aminofenil-



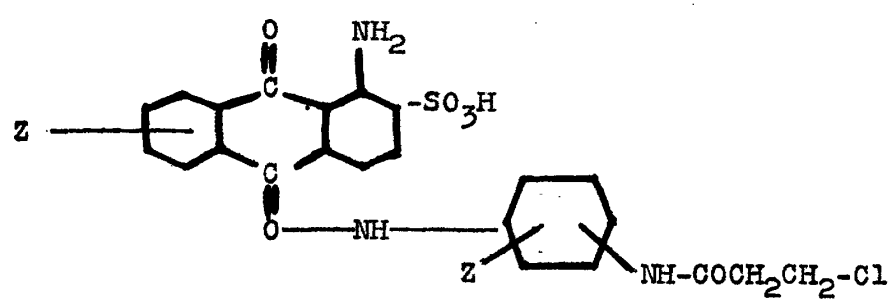
240037

amino)-antraquinon-2,5-, -2,6-, -2,7- o -2,8-disulfónico, ácido 1-amino-4-(4'-aminofenilamino)-antraquinon-2,5,3'-, -2,6,3'-, -2,7,3'- o -2,8,3'-trisulfónico, ácido 1-amino-4-(3'-aminofenilamino)-antraquinon-2,4'-disulfónico.

5. Como anhídridos o halogenuros entran en consideración, por ejemplo anhídrido beta-cloropropiónico y, particularmente, los cloruros del ácido beta-cloro- y beta-bromopropiónico.

10. La acilación según el invento de los colorantes de antraquinona indicados, con estos anhídridos o halogenuros, es llevada a cabo, convenientemente, en presencia de fijadores de ácidos como acetato sódico, hidróxido sódico o carbonato sódico, preferentemente, en medio acuoso. A menudo es ventajoso, aplicar un exceso del medio de acilación utilizado, y llevar a cabo la acilación convenientemente a valores pH de entre 5 y 8.

15. Particularmente valiosos y fácilmente accesibles son los colorantes así obtenidos, de fórmula (1), que corresponden a la constitución,



20. en la que a lo menos una de ambas Z significa un grupo de ácido sulfónico, y la otra un átomo de hidrógeno, o un grupo de ácido sulfónico.

Los productos de la fórmula (1), obtenidos según el procedimiento reseñado son nuevos. Son colorantes valiosos



240637

que resultan apropiados para el tejido y la estampación de los materiales más diversos, particularmente de materiales polihidroxilados de estructura fibrosa, de celulosa natural o regenerada, y de materiales textiles que contienen nitrógeno, como

5. seda, cuero, así como la lana y fibras artificiales sintéticas a base de superpoliamidas y superpoliuretanos.

Los colorantes según la invención pueden ser aplicados a las fibras celulósicas por ejemplo según el método de tinte directa, según el procedimiento de estampación o el llamado

10. procedimiento Pad, y ser fijados en la fibra por tratamiento térmico y alcalino. Con la finalidad de mejorar las solideces, es recomendable someter las coloraciones y estampaciones así obtenidas a un enjuagado a fondo con agua fría y caliente, eventualmente con adición de un agente de efecto dispersante

15. y activador de la difusión. Las coloraciones y estampaciones obtenidas según estos métodos se distinguen por una pureza particular de sus tonos de color, por una muy buena solidez a la luz, y por eminentes solideces a la humedad.

En los ejemplos siguientes, en tanto que no se indique

20. otra cosa, las partes significan partes en peso, los porcentajes tantos por ciento en peso, y las temperaturas están indicadas en grados Celsius.

E J E M P L O 1.

48,9 partes de ácido 1-amino-4-(4'-aminofenilamino)-

25. -antraquinon-2,3'-disulfónico son disueltas en 1000 partes de agua y en suficiente carbonato sódico para que se origine una solución neutra. Esta solución es mezclada a porciones con 26 partes de cloruro de ácido beta-cloropropiónico que son diluidas con 20 partes de tolueno y se neutraliza el ácido

30. mineral que se forma, por adición de una solución al 10%



240637

de carbonato sódico, manteniendo al efecto la temperatura entre 25 y 35°. Después de terminada la condensación el colorante azul es precipitado mediante sal, filtrado y secado. Se disuelve en agua, dando un color azul subido y tinte la lana de baño neutro o ácido en sólidos tonos azules. Sobre el algodón, aplicado según el procedimiento tintóreo Pad (ejemplo 4) son obtenidos tonos azules muy puros. Las coloraciones se distinguen por muy buena solidez a lavado y a la luz.

5.

10.

Se obtiene colorante que tinen el algodón igualmente en muy sólidos tonos azules, si los colorantes siguientes son acilados según el método anterior con cloruro de beta-cloropropionilo:

15.

20.

1. Acido 1-amino-4-(3'-aminofenilamino)-antraquinon-2,4'-disulfónico.
2. Acido 1-amino-4-(4'-aminofenilamino)-antraquinon-2,8,3'-trisulfónico.
3. Acido 1-amino-4-(4'-aminofenilamino)-antraquinon-2,5-disulfónico.
4. Acido 1-amino-4-(4'-aminofenilamino)-antraquinon-2,5,3'-trisulfónico.
5. Acido 1-amino-4-(4'-aminofenilamino)-antraquinon-2,2'-disulfónico.

