



283908

en la que

A significa un radical 3,4-ftaloilacridona enlazado en posición 2 al grupo NH, y

R significa un radical de benceno que contiene por lo menos un grupo trifluometilo.

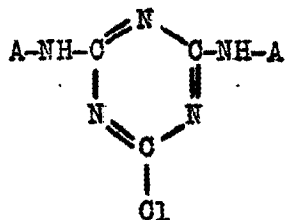
5.

Se llega a los nuevos colorantes, si se condensa un mol de cloruro de triclorógeno en cualquier sucesión con 2 moles de una 2-amino-3,4-ftaloilacridona y un mol de un amino-trifluometilbenceno.

10.

También se puede condensar primero un mol de cloruro de triclorógeno con 2 moles de 2-amino-3,4-ftaloilacridona y el producto de condensación obtenido de la fórmula

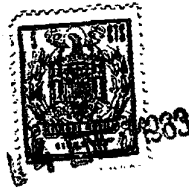
15.



20.

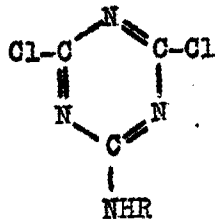
se condensa ulteriormente con el amino-trifluometilbenceno, o se condensa primero convenientemente un mol de cloruro de triclorógeno con un mol de amino-trifluometilbenceno para llegar al producto de condensación de la fórmula

25.



283

(3)



5.

10.

que por último se condensa con dos moles de 2-amino-3,4-ftaloilacridona para llegar al colorante completo.

15.

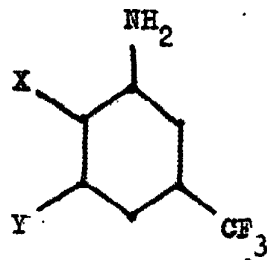
Las 2-amino-3,4-ftaloilacridonas a utilizar como materias de partida en el procedimiento pueden mostrar en la acridona o radical ftaloil todavía sustituyente, por ejemplo átomos de halógeno. Como ejemplos son de citar: la 2-amino-3,4-ftaloilacridona no substituida y la 2-amino-7-cloro-3,4-ftaloilacridona.

20.

Los aminotrifluorobencenos a utilizar de acuerdo con el procedimiento contienen 1 o 2 grupos trifluometilo en el radical de benceno, por último todavía pueden sustituirse ulteriormente mediante átomos de halógeno. Se utiliza preferentemente, compuestos de la fórmula

25.

(4)



30.



13008

en la que

X significa cloro o hidrógeno e

Y significa trifluometilo o hidrógeno.

5. Como ejemplos son de citar:

la 1-amino-3-trifluometilbenceno,

la 1-amino-3,5-di(trifluometil)-benceno y

la 1-amino-2-cloro-5-trifluometilbenceno.

10.

La reacción se realiza, convenientemente, en un disolvente o diluyente. Para la preparación del compuesto de la fórmula (III) se realiza la reacción ventajosamente, en frío y en medio acuoso, para lo cual al agua se adicio-

15.

na convenientemente un disolvente inerte, como por ejemplo acetona o dioxano, mezclable con agua así como un agente que fija ácido, como carbonato sódico o acetato sódico. La condensación ulterior del compuesto de la fórmula (III) con

20.

la 2-amino-3,4-ftaloilacridona, así como la condensación del cloruro de tricianógeno con la 2-amino-3,4-ftaloilacridona para llegar al compuesto de la fórmula (II) y su condensación ulterior con la 3-trifluometilanilina requiere

25.

esencialmente condiciones más causticas, ya que el átomo 3 de cloro del radical triacínico es difícilmente intercambiable. De allí se elabora ventajosamente en un disolvente de alto punto de ebullición, por ejemplo en nitrobenceno, o-diclorobenceno, naftaleno o especialmente fenol. Se escojen con ventaja temperaturas de reacción por encima de

30.

