



282177

Case 4957

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

por "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR ALFA-OXI-BETA-FENILMERCAPTO-  
ANTRAQUINONAS" a favor de la firma suiza CIBA SOCIÉTÉ ANONYME,  
residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a alfa-oxiantraquinonas  
carentes de grupos acuosolubilizantes ácidos y que presentan  
un grupo arilmercapto en una, por lo menos, posición beta  
vecina a un grupo oxi.

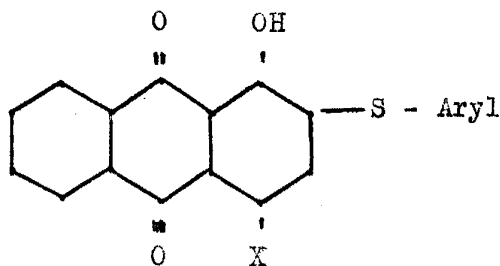
5. Estos colorantes pueden presentar uno o más gru-  
pos oxi situados en alfa y uno o más grupos arilmercapto.  
Además de estos substituyentes, pueden existir aún en el  
núcleo antraquinónico otros substituyentes corrientes en  
los colorantes de dispersión, por ejemplo átomos de halógeno,  
10. grupos amino, acilamino, alcoxi, fenoxi, ciano o de tiocianato.



282177

Particular interés tienen los colorantes de la fórmula

5.



10.

en la que

15.

X significa un átomo de hidrógeno, un grupo alcoxi, ariloxi o arilmercapto, un grupo ciano o, en particular, un grupo oxi y

20.

"arilo" significa por ejemplo un grupo alfa- o beta-naftilmercapto o, en particular, un grupo fenilmercapto, en cuyo caso este último puede presentar todavía sustituyentes en el radical fenilo, por ejemplo átomos de halógeno, grupos de alquilo inferior, oxialquilo, alcoxialquilo, alcoxi, oxi, amino, nitro, ciano o carbalcoxi.

25.

Como ejemplos cabe mencionar los colorantes siguientes:

30.

- la 1-oxi-2-fenilmercaptoantraquinona,
- la 1,4-dioxi-2-fenilmercaptoantraquinona,
- la 1,4-dioxi-2-para-tolilmercaptoantraquinona,

289

5 101 1967



- la 1-oxi-2,4-di-(fenilmercapto)-antraquinona,
- la 1-oxi-4-ciano-2-fenilmercaptoantraquinona,
- la 1-oxi-4-metoxi-2-fenilmercaptoantraquinona,
- la 1,5-dioxi-2,6-difenilmercaptoantraquinona,
- 5. la 1,8-dioxi-2,7-difenilmercaptoantraquinona,
- la 1,5-dioxi-4,8-diamino-2,6-difenilmercaptoantraquinona,
- la 1,8-dioxi-4,5-diamino-2,7-difenilmercaptoantraquinona,
- la 1,5-dioxi-4,6-difenilmercaptoantraquinona y
- la 1,8-dioxi-4,7-difenilmercaptoantraquinona.

10.

Se llega a los colorantes de este invento si se condensan con un arilmercaptano alfa-oxiantraquinonas que contienen, en una, por lo menos, posición beta vecina a un grupo oxi, un substituyente reemplazable por un grupo arilmercaptano, por ejemplo un átomo de halógeno o un grupo nitro o de ácido sulfónico.

15.

