

341 13

Case 1-2406⁺



341913

C 09 B 1/36, 1/3

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 ANTRAQUINONICOS ACIDOS", a favor de la firma suiza J.R. GEIGY, A.G., residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a nuevos colorantes antraquinónicos ácidos, al procedimiento para su preparación, a su empleo para teñir y estampar material de fibra con contenido de poliamida y asimismo, como artículo industrial, al material teñido y estampado con ellos.

La tinción de fibras a base de poliamidas sintéticas con colorantes antraquinónicos ácidos ha adquirido gran importancia, pues sobre dichas fibras pueden producirse de manera sencilla tinturas brillantes con propiedades a menudo suficientes de solidez. Sin embar-

**POOR
QUALITY**



341913

go, muchos colorantes antraquinónicos ácidos conocidos hasta ahora sólo resultan utilizables con ciertas condiciones para la tintura del nylon, a causa de las propiedades desventajosas siguientes, que se presentan con frecuencia:

5.

El poder de fijación de tales colorantes suele resultar insuficiente, por lo cual sólo pueden producirse de manera económica tinturas de intensidad mediana. Muchos de estos colorantes ya no satisfacen grandes

10. exigencias de solidez respecto a las propiedades de resistencia a la humedad; esto vale particularmente para la resistencia al sudor, al agua y al lavado. Una desventaja muy grave de muchos de dichos colorantes es la incapacidad de cubrir uniformemente fibras de composición física y química desigual; esta peculiaridad de lo que se llama "tintura barrada" resulta particularmente ingrata al teñir.

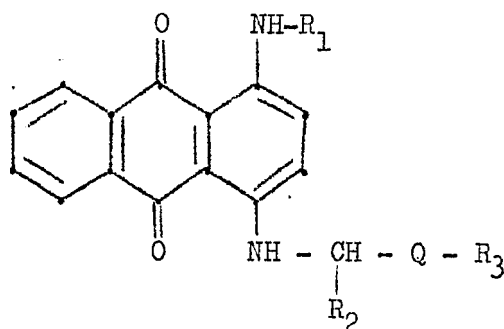
15.

Se ha descubierto ahora que se obtienen colorantes antraquinónicos ácidos exentos de estas desventajas si se hace reaccionar un compuesto antraquinónico de la fórmula I

20.



341913



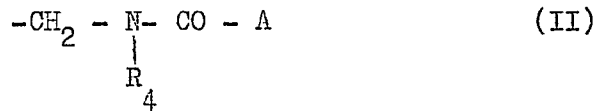
5.

en la que

- R_1 significa un grupo alquílico secundario o un grupo cicloalquílico,
10. R_2 significa un grupo alquílico o un grupo cicloalquílico,
- R_3 significa un radical arílico que presenta a lo menos dos átomos de hidrógeno reemplazables y eventualmente está substituída por grupos de
15. alquilo o alcoxilo inferiores o por átomos de halógeno, y
- Q significa un grupo alquilénico,
- por el orden de sucesión que se quiera, con n moles de un agente de sulfonación y un mol de un compuesto que intro-
20. duzca el radical de la fórmula II

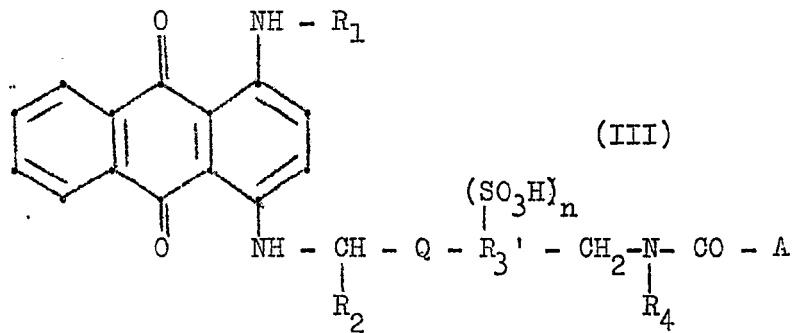


341913



en la que

5. R_4 significa hidrógeno o un grupo alquílico inferior y
- A significa un radical alquílico insustituído, un radical cicloalquílico, un radical alcoílico, un radical cicloalquílico o un radical arílico, para formar una mezcla de colorantes antraquinónicos de la
10. composición media de la fórmula III



15.

en la que

20. R_2' significa un grupo arílico correspondiente al radical R_3 , pero a lo menos trivalente,



341913

\underline{n} significa un número positivo por valor de 1 a 2 y R_1 , R_2 , R_4 , Q y A tienen el significado que se les ha atribuido antes.

En calidad de grupo alquílico secundario,

5. R_1 contiene ventajosamente 6 átomos de carbono a lo sumo y representa, por ejemplo, el grupo isopropílico, butílico secundario o isoamílico secundario. Si R_1 es un grupo cicloalquílico, se trata aquí en primer término de un grupo mononuclear, como el grupo ciclopentílico o el grupo ciclohexílico o sus homólogos alquil-substituidos, o también
10. de un grupo cicloalquílico polinuclear no condensado, como un grupo dodecahidro-difenílico, o de un grupo polinuclear condensado, como un grupo decahidro-naftílico-(1) o decahidro-naftílico-(2).
15. R_1 significa preferentemente el grupo isopropílico, el grupo butílico secundario y, en particular, el grupo ciclohexílico.

- Si R_2 representa un grupo alquílico, este puede ser de cadena lineal o ramificada; de preferencia
20. presenta 4 átomos de carbono a lo sumo. Ejemplos de ello son el grupo metílico, el etílico o el isobutílico. Si R_2 significa un grupo cicloalquílico, se trata preferentemente del grupo ciclohexílico.

En calidad de radicales arílicos que materia-

25. lizan R_3 entran en cuenta preferentemente los radicales de

341913



la serie bencénica. Cuando el radical arílico está substituído por grupos de alquilo o alcoxilo inferiores, estos grupos presentan ventajosamente de 1 a 4 átomos de carbono a lo sumo; cuando está substituído por átomos de halógeno, se trata aquí, por ejemplo, de flúor, bromo o, en particular, cloro. Dichos substituyentes se hallan de preferencia en posición orto o para respecto al puente alquilénico Q.

5. De preferencia, R_3 es un radical fenílico insubstituído.

10. Los grupos alquilénicos Q pueden igualmente ser de cadena lineal o ramificada y presentan con ventaja de 1 a 4 átomos de carbono. Ejemplos de tales radicales alquilénicos son el radical metilénico, el 1,2-etilénico, el 1,3-propilénico, el 2,2-propilénico, el 1,2-propilénico, el 2-metil-1,2-propilénico, el 1,4-butilénico o el 2,3-butilénico.

15. En compuestos antraquinónicos de la fórmula I preferidos, R_1 significa el grupo isopropílico, butílico secundario o ciclohexílico; R_2 significa el grupo metílico; y R_3-Q significa un grupo fenético.

20. Cuando R_4 representa un grupo alquílico inferior, éste contiene con ventaja de 1 a 4 átomos de carbono, pero preferentemente R_4 significa hidrógeno.

25. Cuando A materializa un radical alquílico



341913

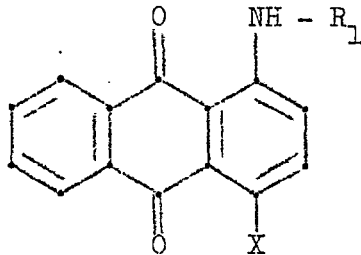
- insustituido, éste puede ser de cadena lineal o ramificada y presentar hasta 12 átomos de carbono, con ventaja de 1 a 6 átomos de carbono. En calidad de radicales cicloalquílicos en la posición de A entran en cuenta, por ejemplo, los
5. que se han citado para R_1 y en especial el radical ciclohexílico. Cuando A significa un radical arílico, se trata en particular de un radical de la serie bencénica, que puede contener los substituyentes usuales en los colorantes, de preferencia halógenos, como el cloro o el bromo,
10. o grupos de alquilo o alcoxilo inferiores (ventajosamente, con 1 a 4 átomos de carbono) o el grupo nitro. Cuando A representa un radical alcoxílico, éste contiene preferentemente de 1 a 6 átomos de carbono. En calidad de grupo cicloalcoxílico, A significa sobre todo el grupo ciclohexiloxílico.
- 15.

- Especial interés tienen los colorantes antraquinónicos ácidos de la fórmula III en los que R_4 significa hidrógeno y A significa el radical de un clorobenceno, un diclorobenceno o un alquilbenceno, pero en particular el radical fenílico o tercibutilfenílico.
- 20.

- Las materias de partida de la fórmula I se han descrito en su mayor parte en las solicitudes de patente española nº 321.019 (Caso 2106) y 321.070 (Caso 2108) y se preparan de manera ya de sí conocida, por ejemplo haciendo reaccionar
25. un compuesto antraquinónico de la fórmula IV



341913



(IV)

5.

en la que

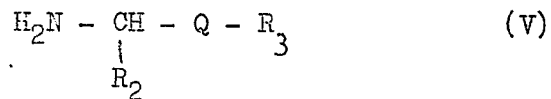
R_1 tiene el significado que se le ha atribuido en la fórmula I y

10.

X significa halógeno (como cloro o bromo), el grupo hidroxílico, un grupo alcoxílico inferior (como el grupo metoxílico), el grupo nitro o el grupo amínico,

con una aralquilamina de la fórmula V

15.



en la que

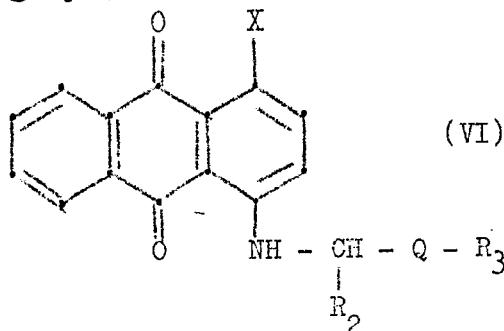
R_2 , R_3 y Q tienen el significado que se les ha atribuido en la fórmula I.