E J E M P L O 2.

25.

Si en el ejemplo 1 se emplea 30 partes de cloruro de ácido beta-bromopropiónico, en vez de las 26 partes de cloruro de beta-cloropropionilo indicadas, entonces se obtiene un colorante con propiedades enteramente similares que tinte el algodón en tonos azules.

E J E M P L O 3.

30.

Se disuelve 2 partes del colorante obtenible según el



240637

- ejemplo 1 en 4000 partes de agua, se adiciona al baño tintóreo 10 partes de sulfato sódico cristalizado y se introduce a 40-50° 100 partes de lana. Entonces se adiciona 2 partes de ácido acético al 40%, se apura dentro de media hora a ebullición y se tinte durante 3/4 de hora a esta temperatura. Después del enjuagado y secado es obtenida una coloración azul que es muy bien sólida al lavado y abatanado.
- 5.

E J E M P L O 4.

- 2 partes del colorante obtenido según el ejemplo 1 son disueltas en 100 partes de agua.
- 10.

Con esta solución es impregnado a 80° en el foulard un tejido de algodón y se exprime el líquido en exceso de tal modo que el género retiene 75% de su peso en solución de colorante.

15. El género así impregnado es secado, seguidamente impregnado a temperatura ambiente en una solución que contiene 10 g de hidróxido sódico y 300 g de cloruro sódico por litro, exprimido a 75% de absorción de líquido y vaporizado durante 60 segundos a 100-101°. Entonces es enjuagado, tratado en solución al 0,5% de bicarbonato sódico, enjuagado, enjabonado durante un cuarto de hora en una solución al 0,3% de un producto de lavar exento de iones a temperatura de ebullición, enjuagado y secado.
- 20.

- Resulta una coloración azul, fijada a prueba de ebullición. Si se utiliza en vez de un tejido de algodón un tejido de lana celulósica, entonces se obtiene un buen resultado similar.
- 25.

- Si se lleva a cabo la impregnación con la solución de colorante a 30° en lugar de 80° como se ha descrito, entonces se obtiene un buen resultado parecido.
- 30.

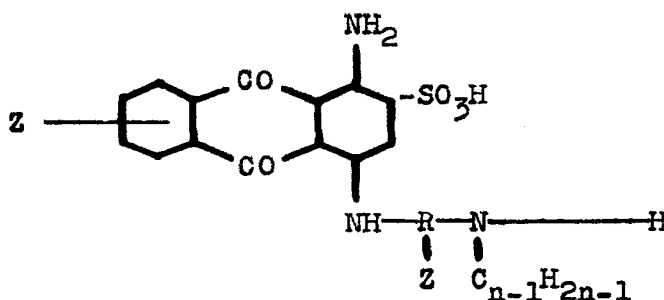


240637

N O T A

Descrito el objeto y utilidad de la invención, se declaran nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad suizas núms. 43.749 del 12 de marzo de 1957 y 55.239 del 29 de enero de 1958, existiendo en ambas unidad de invención:

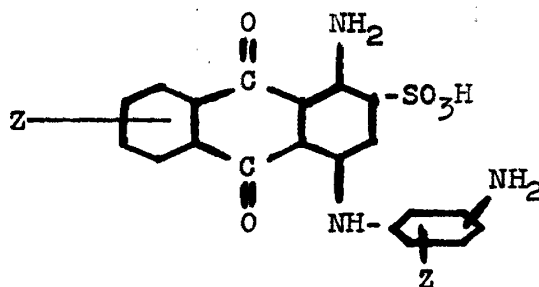
5. 1. Procedimiento para la preparación de nuevos colorantes de antraquinona, caracterizado porque se acila con anhídridos o halogenuros de ácido beta-halogenopropiónico, colorantes de antraquinona de fórmula



en la que significan

10. n un número entero por valor de a lo sumo 3,
R un radical de benceno, una
Z un grupo de ácido sulfónico, y la otra
Z un átomo de hidrógeno, o un grupo de ácido sulfónico.

15. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se parte de colorantes de antraquinona de fórmula

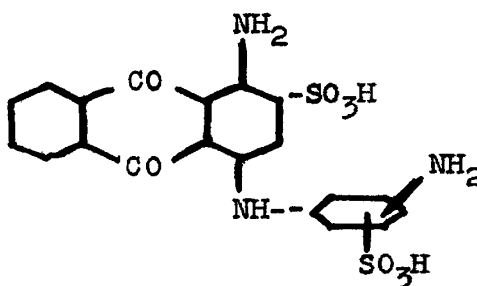


240637

en la que una de las dos Z significa un grupo de ácido sulfónico, y la otra Z un grupo de ácido sulfónico, o un átomo de hidrógeno.

5. 3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se utiliza como medio de acilación el cloruro de ácido beta-cloropropiónico.

4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se utiliza colorante de antraquinona de fórmula



10. 5. Procedimiento para la preparación de nuevos colorantes de antraquinona.

Según se describe y reivindica en la presente memoria la cual consta de ocho hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

15. Madrid, a 11 de marzo de 1.958.

CIBA SOCIETE ANONYME.

p. a.

JAMES ISERN MIRALLES
P. P.

tr:jpt
O/m.m.