

407245

MEMORIA DESCRIPTIVA F.C. 19-5-75

Int. Cl.²: C08F



-9 NOV. 1972

para solicitar PATENTE DE INVENCION en ESPAÑA por 20 años.

a nombre de CROMPTON & KNOWLES CORPORATION

entidad Norteamericana

con domicilio en: 345 Park Avenue, Nueva York, Nueva York,
Estados Unidos de América.

por: "METODO PARA PREPARAR COLORANTES ACIDOS AZULES DE
ANTRAQUINONA".

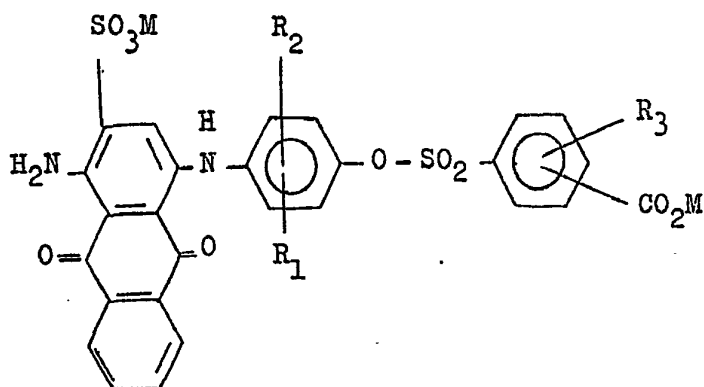
(Clase Internacional C08f)

407245



Esta invención se refiere a nuevos compuestos que son útiles para la tinción de poliamidas tales como nylon, seda y lana y que son particularmente útiles para la tinción de los componentes de nylon de tinción más intensa de artículos textiles de nylon de tinción diferencial.

Los nuevos compuestos tienen la estructura



en la cual M representa -H, -Na, -K, -Li ó -NH₄;

R₁ representa -H ó -alcoholo inferior; R₂ representa -H ó -alcoholo inferior; R₃ representa -H, -alcoholo inferior, -F, -Cl, -Br ó -NO₂.

Los nuevos compuestos se obtienen por condensación del ácido 1-amino-4-bromo-antraquinon-2-sulfónico - (ácido bromamínico) en condiciones moderadamente alcalinas en presencia de un catalizador de cobre con 4-amino-fenol, un 4-amino-alcohol-fenol, o un 4-amino-dialcohol-fenol, y

407245

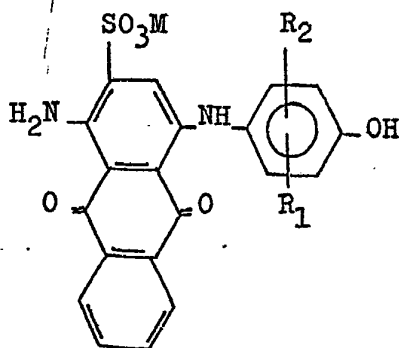


-9

haciendo reaccionar el compuesto intermedio así formado con un ácido clorosulfonil-benzoico o con un derivado del mismo que contiene el grupo alcohol, nitro o halógeno, asimismo en condiciones moderadamente alcalinas.

5 Los colorantes se obtienen usualmente en forma de las sales de sodio de los ácidos sulfónicos y carboxílicos. Se pueden utilizar como tales o convertidos en los ácidos libres por tratamiento con un ácido inorgánico en frío, y filtración. Estos se pueden convertir en diversas sales tales como las sales de Na, K, Li ó NH_4 por neutralización con un hidróxido, carbonato o bicarbonato apropiado.

15 Los aminofenoles apropiados que se pueden utilizar para la reacción con el ácido bromamínico para producir el compuesto intermedio que tiene la Estructura I



(Estructura I)

20

25

incluyen para-aminofenol, 2-metil-4-aminofenol, 3-metil-4-aminofenol, 2-etil-4-aminofenol, 3-etil-4-aminofenol,

407245



2,3-dimetil-4-aminofenol, 3,5-dimetil-4-aminofenol, 2,5-
-dimetil-4-aminofenol y similares.