20.

Tales materias de partida pueden prepararse también haciendo reaccionar un compuesto antraquinónico de la fórmula VI



341913



5.

en la que

R_2 , R_3 y Q tienen el significado que se les ha atribuido en la fórmula I y

10.

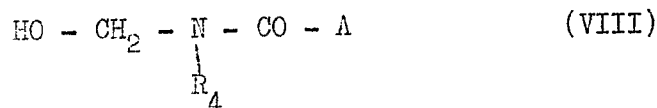
X tiene el significado que se le ha atribuido en la fórmula IV,

con una alquilamina secundaria o una cicloalquilamina de la fórmula VII



15.

En calidad de compuestos introductores del radical de la fórmula II están indicadas sobre todo las N-metilolamidas de la fórmula VIII



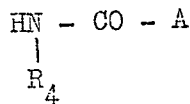
20.

o los derivados funcionales reaccionables de estos compuestos metilólicos. Las N-metilolamidas de la fórmula VIII se obtienen, por ejemplo, mediante adición de formaldehído a las



341913

carbamidas de la fórmula



5. en presencia de agentes de condensación básicos, como el carbonato potásico. En calidad de derivados funcionales reaccionables de los compuestos de la fórmula VIII entran en cuenta sobre todo los ésteres reaccionables de estos compuestos con ácidos, como las N-(cloro-metil)- o N-(bromo-metil)-amidas. Estos ésteres se obtienen, por ejemplo, mediante la actuación de cloruro de tionilo, o respectivamente bromuro de tionilo, sobre dichas metilolamidas. Otros derivados reaccionables apropiados de las metilolamidas de la fórmula VIII son, por ejemplo, los éteres di-(carbonamidometílicos) obtenibles a partir de estos compuestos metilólicos en presencia, por ejemplo, de oxiclорuro de fósforo. Dado que estos derivados reaccionables deben prepararse a partir de los compuestos metilólicos de la fórmula VIII, se prefieren estos últimos.

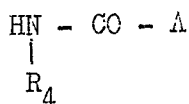
15. En lugar de los compuestos de la fórmula VIII, o respectivamente de sus derivados funcionales reaccionables, puede emplearse en muchos casos un producto de la reacción de éter alfa, alfa'-dihalogen-dimetílico (como el éter alfa, alfa'-dicloro- o alfa, alfa'-dibromo-dimetílico)

20.

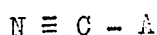
341913



con las amidas de la fórmula



en muchos casos también con los nitrilos de la fórmula



5. (que en las condiciones de la reacción se saponifican convirtiéndose en las citadas amidas), como el acetonitrilo, el propionitrilo o el benzonitrilo, en ácido sulfúrico. Se actúa aquí ventajosamente en ácido sulfúrico concentrado
10. (al 90 - 100 %).

15. Los compuestos 1,4-diaminoantraquinónicos de la fórmula I se hacen con ventaja reaccionar primeramente con un compuesto que introduzca el radical de la fórmula II y a continuación se sulfonan. La sulfonación se realiza por los métodos usuales, por ejemplo en ácido sulfúrico concentrado o en óleum, de preferencia en condiciones de temperatura suaves, por ejemplo a la temperatura ambiente; o con ácido clorosulfónico, en un disolvente orgánico que no participe en la reacción, por ejemplo en clorobenceno
20. o nitrobenzeno.

La reacción de los compuestos insulfonados o sulfonados de la fórmula I con el compuesto introductor de un radical de la fórmula II se efectúa convenientemente en



341913

- medio ácido, por ejemplo en presencia de agentes de condensación ácidos o agentes desdobladores de agua que reaccionen como tales. Agentes de condensación de esta índole son, por ejemplo, el ácido clorhídrico concentrado, el cloro-
5. zinc, el pentóxido de fósforo, el anhídrido acético, el ácido fosfórico siruposo y el óleum. El agente de condensación preferido es, sin embargo, el ácido sulfúrico desde 90 % hasta anhidro. La temperatura de condensación puede variar dentro de amplios límites y depende principalmente
10. del agente de condensación que se emplee. En ácido sulfúrico concentrado, la reacción se desarrolla rápidamente y por completo ya alrededor de 0°C, pero de preferencia a la temperatura ambiente (20 - 25° C); en algunos casos es necesario actuar a temperatura ligeramente alta, por
15. ejemplo hasta 60° C. Los productos acabados de la reacción se segregan, por ejemplo, vertiendo en agua helada las soluciones o suspensiones de ácido sulfúrico y transformándolos de la manera ordinaria en las sales de metal alcalino solubles en agua, después de lo cual se aíslan
20. éstas.

Una modalidad de realización particularmente sencilla en el aspecto técnico, y por lo tanto preferida, consiste en la condensación de los compuestos 1-secualquil-amino- o 1-cicloalquil-amino-4-araquilamino-antraquinónicos de la fórmula I con un compuesto que introduzca el

25. radical de la fórmula II y, sin aislar el producto inter-



341913

medio, sulfonación del producto de condensación obtenido.

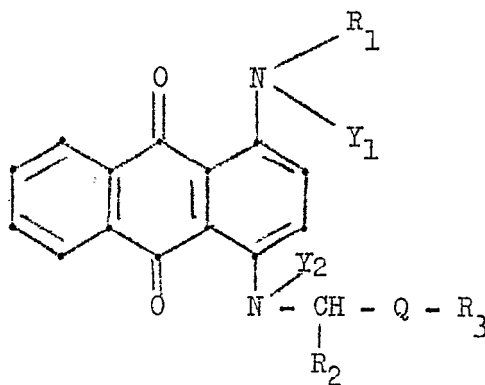
La condensación se efectúa aquí en ácido sulfúrico concentrado (90 a 100 %) y después el producto de condensación obtenido se sulfona en la misma solución de ácido sulfúrico, cuyo con-

5. tenido de SO_3 se lleva por adición de óleum hasta el 20 %, y preferentemente a 5-10 %.

Se prefieren los colorantes de la fórmula III que contiene por término medio alrededor de alrededor de un grupo de ácido sulfónico.

10. Una variante del procedimiento de este invento consiste en que un compuesto antraquinónico de la fórmula

15.



20. donde
de Y_1 e Y_2 una Y significa hidrógeno y la otra un radical acílico,
mientras que



341913

R_1 , R_2 , R_3 y Q tienen el significado que se les ha atribuido en la fórmula I,

5. por el orden de sucesión que se quiera, se saponifica en el grupo acilamínico, se sulfona con n moles de un agente de sulfonación y se hace reaccionar con un mol de un compuesto introductor del radical de la fórmula II, con lo cual se obtiene una mezcla de colorantes antraquinónicos con la composición media de la fórmula III.

10. A título de radicales acílicos materializadores de Y_1 o Y_2 entran en cuenta, por ejemplo, los radicales carbacílicos, en especial los radicales alcanólicos (por ejemplo los radicales de formilo, acetilo o propionilo) o los radicales aroílicos, como los radicales benzoílicos, o los radicales alquilsulfónílicos, como los radicales metilsulfónílicos, o los radicales arilsulfonílicos, como los radicales fenilsulfonílicos o p-metilfenilsulfonílicos.
15. En el caso de que Y_1 o Y_2 signifiquen un radical acílico, se trata preferentemente del radical acetílico.

20. Las acilamino-antraquinonas de la fórmula IX pueden prepararse por métodos ya de sí conocidos. Cuando Y_1 representa un radical acílico o Y_2 representa hidrógeno, las acilamino-antraquinonas de la fórmula IX se obtienen, por ejemplo, mediante reacción de un compuesto antraquinónico de la fórmula IV con un agente de acilación, principalmente con cloruro o bromuro de acetilo o anhídrido acético,
25. y condensación consecutiva del compuesto N-acil-N-

= 15 =
341913



secualquilamino-o N-acil-N-cicloalquilamino-antraquinónico
obtenido con una aralquilamina de la fórmula V.

- Las acilamino-antraquinonas de la fórmula IX en las que el radical acílico asume la posición de Y_2 se
5. obtienen, por ejemplo, haciendo reaccionar un compuesto antraquinónico de la fórmula V primeramente con un agente de acilación (por ejemplo, el que se ha citado antes) y luego con una alquilamina o cicloalquilamina secundarias de la fórmula VII.
 10. Los compuestos acilamino-antraquinónicos de la fórmula IX de preferencia se saponifican primeramente en el grupo acilamínico, se hacen reaccionar luego con un compuesto introductor del radical de la fórmula II y por último se sulfonan.
 15. La saponificación se efectúa ventajosamente en medio ácido acuoso, por ejemplo en ácido sulfúrico acuoso (50 a 90%), y preferentemente a temperatura elevada (por ejemplo, 50 a 100° C), y, a diferencia de lo que ocurre con los compuestos antraquinónicos de estructura
 20. semejante ya conocidos que en lugar de un grupo aralquilamínico contienen un grupo arilamínico, da muy buenos rendimientos. La reacción con el compuesto introductor del radical de la fórmula II y la sulfonación se realizan como en el primer procedimiento descrito al principio.
 25. Los productos finales de la fórmula III se



341913

aíslan preferentemente en forma de sales de metal alcalino, sobre todo de sales sódicas. Tienen muy buena solubilidad en agua.

