



286807

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE 1-AMINO-2-ARILOXI-
-4-HIDROXI-ANTRAQUINONAS", a favor de la firma suiza
CIBA, SOCIETE ANONYME, domiciliada en BASILEA (Suiza).

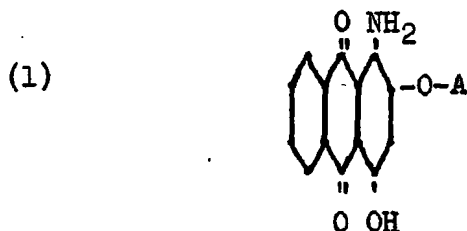
= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

5. La presente invención se refiere a 1-amino-4-hidroxi-
-antraquinonas, que llevan en posición 2 un grupo ariloxi
y están sustituidas mediante uno o más radicales alquilo,
con lo cual los radicales alquilo pueden formar junto con
el radical de arilo un anillo. Los colorantes, de acuerdo
con la invención corresponden en especial a la fórmula



286807



5. en la que

A significa un radical de alquilfenilo, cuyo radical alquilo contiene de 3 a 9 átomos de carbono, pero en especial de 3 a 6.

10. Se llega a los nuevos colorantes, si se hacen reaccionar 1-amino-2-halogen-4-hidroxi-antraquinonas, con compuestos hidroxiarilo, que muestran uno o más grupos alquilo que contienen de preferencia de 3 a 9 átomos de carbono, los cuales junto con el radical arilo pueden formar un anillo.

15. Se citan en especial, como materiales de partida, la 1-amino-2-bromo-4-hidroxi-antraquinona y la 1-amino-2-cloro-4-hidroxi-antraquinona.

20. Como compuestos hidroxiarilo se citan en especial los alquilfenoles. Son de considerar alquilfenoles diferentes, de preferencia con radicales alquilo de 3 a 4 átomos de carbono, y en especial estos con 3 a 6 átomos de carbono, por ejemplo con radicales alquilo ramificados como

tercibutilfenol,

25. terciamilfenol,

iso-propilfenol,

2,2-di-(4'-hidroxifenil)-propano,



286807

pero en especial

4-tercibutilfenol,

o alquilfenoles con radicales alifáticos de cadena rectilínea como por ejemplo

5. n-butilfenol,

n-etilfenol,

2,4-dimetilfenol,

3,4-dimetilfenol, pero en especial

4-n-alquilfenoles, como

10. 4-n-butilfenol, o

compuestos hidroxiarilo, en los que el radical alquilo forma un anillo con el radical fenilo, como por ejemplo los tetrahidronaftoles, pero en especial beta-tetrahidro-naftol.

15. La reacción, de acuerdo con la invención, se realiza en forma preferente en presencia de un agente ligador de ácido. Son de considerar como tales, por ejemplo hidróxidos alcalinometálicos, por ejemplo hidróxido sódico o hidróxido potásico, o carbonatos o bicarbonatos alcalinometálicos, por ejemplo carbonato potásico o bicarbonato potásico, carbonato sódico o bicarbonato sódico, así como acetato potásico o sódico.

20. La reacción, de acuerdo con la invención, puede realizarse en un disolvente inerte, por ejemplo nitrobenzeno, o en exceso de componente de reacción fenólico. Se trabaja ventajosamente a temperaturas elevadas.

25. Los compuestos hidroxiarilo a utilizar como materiales de partida, según el presente procedimiento, se pueden eliminar muy fácilmente a lo largo de la reacción y seguidamente se elaboran y muestran una toxicidad insignificante, como por ejemplo fenol o halogenofenoles.

30.

L 5 ABR



86807

Los nuevos colorantes obtenidos, son adecuados, en especial tras transformación en una forma finamente dispersa, para teñir y estampar material fibroso sintético, especialmente de poliésteres aromáticos. Con ello se obtiene, según los métodos de teñido usuales, por ejemplo en un baño de color, que contiene una dispersión del colorante y un dispersante conveniente, a temperaturas próximas a 100°C, eventualmente bajo adición de un agente de impregnación, pero de preferencia a temperatura superiores a 100°C, bajo empleo de presión, coloraciones rojas, que se caracterizan por solidez especialmente buena a la luz y a la sublimación.

Otra ventaja de los colorantes, de acuerdo con la invención, consiste en su buena reserva de lana. Esto los hace en especial adecuados para teñir tejidos de mezcla de fibras de poliéster y lana.