Como materiales de partida cabe mencionar las antraquinonas siguientes:

- 20. ácido 1-oxiantraquinon-2-sulfónico,
- 1,4-dioxi-2-bromoantraquinona,
- 1,4-dioxi-2-cloroantraquinona,
- 1,4-dioxi-2-nitroantraquinona,
- ácido 1,4-dioxi-antraquinon-2-sulfónico,
- 25. 1-oxi-2-bromo-4-cianoantraquinona,
- ácido 1,5-dioxiantraquinon-2,6-disulfónico,
- ácido 1,8-dioxiantraquinon-2,7-disulfónico,
- ácido 1,5-dioxi-4,8-diaminoantraquinon-2,6-disulfónico,
- ácido 1,8-dioxi-4,5-diaminoantraquinon-2,7-disulfónico,
- 30. 1,5-dioxi-4,6-dinitroantraquinona y
- 1,8-dioxi-4,7-dinitroantraquinona.





lar después de un empastamiento adecuado, para teñir y estampar fibras artificiales, por ejemplo a base de ésteres de celulosa, poliamidas, poliacrilonitrilo, cloruros de polivinilo y en particular de poliésteres aromáticos, como los tereftalatos de polietileno. Con ellos se obtienen, por los procedimientos corrientes de tinte, por ejemplo en un baño tintóreo que contiene una dispersión del colorante y, de conveniencia, un agente dispersante, a temperaturas cercanas a los 100°, eventualmente con adición de un imbibidor, como por ejemplo el orto-oxidifenilo, o a temperaturas superiores a 100°, con empleo de sobrepresión, tinturas intensas, que se distinguen por buenas propiedades de solidez, y en particular por buena solidez a la luz y a la sublimación.

Los colorantes de este invento sirven también para teñir por el procedimiento llamado Thermosol, según el cual el género que se ha de teñir se impregna con una dispersión acuosa del colorante, que contiene de conveniencia de 1 a 50% de urea y un espesante, en particular el alginato sódico, de preferencia a temperaturas de 60° a lo sumo y luego se exprime como de ordinario. De conveniencia se exprime de modo que el género impregnado retenga en líquido colorante del 50 al 100% de su peso inicial.

Para fijar el colorante, el género así impregnado, de conveniencia después de un secado previo, por ejemplo en una corriente de aire caliente, se calienta a temperaturas superiores a 100°, por ejemplo de 180 a 210°.

Particular interés tiene el procedimiento Thermosol recién mencionado para teñir tejidos mixtos de fibras de poliéster y fibras celulósicas, en particular algodón.

En este caso, el líquido de impregnación contiene,



5. junto a los colorantes que se han de emplear según el invento, colorantes aptos para teñir el algodón, por ejemplo colorantes de tina. Cuando se emplean estos últimos es necesario un tratamiento del tejido fulardeado, después del tratamiento térmico, con una solución alcalinoacuosa de uno de los reactivos corrientes en el tinte en tina.

10. Otra ventaja de los colorantes de este invento consiste en su buena reserva para la lana. Esto los hace particularmente aptos para teñir tejidos mixtos de fibras de poliéster y lana.

En los ejemplos que siguen, las partes significan, en tanto no se indique otra cosa, partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso; las temperaturas se expresan en grados centígrados.

15.

E J E M P L O 1.

20. Se calientan durante 8 a 9 horas a temperatura de ebullición 16 partes de 2-bromoquinizarina en 100 partes de alcohol amílico con 6 partes de tiofenol y 3 partes de sosa. Se diluye con un poco de metanol, se neutraliza, se filtra en frío, se lava con metanol y con agua y se obtiene, con muy buen rendimiento (16,75 partes) la 1,4-dioxi-2-fenilmercaptoentraquinona, que se disuelve en los disolventes orgánicos dando coloración rojo anaranjada y tiñe las fibras de poliéster, en dispersión fina, con tonos escarlatas brillantes, de muy buenas propiedades de solidez.

25. Como material de partida se puede emplear también 2-nitroquinizarina y ácido quinizarin-2-sulfónico. En lugar de actuar en disolventes orgánicos, se puede actuar también en solución acuosa.

30.



5. La preparación de la 2-bromoquinizarina por bromación de quinizarina y la reacción, conforme al procedimiento, con el fenilmercaptano se pueden efectuar también en el mismo recipiente, sin aislamiento del producto intermedio.