- Los colorantes antraquinónicos ácidos de
5. este invento sirven particularmente para teñir y estampar material fibroso que contenga poliamida sintética, como nylon o poliuretanos; pero pueden emplearse también para teñir fibras de poliamida natural, como seda y lana.
- Sobre el nylon, tiñiendo en baño ligeramente
10. ácido, manifiestan muy buen poder de fijación y dan tinturas azules iguales, no barradas y muy brillantes. Se prestan también para teñir por el procedimiento de temperatura alta, y en estas condiciones tintóreas presentan buen poder de migración.
15. Las tinturas sobre el nylon se distinguen por buena solidez a la luz y buenas propiedades de resistencia a la humedad, como resistencia al agua, al lavado y al sudar. Los colorantes de este invento sirven además, en mezcla con otros colorantes ácidos, para producir tinturas
20. de combinación.

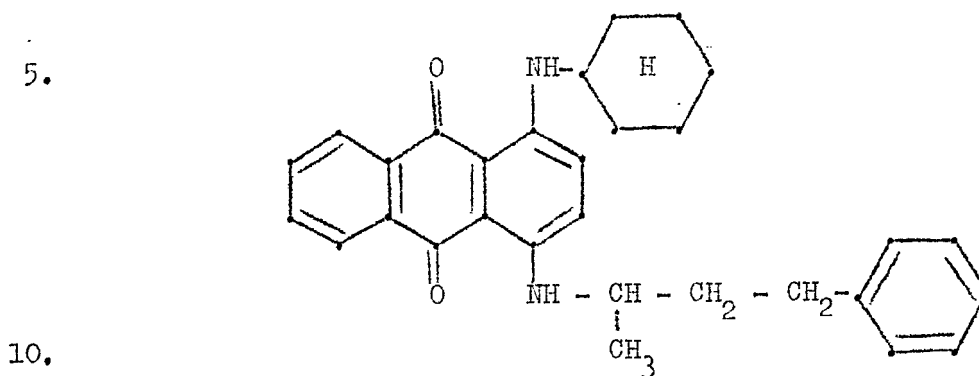
Los ejemplos siguientes ilustran este invento. En ellos, las temperaturas están señaladas en grados centígrados.



341913

EJEMPLO 1

Se mezclan homogéneamente 45,2 g del compuesto de la fórmula



con 16,6 g de N-metilol-benzamida, se introduce la mezcla en porciones y a temperatura de 5 a 10° en 500 g de ácido sulfúrico al 90 % y se agita a esta temperatura la solución obtenida, durante 24 horas. A continuación se vierte la mezcla en hielo, se separa por filtración el precipitado que se ha formado de producto de condensación, se le lava con agua hasta neutralidad y se le seca a 60°, en vacío. Para la sulfonación, se introduce el producto, a 23-25°, en una cantidad en peso 10 veces mayor de ólcum al 6 % y se agita la mezcla durante 6 horas. Luego se vierte la solución en hielo, se separa por filtración el colorante preci-

15.

20.

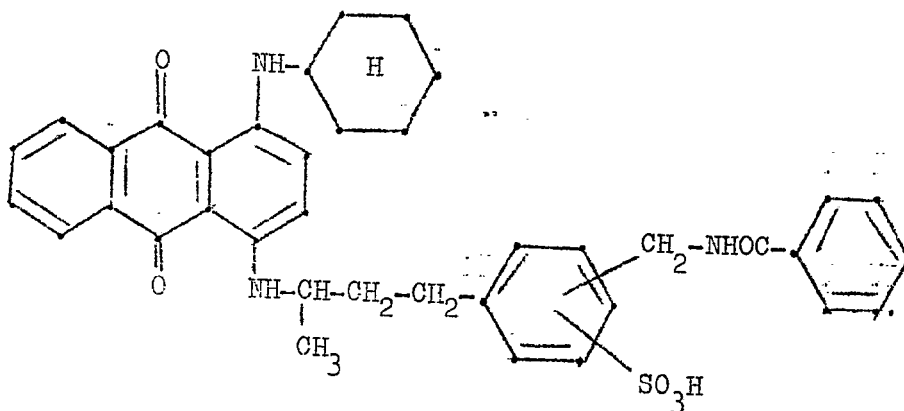


341913

pitado y se lava con solución de cloruro sódico al 10%. Se suspende el precipitado en un poco de agua y, por adición cuidadosa de lejía diluída de sosa cáustica, se ajusta el pH de la mezcla a 7. A continuación se precipita el colorante por adición de cloruro sódico, se le separa por filtración y se le seca a 60° y en vacío. Se obtiene el colorante de la fórmula

5.

10.



15. en forma de polvo azul, que se disuelve con facilidad en agua dando coloración azul.

Este colorante, en baño ligeramente ácido, tiñe el nylon con matices azules muy brillantes. Las tinturas son muy homogéneas y tienen buena solidez a la luz

20. y extraordinaria solidez a la humedad, en particular buena solidez al agua, al lavado y al sudor. La 1-ciclohexilamino-4-(4'-fenilbutil-(2')-amino)-antraquinona empleada como



341913

materia de partida se obtiene así:

- Se agita una mezcla de 19 g de 1-ciclohexilamino-4-bromo-antraquinona, 19 g de 1-fenil-3-amino-buteno, 5 g de acetato potásico anhidro, 0,005 g de cloruro de cobre, 10 cc de n-butanol y 0,10 cc de agua, durante 48 horas y a temperatura de 100°. Luego se hacen afluir por un embudo de goteo 30 cc de metanol a la mezcla reaccional y a continuación se mantiene la temperatura a 50° durante 30 minutos. Se añaden todavía 50 cc de isopropanol a la mezcla y, después del enfriamiento hasta la temperatura ambiente, se filtra para separar el producto precipitado y se purifica éste por recristalización en n-butanol, con lo cual se obtiene el compuesto de la fórmula indicada al principio, con punto de fusión de 145°.
- En la tabla I que sigue se exponen otros colorantes antraquinónicos de propiedades semejantes, que tienen igualmente con tonos azules sólidos las fibras de poliamida sintética y que se obtienen si los compuestos de 1-cicloalquil-amino-4-araalquilaminoantraquinona reseñados en la columna II se hacen reaccionar, siguiendo las indicaciones del Ejemplo 1, con los compuestos N-metilólicos indicados en la columna III y a continuación se sulfona procediendo de la misma manera que se ha expuesto en el Ejemplo 1.



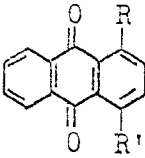
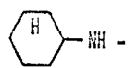
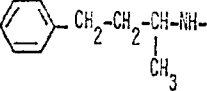
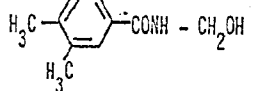

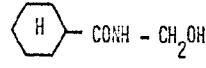

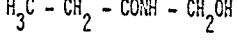

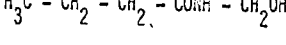

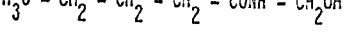

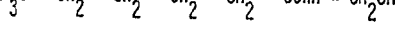




Tabla 1

341913

I	II		III
NR.			Compuestos N-metilólicos
	R	R'	
5.			
	id.	id.	
10.	id.	id.	
	id.	id.	
15.	id.	id.	
	id.	id.	
20.	id.	id.	
	id.	id.	



341913

I	II	III	
5.		Compuestos N-metilólicos	
	<p style="text-align: center;">R</p> <hr/> <p style="text-align: center;">R'</p>		
10.			
10.	id.		
12.	id.		
15.	id.		
14.	id.		
20.	id.		
18.	id.		
25.	id.		



341913

I	II	III		
172		Compuestos N-metilólicos		
	R	R'		
5.	18			$\text{H}_3\text{C} - \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{O} - \text{CONH} - \text{CH}_2\text{OH}$
	19	id.	id.	
10.	20	id.	id.	$\text{CH}_3 - \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{O} - \text{CONH} - \text{CH}_2\text{OH}$
	21	id.	id.	
	22	id.	id.	
15.	23	id.	id.	
	24	id.	id.	

341913



	I	II	III		
5.	etc.		Compuestos H-metalólicos		
		<table border="1" style="width: 100%; text-align: center;"> <tr> <td style="width: 50%;">R</td> <td style="width: 50%;">R'</td> </tr> </table>	R	R'	
R	R'				
10.	25.				
	26.	id.			
15.	27.	id.			
	28.	id.			
20.	29.	id.	id.		
	30.	id.	id.		
25.	31.	id.	id.		

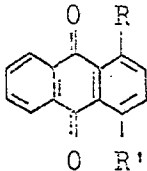
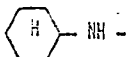
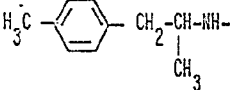
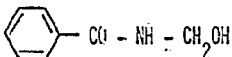
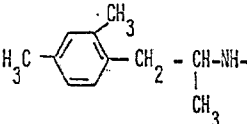
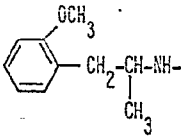
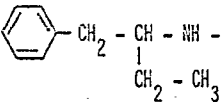
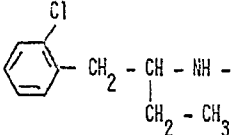
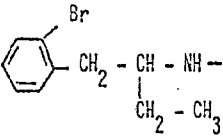
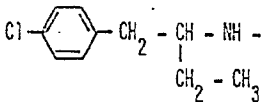
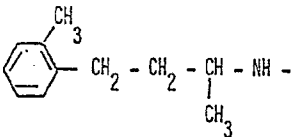
341913



I

II

III

5.			Compuestos N-metilolíticos
	R	R'	
32.			
10. 33	id.		id.
34	id.		id.
15. 35	id.		id.
36	id.		id.
20. 37	id.		id.
38	id.		id.
25. 39	id.		id.

341913



I		II	III
			Compuesto N-metilólicos
5.	R	R'	
10.	id.		id.
	id.		id.
15.	id.		id.
	id.		id.
20.	id.		id.
	id.		id.