Los colorantes, de acuerdo con la invención, son adecuados asimismo para teñir, según el llamado procedimiento termosol, conforme al cual, el tejido a teñir se impregna, de preferencia a temperaturas de 60° a lo sumo, con una dispersión acuosa del colorante que contiene, de preferencia, del 1 al 50% de urea y un espesante, en especial alginato sódico, y se exprime en forma usual. Se exprime, de preferencia, de forma que el género impregnado retenga del 50 al 100% de su peso de partícula en líquido de teñido. Para la fijación del colorante se calienta el tejido así impregnado, a temperaturas superiores a 100° C., por ejemplo entre 180 y 210°C. de preferencia tras secado previo, por ejemplo en una corriente de aire caliente.



286207

Es de especial interés, el procedimiento de termosol citado para el teñido de tejidos de mezcla de fibras de poliester y fibras de celulosa, en especial algodón, en este caso, el líquido de impregnación contiene además del colorante de acuerdo con la invención, colorantes adecuados para el teñido de algodón, por ejemplo colorantes de tina. Para esta última utilización, es necesario un tratamiento del tejido fulardeado, según el tratamiento en caliente con una solución acuosa alcalina de un agente de reducción usual en tintorería.

- 5.
- 10.

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

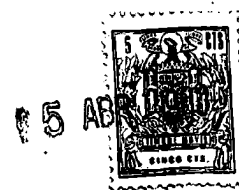
15.

E J E M P L O 1.

48 partes de 1-amino-2-bromo-4-hidroxi-antraquina, 240 partes de 4-tercibutilfenol y 24 partes de hidróxido potásico se mezclan conjuntamente y se calientan a 150° durante aproximadamente 16 horas. Se deja enfriar ligeramente y se adicionan bajo agitación 160 partes de solución de hidróxido sódico acuoso (40%) y 1200 partes de agua. El colorante precipitado se filtra y se seca. Se disuelve con color rojo en disolventes orgánicos y tiñe fibras de poliester, en dispersión fina, en tonos de color rojos de muy buenas propiedades de solidez.

20.

25.



EJEMPLO 2.

286807

5. 25,4 partes de 1-amino-2-bromo-4-hidroxi-antraqui-
nona se mezclan con 100 partes de 4-tercibutilfenol y 6,5
partes de carbonato potásico y se calienta a 155° durante
unas 24 horas. Se deja enfriar y se adicionan bajo agita-
ción 130 partes de alcohol a la mezcla de reacción,
se filtra el colorante precipitado y se lava con agua ca-
liente. El residuo del filtro se seca. El colorante, así
originado, corresponde al colorante obtenido según el ejem-
plo 1.
- 10.

EJEMPLO 3.

15. 25,4 partes de 1-amino-2-bromo-4-hidroxi-antraqui-
nona, 100 partes de tetrahidro-beta-naftol y 6,5 partes
de carbonato potásico, se mezclan conjuntamente y se ca-
lientan bajo agitación a 155° durante unas 9 horas. A
la mezcla de reacción fría, se adicionan bajo agitación 100
partes de alcohol, el colorante precipitado se filtra y
se lava luego con agua caliente.

20. El colorante obtenido es soluble con color rojo en
dosilventes orgánicos y tiñe fibras de poliéster, en disper-
sión fina, en tonos de color rojos, con muy buenas propie-
dades de sólidez. Si se tiñe, como se indica en el ejem-
plo 6, se obtienen coloraciones de propiedades de só-
lidez similares, así como si se tiñe según el procedimien-
to indicado en el ejemplo 7.
- 25.



EJEMPLO 4.

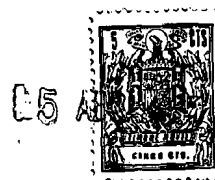
286807

5. 12,7 partes de 1-amino-2-bromo-4-hidroxiantraquinona, 62,5 partes de 2,2-di-(4'-hidroxifenil)-propano y 3,25 partes de carbonato potásico, se calientan bajo agitación a 160°, durante unas 24 horas. Se deja enfriar ligeramente y se adicionan 45 partes de solución de hidróxido sódico acuoso al 30% y 700 partes de agua. El colorante precipitado se filtra, se acila y se lava luego con agua. Se disuelve con tonos de color rojo en disolventes orgánicos y tiñe fibras de poliéster, en dispersión fina, en tonos de color rojo de muy buenas propiedades de sólidez.
- 10.

EJEMPLO 5.

15. 25 partes de 1-amino-2-bromo-4-hidroxiantraquinona, 100 partes de 3,4-dimetilfenol y 6,5 partes de carbonato potásico, se mezclan conjuntamente y se calientan bajo agitación a 155° durante unas 24 horas. A la mezcla de reacción enfriada, se adicionan bajo agitación 100 partes de alcohol, el colorante precipitado se filtra y se lava luego con agua caliente. Tiñe fibras de poliéster en tonos de color rojos de muy buenas sólidez a la luz y a la sublimación.
- 20.