100°. El intercambio del tercer átomo de halógeno en el anillo triacínico puede además facilitarse mediante la adición de dosis pequeñas de un ácido sulfónico aromático



183908

como ácido bencensulfónico, ácido p-toluolsulfónico o especialmente ácido m-nitrobencensulfónico.

- Los productos obtenidos, según el procedimiento son adecuados para teñir y estampar materiales desiguales, especialmente para teñir y estampar fibras de celulosa natural y regenerada. Las coloraciones obtenidas se caracterizan por buena solidez a la luz y a la humedad, especialmente al carbonato sódico hirviente, al cloro y a los cloritos frente al colorante conocido más próximo comparable, esto es el colorante descrito en la patente norteamericana 2.373.826, ejemplo 1, párrafo 2, se caracteriza el colorante de acuerdo con la invención por mejor solidez a la humedad y tono de color rojizo más valioso, que puede asimismo fijarse con rojo y violeta para llegar a tonos esencialmente puros. Los nuevos colorantes pueden utilizarse asimismo como pigmentos.
- 5.
- 10.
- 15.

- En los ejemplos siguientes, las partes, mientras no se indique lo contrario, significan partes en peso, los porcentajes tantos por ciento sobre el peso, y las temperaturas se indican en grados celsius.
- 20.

EJEMPLO 1.

- Una solución de 18,4 partes de cloruro de tricloro en 110 partes en volumen de acetona se hace caer a 10-15° bajo buena agitación, en 80 partes en volumen de agua. Luego se añaden gota a gota a una precipitación finamente dividida de cloruro de tricloro 19,5 partes de 2-cloro-5-trifluometilanilina y se esparce en el término de 10 minutos sobre 8,4 partes de bicarbonato sódico, de forma que se gradua el pH a un valor desde 6,8 a 7,1. Se agita todavía unos 20 minutos desde 10 a 20° hasta la desaparición
- 25.
- 30.



233908

del cloruro de triclorógeno. La 2-(2'-cloro-5'-trifluometil-fenil)-amino-4,6-dicloro-1,3,5-triazina formada se filtra, se lava con agua y se seca en vacío entre 60 y 70°.

Rendimiento: 31,4 partes. Punto de fusión de 154 a 155°, corr.

5. Una mezcla de 5,1 partes de 2-amino-3,4-ftaloilacridona, 2,6 partes de 2-(2'-cloro-5'-trifluometil-fenil)-amino-4,6-dicloro-1,3,5-triazina obtenida en el párrafo 1, 4 partes en volumen de una solución desde 2 a 4% de ácido m-nitrobencensulfónico en nitrobenceno y 46 partes en volumen de nitrobenceno se agitan 17 horas desde 115 a 120° y luego durante 4 horas desde 135 a 140°. Tras refrigerado se filtra el colorante, se lava con alcohol y se seca.
10. Tíñe algodón según el procedimiento usual de teñido en tina de tina rojo rubi en tonos azules sólidos a la humedad y a la luz. Rendimiento: 6,2 partes.

Hallado: Cl 3,74%; F 6,08%

Calculado: Cl 3,73%; F 5,99%.

20. Si se utiliza en el párrafo 1 en lugar de 2-(2'-cloro-5'-trifluometil-fenil)-amino-4,6-dicloro-1,3,5-triazina la dosis equimolecular de 2-(m-trifluometil-fenil)-amino-4,6-dicloro-1,3,5-triazina o 2- $\sqrt{3}$ '-5'-di-(trifluometil)-fenil-7-
25. -amino-4,6-dicloro-1,3,5-triazina, se obtienen colorantes, que tienen en tonos azules algo verdosos. Las 2-trifluometil-fenil-amino-4,6-diclorotriazinas correspondientes pueden obtenerse según el procedimiento indicado en el párrafo 1. Los productos obtenidos muestran los siguientes puntos de
30. fusión: 2-(m-trifluometilfenil)-amino-4,6-dicloro-1,3,5-tria-



283908

zina (punto de fusión 127 a 128° corr.); 2-(3',5'-di-(trifluometil)fenil)-7-amino-4,6-dicloro-1,3,5-triazina (punto de fusión de 129 a 130° corr.).