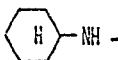
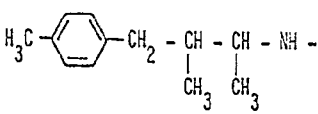
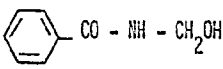
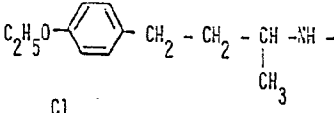
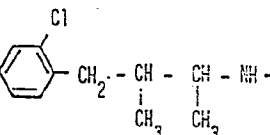
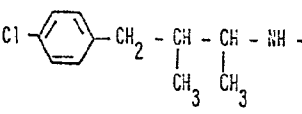
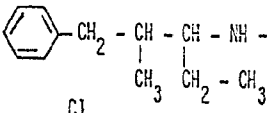
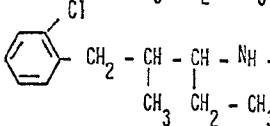
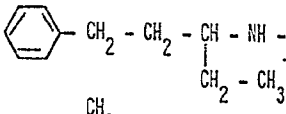
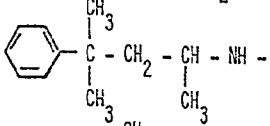
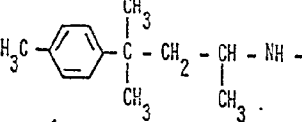
341913



I

II

III

No.	R	R'	Compuestos N-metilólicos
5.			
47.			
10.	id.		id.
49.	id.		id.
50.	id.		id.
15.	id.		id.
52.	id.		id.
53.	id.		id.
20.	id.		id.
55.	id.		id.



341913

I No.	II	III	
		<p>Compuestos N-metilólicos</p>	
5.	R	R'	
56.			
57.	i.d.		i.d.
10. 58.	i.d.		i.d.
59.	i.d.		i.d.
15. 60.	i.d.		i.d.
61.	i.d.		i.d.
20. 62.			i.d.
63.			i.d.



341913

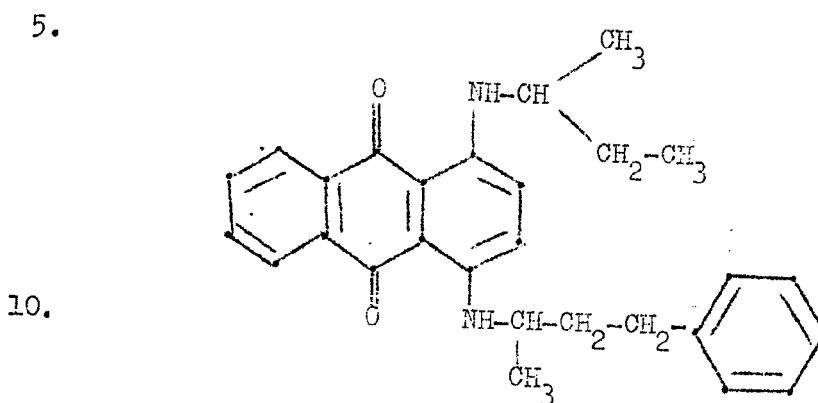
I	II	III	
<p>STP.</p>		<p>Compuestos N-metilólicos</p>	
	<p>R</p>	<p>R'</p>	
<p>54</p>			
<p>65</p>		<p>id.</p>	<p>id.</p>
<p>66</p>		<p>id.</p>	<p>id.</p>



341913

EJEMPLO 67

A temperatura de 5 a 10°, se introduce en 450 g de ácido sulfúrico al 90% una mezcla homogénea de 42,5 g del compuesto antraquinónico de la fórmula

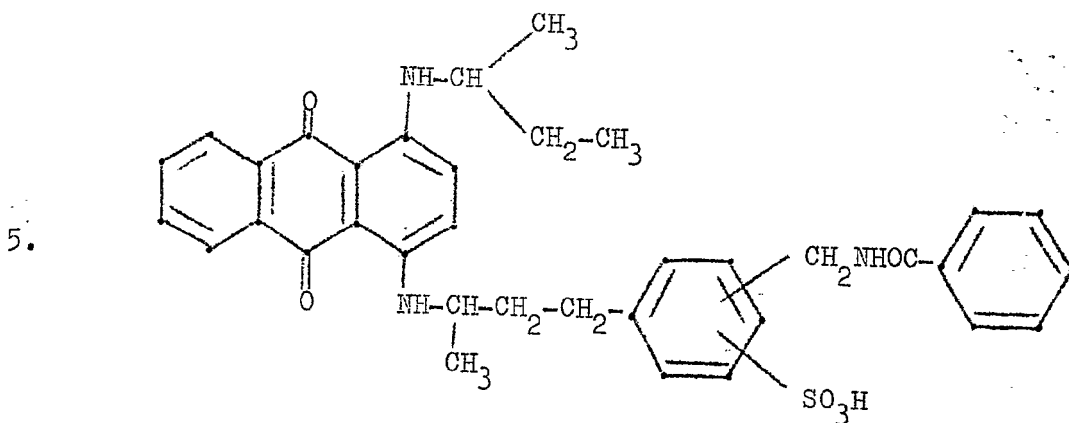


con 16,6 g de N-metilolbenzamida y se agita a dicha temperatura, durante 24 horas la solución que se origina. Luego se vierte la mezcla en hielo y se procede, de la manera que se ha descrito en el Ejemplo 1, a la elaboración ulterior y la sulfonación. Las tinturas azules producidas sobre nylon con este colorante de la fórmula

15.



341913



10. son muy homogéneas y tienen buena solidez a la luz y a la humedad.

15. El compuesto antraquinónico de la fórmula que se ha indicado al principio se obtiene por reacción de 1-secubutilamino-4-bromo-antraquinona con 1-fenil-3-amino-butano de manera análoga al procedimiento descrito en el Ejemplo 1.

20. En la tabla 2 que sigue se reseñan otros colorantes antraquinónicos de propiedades semejantes, que tiñen igualmente con tonos azules sólidos las fibras de poliamida sintética y que se obtienen haciendo reaccionar según las indicaciones del Ejemplo 1 los compuestos de 1-secualquilamino-4-aralquilamino-antraquinona reseñados en la columna II con los compuestos N-metilólicos reseñados en la columna III y sulfonando a continuación de la misma manera que se ha expuesto en el Ejemplo 1.



BIBLIA 2

341913

		II		III
No.				Compuestos N-metilólicos
5.		R	R'	
	68			
10.	69	id.	id.	
	70	id.	id.	
15.	71	id.	id.	
	72	id.	id.	
20.	73	id.	id.	
	74	id.	id.	
25.	75	id.	id.	
	76	id.	id.	



341913

I	II	III	
No.		Compuestos N-metilólicos	
5.	R	R'	
77			
10.	id.	id.	
79	id.	id.	$H_3C - CH_2 - CONH - CH_2OH$
80	id.	id.	$H_3C - CH_2 - CH_2 - CONH - CH_2OH$
15.	id.	id.	
82	id.	id.	$H_3C - CH_2 - CH_2 - CH_2 - CONH - CH_2OH$
83	id.	id.	$H_3C - CH_2 - CH_2 - CH_2 - CH_2 - CONH - CH_2OH$
15.	id.	id.	$H_3C - CH_2 - O - CONH - CH_2OH$
85	id.	id.	
86	id.	id.	$H_3C - CH_2 - CH_2 - O - CONH - CH_2OH$
20.	id.	id.	$(CH_3)_2CH - O - CONH - CH_2OH$

341913



No.	I	II	III
			Compuestos N-metilólicos
		R	R'
5.			
88	$\begin{matrix} \text{H}_3\text{C} \\ \diagdown \\ \text{CH} - \text{NH} - \\ \diagup \\ \text{H}_3\text{C} \end{matrix}$		$\text{H}_3\text{C} - \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{O} - \text{CONH} - \text{CH}_2\text{OH}$
89	id.	id.	$\text{H}_3\text{C} - \text{CH}_2 - \text{CH}(\text{CH}_3) - \text{O} - \text{CONH} - \text{CH}_2\text{OH}$
10.	90	id.	$\begin{matrix} \text{CH}_3 \\ \\ \text{H}_3\text{C} - \text{C} - \text{CH}_2 - \text{O} - \text{CONH} - \text{CH}_2\text{OH} \\ \\ \text{CH}_3 \end{matrix}$
91	id.	id.	$\begin{matrix} \text{H}_3\text{C} \\ \diagdown \\ \text{CH} - \text{CH}_2 - \text{CH}(\text{CH}_3) - \text{O} - \text{CONH} - \text{CH}_2\text{OH} \\ \diagup \\ \text{H}_3\text{C} \end{matrix}$
15.	92	id.	
93	id.	id.	
20.	94	id.	
95	id.	id.	$\text{H}_3\text{C} - \text{CO} - \text{N}(\text{CH}_3) - \text{CH}_2\text{OH}$
25.	96	id.	
97	id.		



341913

III

N.º.	R	R'	Compuestos N-metilólicos
5.			
98	$\begin{matrix} \text{H}_3\text{C} \\ \diagdown \\ \text{CH} - \text{NH} - \\ \diagup \\ \text{H}_3\text{C} \end{matrix}$		
99	id.		id.
100	id.		id.
101	id.		id.
102	id.		id.
15.	id.		id.
105	id.		id.
106	id.		id.
20.	id.		id.



341913

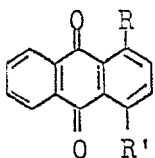
I	II	III	
52.		Compuestos N-metilólicos	
5.	R	R'	
108	$\begin{matrix} \text{H}_3\text{C} \\ \\ \text{CH} - \text{NH} - \\ \\ \text{H}_3\text{C} \end{matrix}$		
10.	id.		id.
110	id.		id.
111	id.		id.
15.	id.		id.
113	id.		id.
114	id.		id.
20.	id.		id.
116	id.		id.
25.	id.		id.



