

267849



267849

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

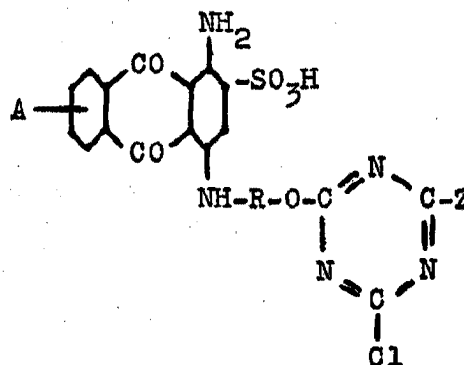
por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES DE ANTRA-
QUINONA", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME, do-
miciliada en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a nuevos, valiosos
colorantes de antraquinona hidrosolubles, que contienen un ra-
dical de triazina halogenado que está enlazado con un núcleo
aromático de la molécula de colorante por un átomo de oxígeno.
5. Se refiere, ante todo, a los colorantes de fórmula general

(1)



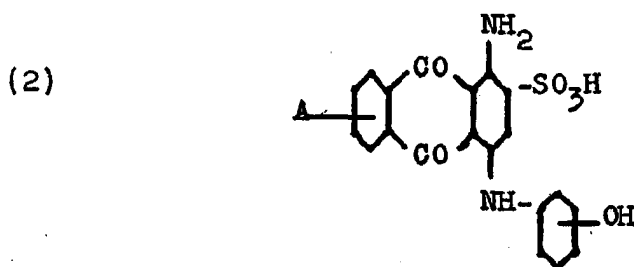
267849



en la que significan A un átomo de hidrógeno o un grupo SO_3H , R un radical naftileno o fenileno, y Z el radical de una amina con o sin carácter de colorante, enlazado por su átomo de nitrógeno, ante todo, de una amina secundaria o el radical de un alcohol o fenol, enlazado por su átomo de oxígeno.

5.

Para la preparación de estos colorantes son transpuestos según la invención los colorantes correspondientes que contienen grupos oxi, por ejemplo los colorantes de fórmula



10.

en la que A significa un átomo de hidrógeno o un grupo de ácido sulfónico, con trihalogeno-1,3,5-triazinas en productos de condensación de diclorotriazina que son convertidos ulteriormente mediante condensación de aminas, alcoholes, o con fenoles en productos de monoclorocondensación.

15.

Como colorantes de antraquinona de la naturaleza indicada entran en consideración para el presente procedimiento como sustancias de partida por ejemplo ácido 1-amino-4-(4'-oxi-fenilamino)-antraquinon-2,3'-disulfónico y, ante todo, el ácido 1-amino-4-(2'-, 3'- o 4'-oxifenilamino)-antraquinon-2-sulfónico.

20.

Las condensaciones con las halogenotriazinas son llevadas a cabo, convenientemente, en presencia de fijadores de ácidos, como acetato, hidróxido, o carbonato sódicos.

Como aminas, alcoholes o fenoles que en el presente procedimiento pueden ser utilizados igualmente como substan-

25.



267849

cias de partida, se citan:

5. Alcohol metílico, etílico, o butílico, fenol, o-, m-, o p-cresol, 4-butilo- secundario-fenol, 4-amilo-terciario-fenol, dialkylfenoles, p-clorofenol, amoniaco, metil-, etil-, isopropil-, butil-, hexil-, metoxietil-amina, beta-oxietilamina, ciclohexil-, fenil-, toli-, 4-clorofenilamina y, ventajosamente, aminas secundarias, como N-metil-, o N-etilani-
lina, dietanolamina, morfolina, piperidina, etil-ciclohexilamina, además ácido o-, m- o p-aminobenzen-sulfónico, o -carboxílico.
- 10.