E J E M P L O 2.

10. En un molino de rodillos se muele 1 parte de una pasta acuosa de 1,4-dioxi-2-fenilmercapto-antraquinona con 1 parte aproximadamente de lejía residual sulfúrica de celulosa, seca, hasta formar una pasta fina con un contenido de colorante del 10% aproximadamente.

15. 100 partes de material en fibra de tereftalato de polietileno se purifican previamente, durante media hora, en un baño que contiene, por 1000 partes de agua, 1 a 2 partes de la sal sódica del ácido n-bencil-mu-heptadecil-bencimidazol-disulfónico y 1 parte de solución acuosa concentrada de amoníaco. A continuación se introduce el material en un baño tintóreo de 3000 partes de agua, en el que se ha dispersado la pasta colorante obtenida según el párrafo 1 con adición de 54 partes de sal sódica del ácido N-bencil-mu-heptadecil-bencimidazol-disulfónico. El conjunto se calienta a 120° en un recipiente de presión y luego se mantiene durante una 1/2 hora a dicha temperatura. Seguidamente se enjuaga bien y, si es preciso, se lava durante 1/2 hora, a temperatura de 60 a 80°, con una solución que contiene por 1000 partes de agua 1 parte de sal sódica del ácido N-bencil-mu-heptadecil-bencimidazol-disulfónico. Se obtiene una tintura escarlata brillante, de buenas propiedades de solidez.
- 20.
- 25.
- 30.



N O T A

177

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 12843/61 del 6 de Noviembre de 1.961.

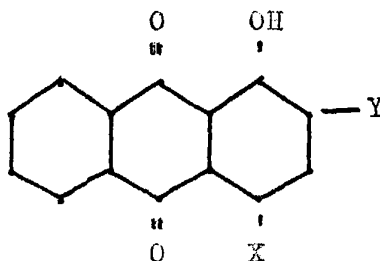
5.

1. Procedimiento para preparar alfa-oxi-beta-fenil-mercaptoantraquinonas carentes de grupos acuosolubilizantes ácidos, caracterizado por el hecho de que se condensa con un arilmercaptano una alfa-oxientraquinona que contiene, en una, por lo menos, posición beta vecina a un grupo oxi, un substituyente reemplazable por un grupo arilmercapto.

10.

2. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se parte de alfa-oxientraquinonas de la fórmula

15.

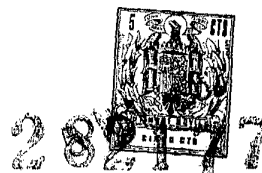


20.

en la que

X significa un átomo de hidrógeno, un grupo oxi, alcoxi, ariloxi o arilmercapto e

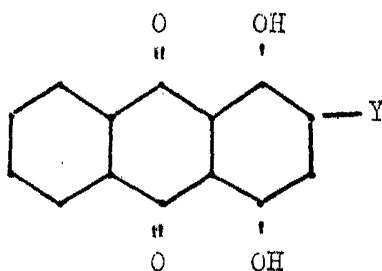
25.



Y significa un substituyente reemplazable por un grupo arilmercapto.

3. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 2, caracterizado por el hecho de que se parte de alfa-oxiantraquinonas de la fórmula

5.



10.

en la que

15.

Y tiene el significado expuesto antes.

4. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por el hecho de que se parte de alfa-oxiantraquinonas que, en concepto de substituyentes reemplazables por grupos arilmercapto, contienen átomos de halógeno o grupos nitro o de ácido sulfónico.

20.

5. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por el hecho de que en concepto de arilmercaptanos se emplean fenilmercaptanos.

25.

6. Procedimiento para preparar alfa-oxi-beta-fenilmercapto-antraquinonas.

= 10 =



282177

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

Madrid, a 5 de Noviembre de 1.962

CIBA SOCIETE ANONYME

p.a.

ALBINO QUINTEZANA  
P. B.