341913

No.	I	II	III
			Compuesto N-metilólicos
	R	R'	
5.			
10.	118		
	119	<i>id.</i>	<i>id.</i>
	120	<i>id.</i>	<i>id.</i>
	121	<i>id.</i>	<i>id.</i>
15.	122	<i>id.</i>	<i>id.</i>
	123	<i>id.</i>	<i>id.</i>
20.	124	<i>id.</i>	<i>id.</i>
	125	<i>id.</i>	<i>id.</i>
25.	126	<i>id.</i>	<i>id.</i>



I No.		II 	III Compuestos N-metilólicos
5.	R	R'	
137	$\begin{array}{l} \text{H}_3\text{C} \\ \diagdown \\ \text{CH} - \text{NH} - \\ \diagup \\ \text{H}_3\text{C}-\text{H}_2 \end{array}$	$\text{Cl}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{NH}-$ $\quad \quad \quad $ $\quad \quad \quad \text{CH}_2-\text{CH}_3$	$\text{C}_6\text{H}_5-\text{CONH}-\text{CH}_2\text{OH}$
138	id.	CH_3 $\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{NH}-$ $\quad \quad \quad $ $\quad \quad \quad \text{CH}_3$	id.
10. 139	id.	$\text{H}_3\text{C}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{NH}-$ $\quad \quad \quad $ $\quad \quad \quad \text{CH}_3$	id.
140	id.	CH_3 $\text{H}_3\text{C}-\text{C}_6\text{H}_3-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{NH}-$ $\quad \quad \quad $ $\quad \quad \quad \text{CH}_3$	id.
15. 141	id.	Cl $\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{NH}-$ $\quad \quad \quad $ $\quad \quad \quad \text{CH}_3$	id.
142	id.	Cl $\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{NH}-$ $\quad \quad \quad $ $\quad \quad \quad \text{CH}_3$	id.
20. 143	id.	OCH_3 $\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{NH}-$ $\quad \quad \quad $ $\quad \quad \quad \text{CH}_3$	id.
144	id.	CH_3 $\text{C}_6\text{H}_5-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CH}-\text{NH}-$ $\quad \quad \quad \quad \quad $ $\quad \quad \quad \text{CH}_3 \quad \text{CH}_3$	id.
145	id.	CH_3 $\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CH}-\text{NH}-$ $\quad \quad \quad \quad \quad $ $\quad \quad \quad \text{CH}_3 \quad \text{CH}_3$	id.
25. 146	id.	$\text{H}_3\text{C}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CH}-\text{NH}-$ $\quad \quad \quad \quad \quad $ $\quad \quad \quad \text{CH}_3 \quad \text{CH}_3$	id.

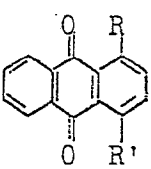
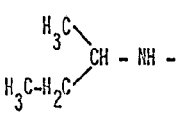
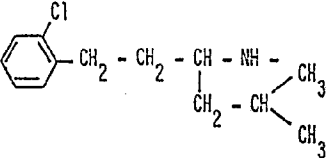
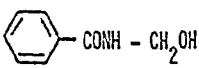
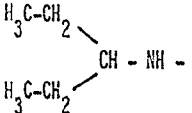
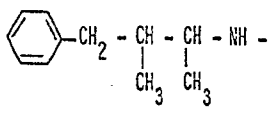
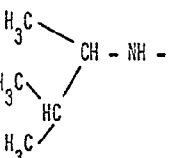
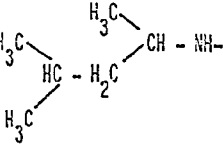
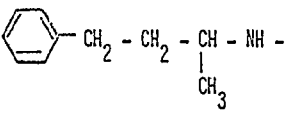
341913



I	II	III	
142.		Compuestos N-metilésicos	
	R	R'	
5.	147.	147.	
	id.	148.	id.
10.	id.	149.	id.
	id.	150.	id.
	id.	151.	id.
15.	id.	152.	id.
	id.	153.	id.
20.	id.	154.	id.
	id.	155.	id.
25.	id.	156.	id.



341913

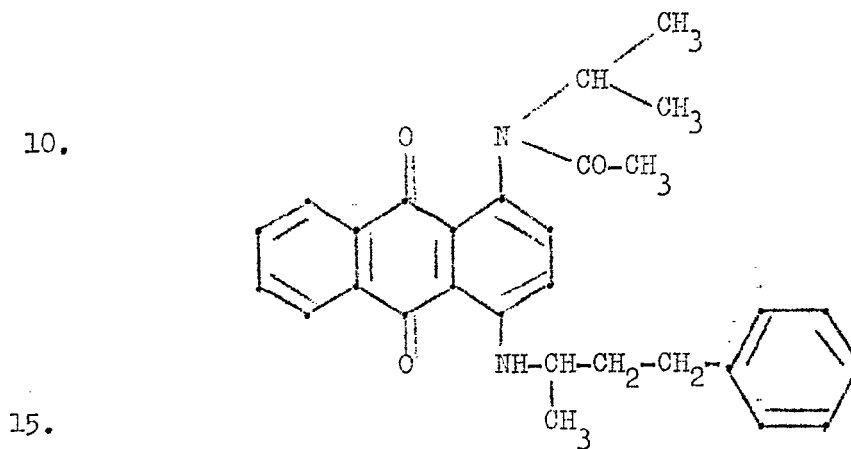
I	II	III	
No.		Compuestos N-metilólicos	
	R	R'	
5.	157 		
	158 		id.
10.	159 	id.	id.
15.	160 		id.



341913

EJEMPLO 161

Se agita durante 20 horas, a temperatura de 110°, una mezcla constituida por 19,3 g de 1-(N-acetil-N-isopropilamino)-4-bromo-antraquinona y 16,2 g de 1-fenil-3-amino-butano. A continuación, la fusión roja obtenida se vierte en una mezcla de 200 g de hielo y 200 cc de ácido clorhídrico 2-n, con lo que se segrega en forma de resina roja el compuesto de la fórmula



Se decanta la fase acuosa de ácido clorhídrico y el producto intermedio formado se disuelve en 100 cc de ácido sulfúrico al 80 %. Se agita esta solución durante 8 horas a temperatura de 50° y a continuación se la vierte en hielo, con lo que se precipita el compuesto de la fórmula

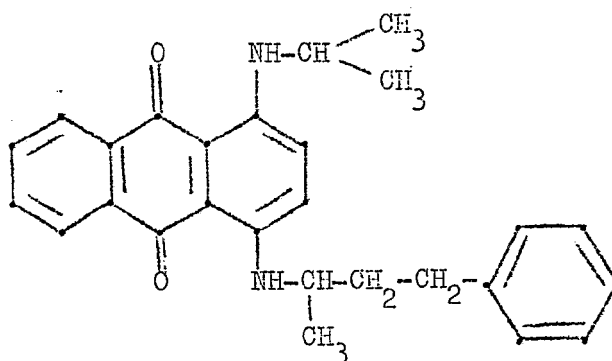
20.



341913

Se decanta la fase acuosa de ácido clorhídrico y el producto intermedio formado se disuelve en 100 cc de ácido sulfúrico al 80 %. Se agita esta solución durante 8 horas a temperatura de 50° y a continuación se la vierte en hielo, con lo que se precipita el compuesto de la fórmula

10.



15. el cual se purifica por recristalización en nebutanol.

Una mezcla homogénea de 41,2 g de este compuesto y 16,6 g de N-metilol-benzamida se introduce a temperatura de 0, a 5° en 300 g de ácido sulfúrico al 96 %, y se agita durante 24 horas a dicha temperatura la solución

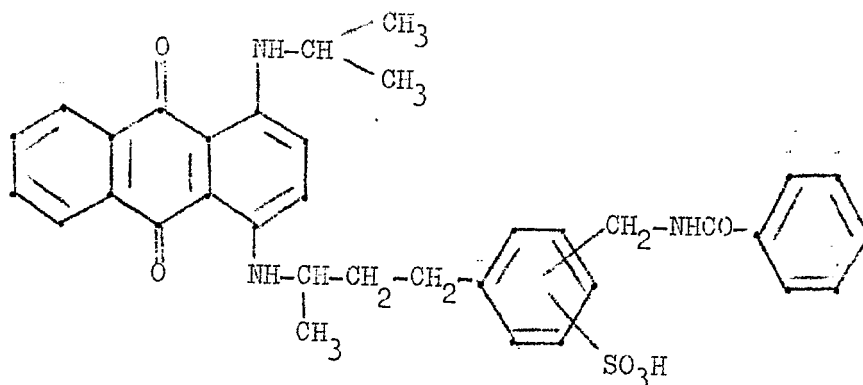
20. obtenida. A continuación se hace remontar la temperatura hasta 23° y se hacen afluir 130 g de óleum al 66 %. Se agita la solución durante 6 horas más, a 23-25°, y luego se la vierte en hielo. La elaboración final se desarrolla



341913

de manera análoga a la descrita en el Ejemplo 1. Se obtiene un colorante de la fórmula

5.



10.

que en baño ligeramente ácido tinte el nylon con matices azules muy brillantes y de muy buena igualdad. Al par de buena solidez a la luz, las tinturas manifiestan buenas propiedades de solidez a la humedad.

15.