- Los colorantes productos según el presente procedimiento pueden ser aislados del medio de preparación y ser elaborados en preparados tintóreos secos utilizables. El aislamiento tiene lugar, preferentemente a las temperaturas más bajas posible mediante precipitación por sal y filtración. Los colorantes filtrados pueden ser secados, eventualmente después de la adición de medios de entonación de reacción neutra o muy débilmente alcalina; preferentemente se efectúa el secado a temperaturas no demasiado altas, eventualmente a presión disminuída. Mediante secado por pulverización de toda la mezcla de preparación de los colorantes pueden ser elaboradas preparaciones secas en ciertos casos directamente, es decir sin aislamiento intermedio de los colorantes.
- 15.
- 20.

- Estos nuevos colorantes se prestan para la tintura y estampación de los materiales más diversos, particularmente fibras artificiales sintéticas a base de superpoliamidas o de superpoliuretanos, pero ante todo, de la lana.
- 25.

- Las tinturas obtenibles con los nuevos colorantes sobre la lana de baño débilmente ácido, neutro, o débilmente alcalino, se distinguen por regla general por la pureza de
- 30.



267849

sus tonos de color, por una buena solidez a la luz y, ante todo, por eminentes solideces a la humedad.

En el ejemplo siguiente las partes, en tanto que no se indique otra cosa, significan partes en peso, los porcentajes tantos por ciento en peso, y las temperaturas están indicadas en grados Celsius.

5.

E J E M P L O

410 partes del ácido 4-(3'-oxifenilamino)-1-amino-antraquinon-2-sulfónico son disueltas en 100 partes en volumen de acetona, 1000 partes en volumen de agua y 40 partes en volumen de solución de hidróxido sódico 10-n, y ajustadas con una mezcla de ácido alfa-naftalinsulfónico y ácido sulfúrico al pH 7. La solución obtenida es enfriada a 5° y mezclada bajo buena agitación con una solución de 18,4 partes de cloruro cianúrico en 100 partes de acetona.

10.

15.

La reacción es mantenida continuamente por adición de solución de hidróxido sódico 2-n a pH 7. La temperatura no deberá exceder de 5 a 7°. Después de la adición de unas 45 partes en volumen de solución de hidróxido sódico, es decir al cabo de unos 15 minutos, está terminada la primera condensación y se adiciona 8,7 partes de morfolina. Tan pronto que la reacción se vuelve otra vez ácida es calentado lentamente a 30 - 35°, manteniendo a pH 7 mediante adición de solución de hidróxido sódico 2-n; después de la adición de unas 45 a 48 partes de hidróxido sódico está terminada la condensación después de aproximadamente dos horas.

20.

25.

El colorante es totalmente segregado por adición de cloruro sódico a pH 7,5 - 8, siendo aislado mediante filtración y secado a 60 - 70° al vacío.

30.

Representa un polvo azul oscuro que tiñe la lana de



267849

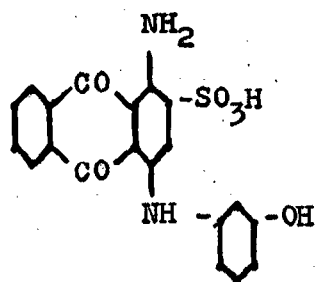
31

baño neutro o débilmente acético en sólidos tonos puros azules que tiran a rojo.

Según la prescripción anterior son obtenidos colorantes similares a base de cloruro cianúrico, los derivados de antraquinona de la columna I de la Tabla siguiente y las aminas relacionadas en la columna II. En la columna III es indicado cada vez el matiz obtenido al teñir la lana de baño que contiene acetato de amonio o ácido acético.

5.

10.



Dietanolamina

azul que tira a rojo

15.

"

N-etilciclohexil
amina

"

"

Anilina

"

"

metilamina

"

"

n-butilamina

"

20.

"

beta-metoxi-
etilamina

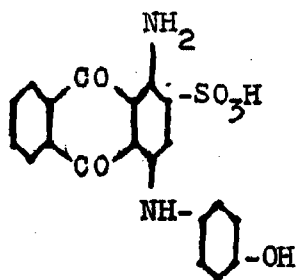
"

"

N-metilanilina

"

25.