EJEMPLO 2.

5. Una mezcla de 5,6 partes de 2-amino-7-cloro-3,4-ftaloilacridona, 2,6 partes de 2-(2'-cloro-5'-trifluometil-fenil)-amino-4,6-dicloro-1,3,5-triazina, 0,12 partes de ácido m-nitrobencensulfónico y 46 partes en volumen de nitrobenceno se agita durante 18 horas de 130 a 135° y luego durante 5 horas de 145 a 150°. El colorante cristalizado en agujitas azules se filtra a 100°, se lava con alcohol y se seca.
10. Rendimiento: 6,4 partes, Cl hallado 10,8%. El colorante tiñe algodón en tina violeta en tonos de color sólidos a la
15. sosa hirviente y a la luz.

Se obtiene un colorante de matiz algo verdoso, si en el ejemplo 2, párrafo 1, se reemplaza la 2-(2'-cloro-5'-trifluometil-fenil)-amino-4,6-dicloro-1,3,5-triazina mediante una dosis equimolecular de 2-(3'-trifluometil-fenil)-amino-4,6-dicloro-1,3,5-triazina.

20.

EJEMPLO 3.

- Una mezcla de 20,4 partes de 2-amino-3,4-ftaloilacridona, 5,4 partes de cloruro de triclorógeno y 300 partes en volumen de nitrobenceno se agita durante 2 horas de 110 a 115°, luego durante una hora de 130 a 135° y tres horas de 170 a 180°. El colorante se filtra a 100°, se lava con alcohol y se seca. Contiene 4,26% de cloro y 12% de nitrógeno.
- 25.

Una mezcla de 3,85 partes de colorante del ejemplo 3, párrafo 1, y 40 partes en volumen de m-trifluometilanilina se agita durante tres horas de 150 a 160° y luego durante

30.



283908

tres horas de 165 a 170°. El colorante se filtra a 80°, se lava con alcohol y se seca. Muestra propiedades de color muy similares, que el colorante obtenido según el ejemplo 1 de 2-(m-trifluometil-fenil)-amino-4,6-dicloro-1,3,5-triazina.

5.

EJEMPLO 4.

Una mezcla de 6 partes del producto obtenido según el ejemplo 3, párrafo 1, 12 partes de 3,5-di-(trifluometil)-anilina y 75 partes de fenol, se agita durante 20 horas de 170 a 180°. El colorante se filtra tras la dilución con 50 partes en volumen de nitrobenzeno, se lava con alcohol y se seca, contiene 11,9% de fluor. Tíñe algodón en tonos azules de excelente solidez a la sosa hirviente.

10.

Si se sustituye en este ejemplo la 3,5-di-(trifluometil)-anilina por la misma dosis de m-trifluometilanilina, se obtiene un colorante que tíñe más verdoso.

15.

= . =

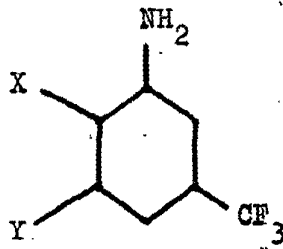
4 ENE



283908

2. Procedimiento, conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado porque se utiliza un amino-trifluometilbenceno de la fórmula

5.



10.

en la que

15. X significa un átomo de cloro o de hidrógeno, e
Y significa un grupo trifluometilo o un átomo de hidrógeno.

20. 3. Procedimiento, de acuerdo con lo definido en la reivindicación 1, caracterizado porque la condensación se realiza en un disolvente y/o diluyente.

4. Procedimiento para la preparación de colorantes de tina antraquinónicos.

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

Madrid, a 4 de enero de 1.963

p. a.

JANNE ISEPN MIRALLES

P.P.