5 Los ácidos clorosulfonil-benzoicos apropiados que se pueden utilizar para la reacción con compuestos -
intermedios de la Estructura I con el fin de producir los
nuevos colorantes incluyen ácido 3-clorosulfonil-benzoico,
ácido 4-clorosulfonil-benzoico, ácido 2,4,5, ó 6-metil-
-3-clorosulfonil-benzoico, ácido 2,4,5, ó 6-cloro-3-cloro-
sulfonil-benzoico, ácido 4-bromo-3-clorosulfonil-benzoico,
10 ácido 5-nitro-3-clorosulfonil-benzoico, ácido 4-flúor-3-
-clorosulfonil-benzoico, ácido 2-flúor-5-clorosulfonil-
benzoico; ácido 2-cloro-4-clorosulfonil-benzoico, ácido
3-cloro-4-clorosulfonil-benzoico, ácido 2 ó 3-metil-4-
clorosulfonil-benzoico, y similares.

15 Los nuevos compuestos son útiles como coloran-
tes azules estables a la luz para poliamidas. Cuando se
aplican a hilos o artículos textiles compuestos de polia-
midas que tienen características de tinción diferentes,
por ejemplo hilos de nylon compuestos o artículos textiles
20 compuestos de dos o más tipos diferentes de fibras de -
nylon que tienen características de tinción diferentes,
p.ej., nylon ordinario, nylon de tinción intensa, nylon
de tinción ultra-intensa, nylon de tinción ligera y nylon
susceptible de tinción por colorantes catiónicos, los co-
25 lorantes se pueden utilizar para producir contrastes de

407245



5 color notables entre los diferentes tipos de fibra de una
composición dada mediante el control del pH al que se apli-
ca el colorante. Además de ello, los colorantes de esta -
invención se pueden aplicar simultáneamente con colorantes
de otros tipos tales como colorantes dispersos, colorantes
básicos modificados, o colorantes ácidos de tinción neutra
para dar todavía otras variantes de contraste. Generalmente,
los colorantes de esta invención tiñen satisfactoriamente
los nylons de tinción más intensa a todos los valores usua-
les de pH, p.ej., desde pH 2 a pH 11; en cambio, para valo-
res de pH superiores a aproximadamente 7 no tiñen aprecia-
blemente el nylon ordinario, el nylon de tinción ligera o
el nylon susceptible de tinción por colorantes catiónicos,
y a pH 9⁺ no tiñen en absoluto estos componentes.

15 Cuando se aplican los compuestos de esta inven-
ción a un hilo o artículo textil compuesto de nylon que -
contiene fibras de nylon 6 y fibras de nylon 6,6, se ob-
tiene una tinción diferencial satisfactoria entre las fi-
bras de nylon 6 y de nylon 6,6, consiguiéndose intensidades
diferentes del color azul. La relación de la intensidad de
20 tono entre los dos tipos de nylon y el agotamiento del baño
de colorante depende del valor de pH del baño de colorante.
En general, el grado de agotamiento disminuirá con el aumen-
to de pH; y el nylon 6,6 ordinario o el nylon de tinción
25 ligera se colorearán en tonos más claros o incluso quedarán



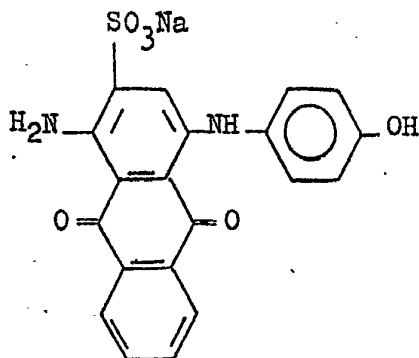
sin teñir, mientras que los componentes más receptivos se colorearán más intensamente, produciéndose así el contraste.