N-metilanilina

azul

267849

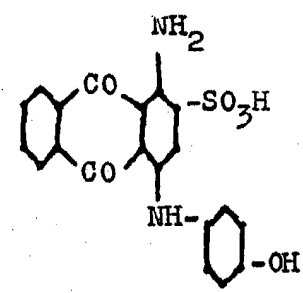
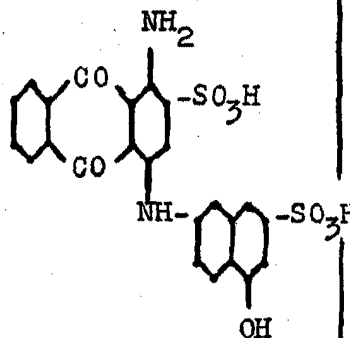
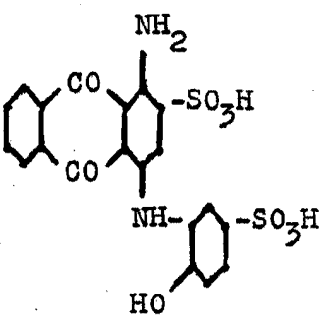
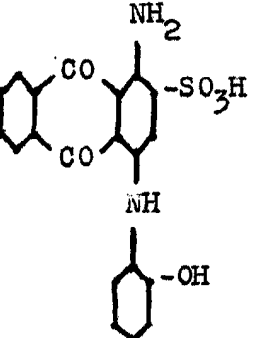


5.

10.

15.

20.

I	II	III
 <p style="text-align: center;">"</p> <p style="text-align: center;">"</p> <p style="text-align: center;">"</p>	<p>etilciclohexil- amina</p> <p>benzoilamina</p> <p>ciclohexilamina</p> <p>anilina</p>	<p>azul</p> <p>"</p> <p>"</p> <p>"</p>
	<p>N-metilanilina</p>	<p>"</p>
	<p>N-metilanilina</p>	<p>azul que ti- ra a rojo</p>
	<p>metilanilina</p>	<p>rojo</p>



267849

I	II	III
<p>5.</p>	<p>fenol</p>	<p>azul que tira a rojo</p>

Prescripción tintórea:

10.

En un baño tintóreo que contiene en 3000 partes de agua 10 partes de sulfato sódico cristalizado, 6 partes de ácido acético al 40% y 2 partes de colorante, se incorpora a 50 - 80° 100 partes de hilo de lana para labores. En el transcurso de media hora el baño es calentado a temperatura de ebullición y entonces se tiñe hirviendo durante una hora. Seguidamente la lana es enjuagada y secada. Se obtiene una tintura uniforme.

15.

La invención, dentro de su esencialidad, puede ser desarrollada en otras formas de realización que difieran en detalle de la indicada a título de ejemplo, 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.

20.

25.

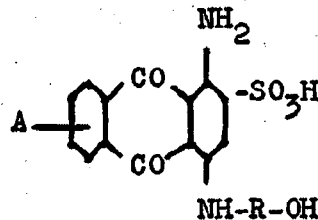


267849

NOTA

Descrito el objeto de la invención se declara nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad suiza nº 6326/60 del 2 de Junio de 1960:

5. 1. Procedimiento para la preparación de colorantes de antraquinona, caracterizado porque se condensa trihalógeno-1,3,5-triazinas, un colorante de antraquinona ácido que presenta un grupo oxi acilable en enlace aromático, y una amina, un alcohol, un fenol en productos de condensación de monohalógenotriazina de la serie de las antraquinonas.
10. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se utiliza colorantes de fórmula



15. en la que significan A un átomo de hidrógeno o un grupo de ácido sulfónico y R un radical de naftalina, o preferentemente, fenileno exento de grupos de ácido sulfónico.
20. 3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se transpone un colorante de la naturaleza indicada con cloruro cianúrico y una amina secundaria sin grupos de ácido sulfónico.
4. Procedimiento para la preparación de colorantes de antraquinona.

267849



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

Madrid, a 31 de Mayo de 1961.

5.

CIBA SOCIETE ANONYME

p. a.

JAMIE ISERN MIRALLES

P.P.

tr: jpt
R/rm.