En la tabla 3 que sigue se reseñan otros colorantes antraquinónicos de propiedades semejantes, que tienen igualmente con tonos azules sólidos las fibras de poliamida sintética y que se obtienen si los compuestos de la (N-acil-N-secualquilamino)-4-araquilamino-antraquinona re-

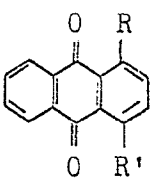
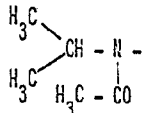
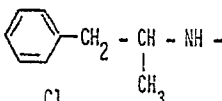
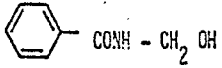
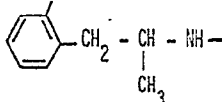
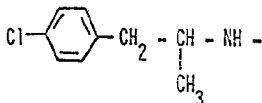
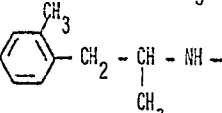
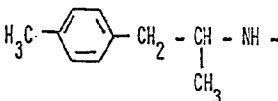
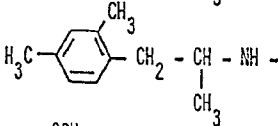
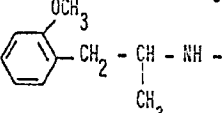
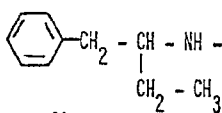
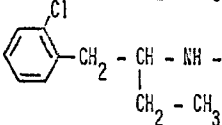
20.

señados en la columna II se saponifican siguiendo las indicaciones del Ejemplo 161, se hacen reaccionar con los compuestos N-metilólicos expuestos en la columna III y, por último, se sulfonan por el mismo procedimiento que se ha expuesto en el Ejemplo 161.



Tabla 3

341913

I	II	III		
No.		Compuestos N-metilólicos		
	R	R'		
5.	162			
	163	id.		id.
10.	164	id.		id.
	165	id.		id.
15.	166	id.		id.
	167	id.		id.
	168	id.		id.
20.	169	id.		id.
	170	id.		id.
25.				



341913

I	II	III	
No.		Compuestos N-metilólicos	
	R	R'	
5.	$\begin{array}{c} \text{H}_3\text{C} \\ \\ \text{CH} - \text{N} - \\ \quad \\ \text{H}_3\text{C} \quad \text{H}_3\text{C} - \text{CO} \end{array}$		
	id.	id.	
	id.	id.	
10.	id.		id.
	id.	id.	
	id.	id.	
15.	id.		id.
	id.	id.	
	id.	id.	
20.	id.		id.
	id.	id.	
	id.		id.



341913

I

II

.III

No.			Compuestos N-metilólicos
	R	R'	
5. 181			
182	id.		id.
183	id.		id.
10. 184	id.		id.
185	id.		id.
15. 186	id.		id.
187	id.		id.
188	id.		id.
20. 189	id.		id.

341913



I Nº	II	III		
		Compuestos N-metilólicos		
	R	R'		
5.	190			
	191	id.		id.
	192	id.		id.
10.	193			id.
	194	id.		
15.	195	id.		
	196	id.		id.
	197	id.		
20.	198	id.		id.

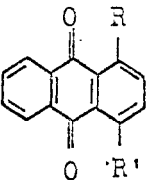
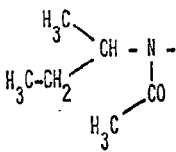
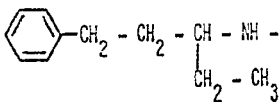

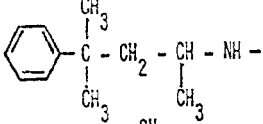
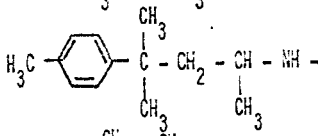
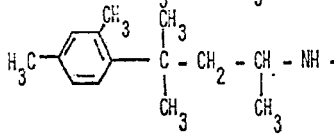
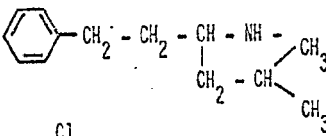
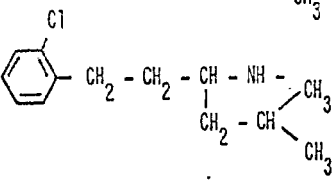
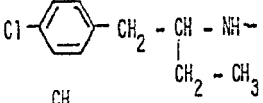
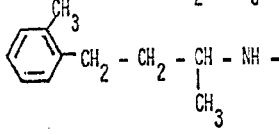
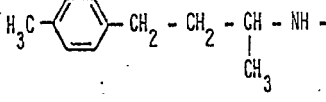
341913



No.	I	II	III
			Compuestos N-metilólicos
	R	R'	
5. 199			
200	id.		id.
201	id.		id.
10. 202	id.		id.
203	id.		id.
15. 204	id.		
205	id.		id.
206	id.		id.
20. 207	id.		id.

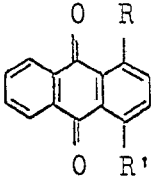
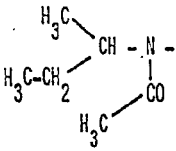
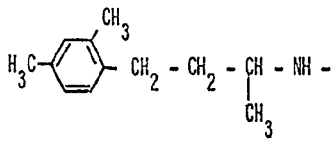
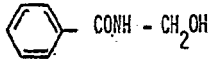
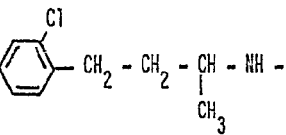
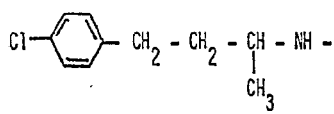
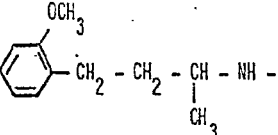
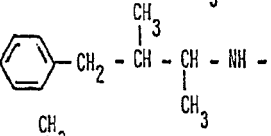
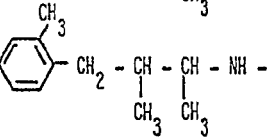
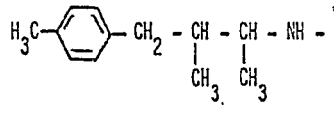
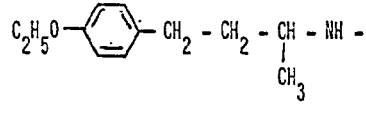


341913

I	II	III	
N ^o .		Compuestos N-metilólicos	
	R	R'	
5.			
	id.		id.
10.	id.		id.
	id.		id.
15.	id.		id.
	id.		id.
20.	id.		id.
	id.		id.
25.	id.		id.

341913



I	II	III		
No.	<div style="text-align: center;">  </div>	Compuestos N-metilólicos		
	R	R'		
5.	217			
	218	id.		id.
10.	219	id.		id.
	220	id.		id.
15:	221	id.		id.
	222	id.		id.
	223	id.		id.
20.	224	id.		id.



341913

I	II	III	
		Compuestos N-metilólicos	
	R	R'	
5.	225		
	226	id.	id.
10.	227	id.	id.
15.	228	id.	
	229	id.	
20.	230		



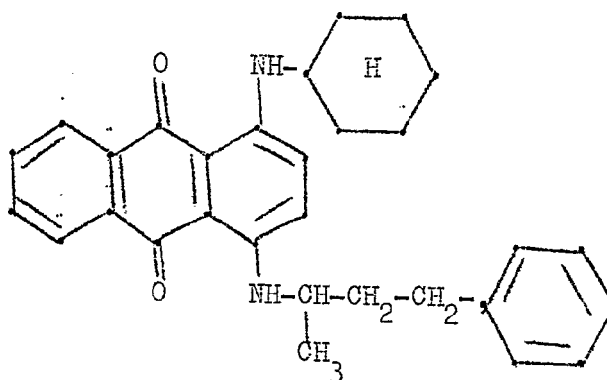
341913

EJEMPLO 231

Se disuelven 16,3 g de benzonitrilo y 0,1 g de hidroquinona en 65 g de ácido sulfúrico al 93 %, a 20°, se agita esta solución durante 3 horas a temperatura de 33 a 35°, se la enfría hasta 10 - 12°, se instilan en ella en el curso de una hora 7,5 g de éter alfa, alfa'-dicloro-dimetílico y a continuación se agita la mezcla, primeramente a 10 - 12°, durante 3 horas, y luego a 13-15°, durante 4 horas.

Se añaden a esta solución 350 g de ácido sulfúrico al 90 % y luego, a temperatura de 5 a 10°, se introducen en ella 45,2 g del compuesto de la fórmula

15.



20. Se agita la mezcla a dicha temperatura durante 24 horas,

341913

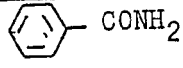
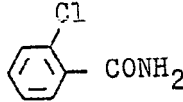
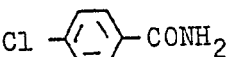
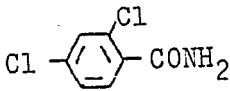
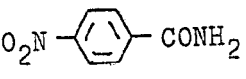
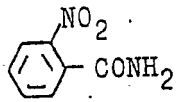
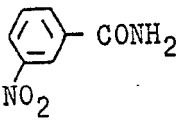
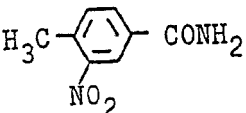
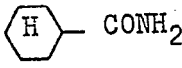
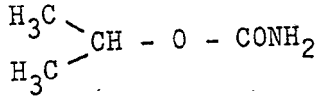
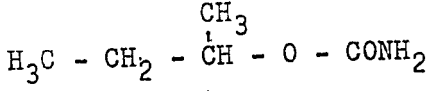
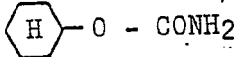
- se la vierte luego en hielo, se separa por filtración el producto de la condensación, se lava éste con agua, hasta neutralidad, y a continuación se le seca a 60°, en vacío. La sulfonación se realiza en óleum al 6 %, durante 5. 6 horas y a 23-26°, tal como se ha descrito en el Ejemplo 1, El colorante así obtenido es idéntico al que se ha expuesto en el Ejemplo 1.