25. Si se coloca en lugar de 3,4-dimetilfenol, la misma dosis de 2,4-dimetilfenol, se calienta entre 170 y 175°, precipita con alcohol tras refrigerado y el precipitado obtenido purifica cromatográficamente, con lo que se obtiene un colorante que tiñe fibras de poliéster en tonos de color rojo amarillentos de muy buena sólidez a la luz y a la sublimación.
- 30.



286807

EJEMPLO 6.

5. Se muele una parte de una pasta acuosa del colorante obtenido, de acuerdo con el ejemplo 1, con aproximadamente una parte de lejía celulósica al sulfito seca, en un molino de rodillos para formar una pastas fina con un contenido de colorante de aproximadamente el 10%.

10. 100 partes de material fibroso de tereftalato de polietileno se limpian previamente durante media hora en un baño, que contiene, sobre 1000 partes de agua, de 1 a 2 partes de sal sódica del ácido N-bencil-mu-heptadecil-bencimidazol-disulfónico y una partende solución de amoniacaco acuosa concentrada. Seguidamente el material se lleva a un baño de 3000 partes de agua, en las que se dispersan 10 partes de la pasta de color originada según el párrafo primero, bajo adición de 54 partes de sal sódica del ácido N-bencil-mu-heptadecil-bencimidazol-disulfónico. La totalidad se calienta en un recipiente de presión a 120°, y luego se mantiene a esta temperatura durante media hora. Seguidamente se enjuaga bien y en caso deseado, se lava entre 60 y 80°, durante media hora, en una solución, que contiene, sobre 1000 partes de agua, una parte de sal sódica del ácido N-bencil-mu-heptadecil-bencimidazol-disulfónico. Se obtiene una coloración roja de muy buenas propiedades.

25. EJEMPLO 7.

30. 100 partes de material fibroso de tereftalato de polietileno se limpian previamente durante media hora en un baño, que contiene, sobre 1000 partes de agua, de 1 a 2 partes de una sal sódica, del ácido N-bencil-mu-heptadecil-bencimidazol-disulfónico y una parte de solución de amo-



1963

285807

- niaco acuoso-concentrado. Seguidamente se trata el material durante 15 minutos a 50° en un baño de color que contiene en 3000 partes de agua, 9 partes de fosfato diamónico y 1,5 partes de sal sódica del ácido N-bencil-mu-heptadecil-bencimidazol-disulfónico. Luego se disuelven y adicionan paulatinamente 9 partes de o-fenilfenolato de sodio, y seguidamente por remoción del material textil durante 15 minutos entre 50 y 55°, se provoca la extracción del o-fenilfenol que se halla en libertad. Luego se adiciona la pasta de color obtenida, según el ejemplo 4, párrafo 1. A continuación se lleva el baño en el término de media a tres cuartos de hora a cocción y se tinte fácilmente a temperatura cercana a la de cocción, entre una y una y media. Seguidamente se enjuaga bien y eventualmente se lava entre 60 y 80° durante media hora con una solución, que contiene, sobre 1000 partes de agua, 1 parte de sal sódica del ácido N-bencil-mu-heptadecil-bencimidazol-disulfónico. Se obtiene una coloración roja de buena solidez a la sublimación y a la luz.
- 5.
- 10.
- 15.



286807

N O T A

Hecha la descripción del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la demanda de patente suiza núm. 4229/62, depositada el 6 de Abril de 1.962, y nº

5. depositada el 1 de Marzo de 1.963, existiendo en ambas unidad de invención.

1. Procedimiento para la preparación de 1-amino-2-ariloxi-4-hidroxi-antraquinonas, caracterizado, porque se hace reaccionar 1-amino-2-halogen-4-hidroxi-antraquinonas con compuestos hidroxiarilo, que muestran uno o más radicales alquilo, los cuales junto con el radical arilo pueden formar un anillo.

10.

2. Procedimiento, conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado porque, como materiales de partida, se utilizan alquilfenoles con un radical alquilo que consta de 3 a 6 átomos de carbono.

15.

3. Procedimiento, conforme a lo definido en la reivindicación 2, caracterizado porque como materiales de partida, se utilizan tetrahidronaftoles.

20.

4. Procedimiento, conforme a lo definido en la reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se utilizan 4-alquilfenoles.

25.

5. Procedimiento, conforme a lo definido en la reivindicación 4, caracterizado porque se utiliza 4-tetraubutilfenol.



6. Procedimiento para la preparación de 1-amino-2-
-ariloxi-4-hidroxi-antraquinona.

Según se describe y reivindica en la presente memo-
ria que consta de once hojas, foliadas y escritas a máquina
por una sola de sus caras,

5.

Madrid, a 5 de Abril de 1.963

CIBA SOCIETE ANONYME

p. a.

JAME ISEPN MIRALLES

P.P.