- Si en lugar del compuesto antraquinónico de la fórmula anterior se emplea, procediendo en lo demás 10. de la misma manera, la cantidad equivalente de uno de los compuestos de 1-cicloalquilamino-4-aralquilamino-antraquinona reseñados en la columna II de la tabla I, o uno de los compuestos de 1-secualquilamino-4-aralquilamino-antraquinona reseñados en la columna II de la tabla 2, se obtienen co- 15. lorantes de propiedades semejantes.

- Se obtienen también productos finales de propiedades semejantes si, procediendo en lo demás de la misma manera, se emplea, en lugar de benzonitrilo, la cantidad equivalente de uno de los nitrilos reseñados en la 20. tabla 4 que sigue, respectivamente, de las correspondientes carbonamidas.



Tabla 4

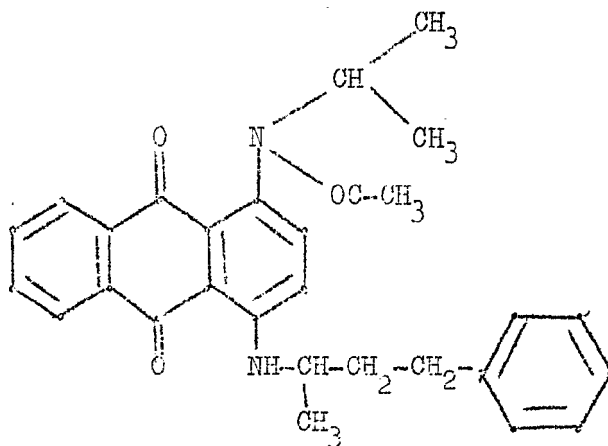
№.	
232	
5. 233	
234	
235	
10. 236	
237	
15. 238	
239	
240	H ₃ C - CN
20. 241	H ₃ C - CONH ₂
242	H ₃ C - CH ₂ - CN
243	H ₃ C - CH ₂ - CH ₂ - CONH ₂
25. 244	
245	H ₃ C - CH ₂ - O - CONH ₂
246	H ₃ C - CH ₂ - CH ₂ - O - CONH ₂
20. 247	
248	H ₃ C - CH ₂ - CH ₂ - CH ₂ - O - CONH ₂
249	
35. 250	



EJEMPLO 251

A 25°, se introducen 45,4 g del compuesto antraquinónico de la fórmula

5.



10.

(obtenido según el Ejemplo 161) en 180 g de monohidrato y se agita durante 6 horas a dicha temperatura, lo que hace que se produzca sulfonación. Se instilan entonces 80 cc de agua de manera que la temperatura no supere los 80° y se agita la solución a 80° durante 3 horas todavía, con lo cual se disocia el grupo acetílico. Se vierte la solución en una mezcla de hielo y sal común y se aísla y seca de la manera ordinaria el compuesto antraquinónico de la fórmula

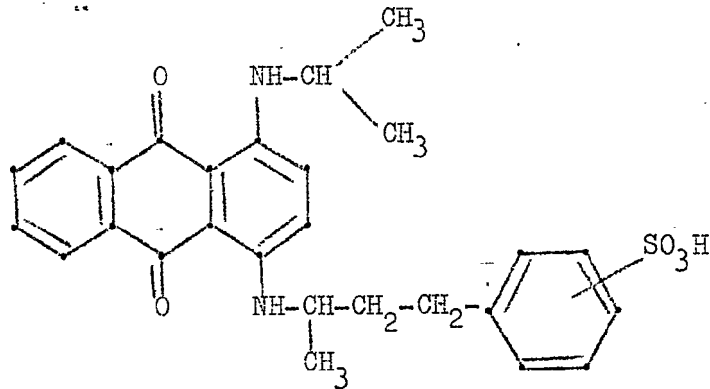
15.



= 56 =

341913

5.



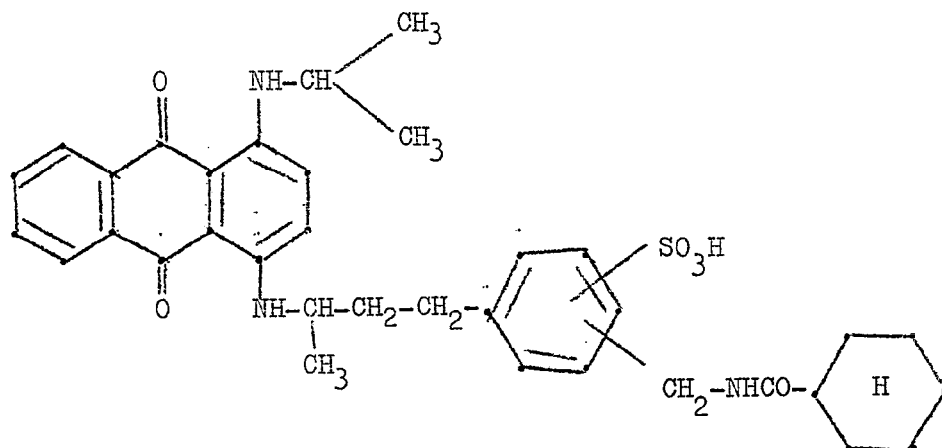
10.

El derivado antraquinónico sulfonado así obtenido, mezclado con 17,3 g de amida de ácido N-metilol-ciclohexancarboxílico, se introduce a 25° en 200 g de óleum al 18% y se agita a dicha temperatura durante 15 horas después de lo cual se vierte la solución en una mezcla de hielo y sal común. La elaboración ulterior se efectúa de la manera que se ha descrito en el Ejemplo 1.

15.

El colorante así obtenido, de la fórmula

20.

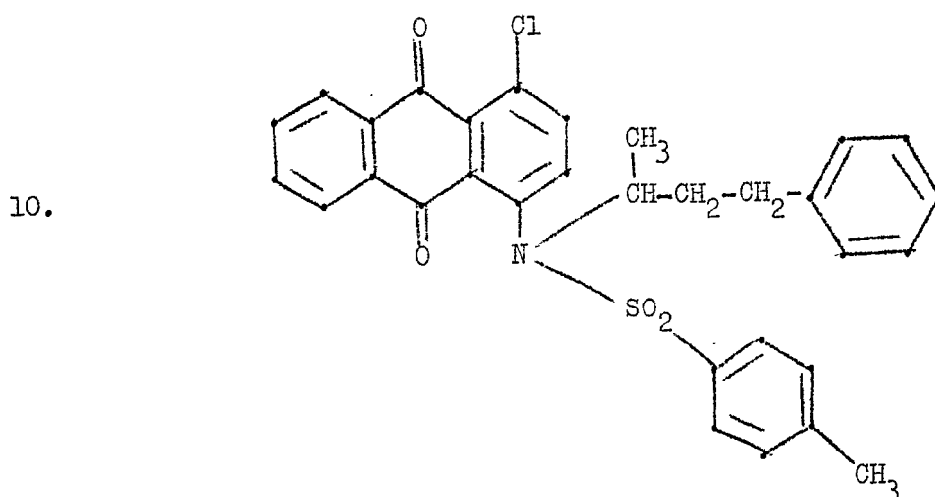




tiñe de azul el nylon en baño ligeramente ácido, Las tinturas obtenidas tienen buena solidez a la luz y a la humedad.

EJEMPLO 252

5. En una autoclave, se agita a temperatura de 110° una mezcla de 54 g del compuesto de la fórmula



15. (obtenido por reacción del correspondiente compuesto de 1-cloro-4-araquilamino-antraquinona con sulfocloruro de p-tolueno), 30 g de 2-amino-3-metilbutano y 100 cc de n-butanol, durante 24 horas, y luego se somete la mezcla reac-



= 58 =

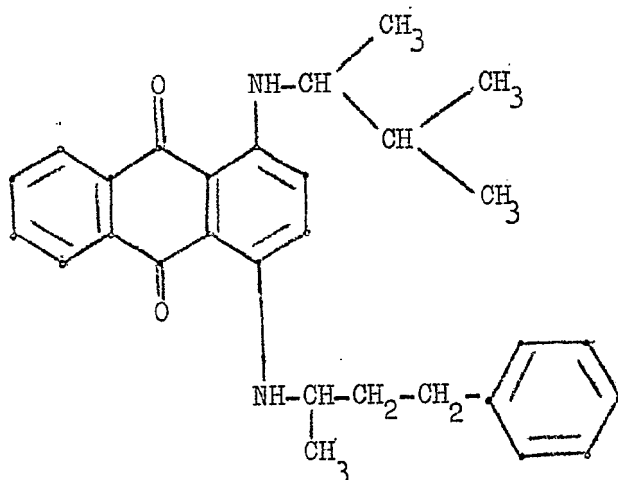
341913

cional a destilación con vapor de agua. El residuo, una resina roja, se vierte en 600 g de ácido sulfúrico al 80 %, y se agita la solución durante 10 horas a temperatura de 60°, lo que hace que se disocia el readical tosílico. Se

5. vierte la solución en hielo, se separa por filtración el producto precipitado y se le recristaliza en n-bitanol.

El producto así obtenido tiene la fórmula

10.



15.

Si, procediendo de la misma manera, se emplean, en lugar del compuesto anterior de 1-cloro-4-(N-aralquil-N-p-tolilsulfonilamino)-antraquinona, cantidades equivalentes de las 1-halogen-4-(N-acil-N-aralquilamino)-antraquinonas reseñadas en la tabla 5 que sigue y 30 g de 2-amino-3-metilbutano, se obtiene igualmente el compuesto de 1-secualquilamino-4-aralquilamino-antraquinona de la fórmula anterior.

20.



341913

Tabla 5

№.	
253	
5.	
254	
10.	
255	
15.	
256	
20.	
257	

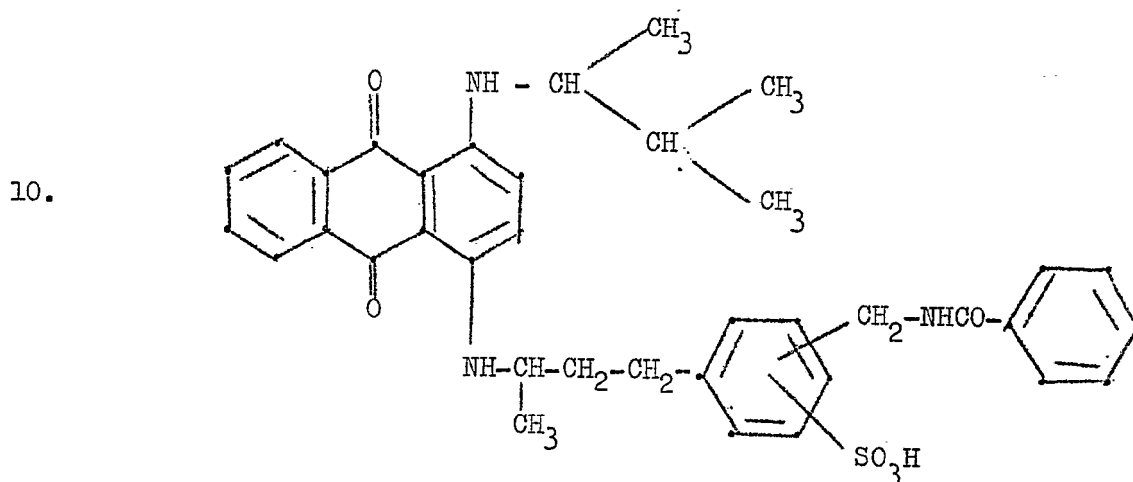
POOR
QUALITY

= 60 =

341913



- 44 g del compuesto de 1-secualquilamino-4-
aralquilamino-antraquinona obtenido en los Ejemplos 252
a 257 se condensan, de la manera que se ha descrito en el
Ejemplo 1, con 16,6 g de N-metilol-benzamida y a continua-
5. ción se sulfonan a 25° con óleum al 6 %. El colorante así
obtenido, de la fórmula



15. manifiesta propiedades semejantes a las del que se ha des-
crito en el Ejemplo 1.

EJEMPLO 258

- A temperatura de 40°, se introducen 10 g
de tejido de nylon en un baño tintóreo que contiene, en
20. 500 cc de agua, 0,20 g del colorante del Ejemplo 1, 0,25 g
de éster butílico sulfatado de ácido ricinoleico y 0,20 g



341913

- de ácido acético al 40 %. Se aumenta la temperatura uniformemente, en el curso de 30 minutos, hasta el punto de ebullición y luego se tiñe en ebullición suave durante una hora todavía. A continuación se enjuaga el gébero y se le
5. seca. Se obtiene una tintura azul brillante, muy homogénea, que presenta muy buena solidez a la luz y buena solidez al agua, al lavado y al sudor.

EJEMPLO 259

- En un aparato de laboratorio para teñir
10. en plegador, que contiene en 400 cc de líquido 0,20 g del colorante del Ejemplo 1, 0,30 g de sulfato amónico y 0,5 g del producto de reacción de una amina de peso molecular alto con 20 moles de óxido de etileno, se cargan 10 g de tejido de nylon "Nyltest" y luego se cierra el aparato.
15. A continuación se aumenta uniformemente la temperatura del líquido hasta 130° en el curso de 30 minutos y se tiñe a esta temperatura durante 30 minutos más. Después del enfriamiento, se retira del aparato el tejido, se enjuaga éste y se le seca. Se obtiene una tintura azul brillante,
20. homogénea, de buena solidez a la luz y buenas propiedades de solidez a la humedad, en particular buena solidez al agua, al lavado y al sudor.



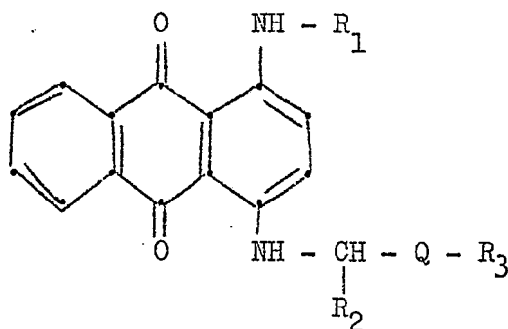
341913

N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patente alemana nº 8841/66 del 17 de Junio de 1966.

5. 1. Procedimiento para la preparación de colorantes antraquinónicos ácidos, caracterizado por hacerse reaccionar un compuesto antraquinónico de la fórmula I

10.



15. en la que

R_1 significa un grupo alquílico secundario o un grupo cicloalquílico

R_2 significa un grupo alquílico o un grupo ciclo-



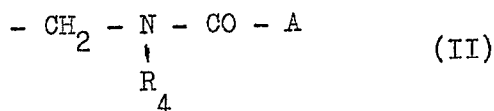
341913

alquílico,

5. R_3 significa un grupo arílico que presenta por lo menos dos átomos de hidrógeno reemplazables y que eventualmente está substituido por grupos de alquilo o alcoxilo inferiores o por átomos de halógeno

y

10. Q significa un grupo alquilénico, por el orden de sucesión que se quiera, con n moles de un agente de sulfonación y un mol de un compuesto introductor del radical de la fórmula II



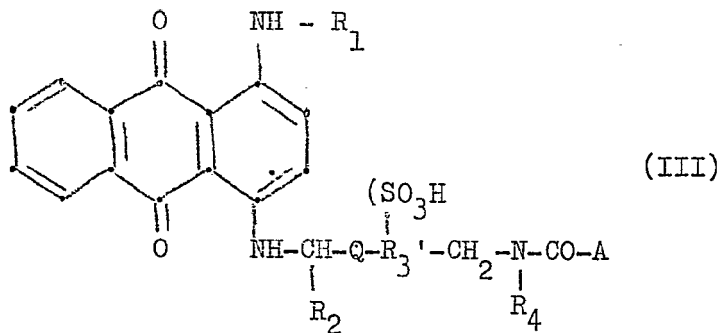
en la que

15. R_4 significa hidrógeno o un grupo alquílico inferior
- y
20. A significa un radical alquílico insubstituido, un radical cicloalquílico, un radical alcoxílico, un radical cicloalcoxílico o un radical arílico,

para formar una mezcla de colorantes antraquinónicos de la composición media de la fórmula III



341913



en la que

10. R_3' significa un grupo arílico correspondiente al radical R_3 , pero por lo menos trivalente,
 n significa un número positivo por valor de 1 a 2,
 y
 R_1, R_2, R_4, Q y A tienen el significado que se ha expuesto antes.

15. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el empleo de un compuesto antraquinónico de la fórmula I en el que R_1 significa el grupo isopropílico, butílico secundario o ciclohexílico, R_2 significa el grupo metílico y R_3-Q significa un grupo fenético.

20. 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por el empleo de un compuesto introductor del radical de la fórmula II en el que R_4 significa hidró-

341913

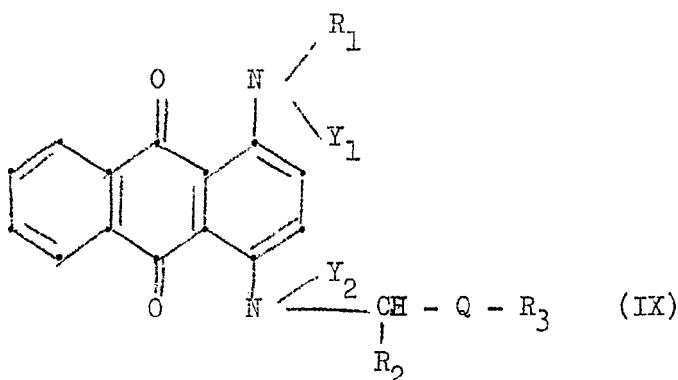


geno y A significa un radical fenílico, butilfenílico terciario, clorofenílico o diclorofenílico.

4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por hacerse reaccionar un compuesto antraquinónico de la fórmula I primeramente con el compuesto introductor del radical de la fórmula II y a continuación con el agente de sulfonación.

5. Procedimiento según la reivindicación 1, que en una alternativa de realización se caracteriza en que un compuesto antraquinónico de la fórmula IX

15.



en la que uno de los símbolos

20. Y_1 e Y_2 significa hidrógeno, mientras el otro significa un radical acílico,

\ddot{y}

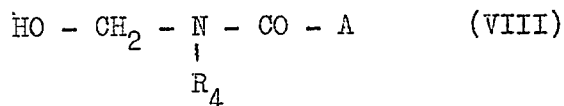
341913



R_1 , R_2 , R_3 y Q tienen el significado que se ha expuesto en la reivindicación 1, por el orden de sucesión que se quiera, se saponifica en el grupo acilamínico, se sulfona con n moles de un agente de sulfonación y se hace reaccionar con 1 mol de un compuesto introductor del radical de la fórmula II, con lo cual se obtiene una mezcla de colorantes antraquinónicos de la composición media de la fórmula III.

6. Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado en que un compuesto antraquinónico de la fórmula IX se saponifica primeramente en el grupo acilamínico; se hace reaccionar luego con el compuesto introductor del radical de la fórmula II y por último se sulfona.

7. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por emplearse, como compuestos introductores del radical de la fórmula II, N-metilolamidas de la fórmula VIII



20. en la que

R_4 y A tienen el significado expuesto en la reivindicación 1, o ésteres reactivos de estos compuestos con ácidos fuertes.

= 67 =



341913

8. Procedimiento para la preparación de colorantes antraquinónicos ácidos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 67 hojas foliadas y escritas

5. a máquina por una sola cara.

Madrid, a 16 Junio 1967

p.a.

JAIWE ISEB
E. P. 10

Firmado: JOSE RODRIGUEZ