5 Los nuevos compuestos son compatibles con una gran diversidad de otros colorantes para poliamidas cuando se aplican a partir de un baño común, y en general no son bloqueados fácilmente por otros colorantes.

10 Los ejemplos que siguen servirán para ilustrar la preparación y el empleo de los colorantes de esta invención. En estos ejemplos, las partes y porcentajes se expresan en peso, y las temperaturas se expresan en grados centígrados, a no ser que se indique otra cosa.

EJEMPLO 1

15 El compuesto (43 partes) que tiene la estructura:



20

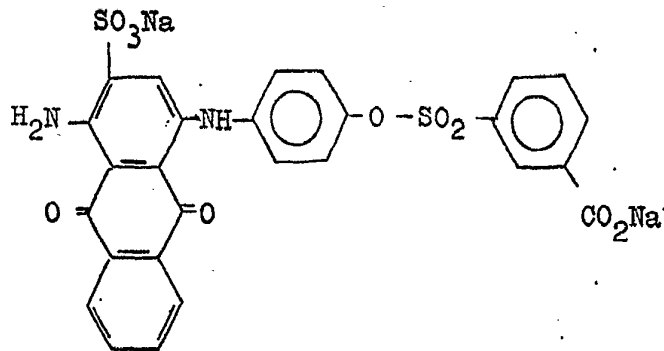
25 (preparado por condensación de la sal sódica del ácido -

407245



1- amino-4-bromoantraquinon-2-sulfónico, con para-aminofenol en solución alcalina en presencia de CuCO_3 como catalizador) se disolvió a pH 9,4 en 500 partes de agua a 75° . Se añadieron a esta solución 30 partes de carbonato de sodio. Durante la media hora siguiente se añadieron 35 partes de ácido 3-clorosulfonyl-benzoico en pequeñas porciones, finalizado dicho período la solución original azul verdosa había adquirido una coloración azul rojiza. Se añadieron a la solución 90 partes de cloruro de sodio. Después de enfriar a 45° , el producto cristalizó en la solución, se filtró y se secó.

El producto obtenido es un sólido de color azul oscuro, muy soluble en agua, que tinte el nylon y otras fibras de poliamida naturales y sintéticas en baños acuosos ácidos en tonos de azul rojizo que tienen una solidez satisfactoria a la luz y al lavado, y tiene la estructura:



407245 -9



Tiñe las fibras y los tejidos de nylon de tinción intensa y tinción ultra-intensa en baños neutros hasta alcalinos, si bien deja el nylon 6,6 ordinario sin teñir o sólo ligeramente teñido en los mismos baños.

5 La sal disódica (25 partes) se empastó en -
250 partes de agua, produciéndose la disolución completa a 25°. La adición de 10 partes de ácido clorhídrico concentrado hizo descender el pH a menos de 1, y produjo la precipitación completa del colorante en forma del ácido
10 libre. Se filtró el precipitado y se lavó con 100 partes de agua que contenía 5 partes de ácido clorhídrico concentrado. La pasta resultante se puso en suspensión con 100 partes de agua. La adición de 8 partes de hidróxido de amonio concentrado dió una solución del colorante en forma
15 de la sal diamónica a pH 10.

En el procedimiento arriba indicado, cuando se trató la suspensión de pasta ácida con 5 partes de carbonato de potasio, resultó una solución de la sal dipotásica del colorante. Análogamente, la utilización de 5 partes
20 de carbonato de litio en sustitución del carbonato de potasio dió una solución de la sal dilítica del colorante. Estas sales se obtuvieron en forma de polvos secos solubles en agua mediante deshidratación por pulverización. Tenían propiedades de tinción y solidez semejantes a las de las
25 sales disódicas cuando se aplicaron a fibras y tejidos de

407245 -9



nylon.

5 Los colorantes que tienen una estructura seme-
jante en líneas generales pero que no incluyen un grupo
solubilizante en agua tal como un grupo carboxi en el
anillo de benceno terminal, no poseen las características
de tinción de los colorantes de esta invención, en el
sentido de que aquéllos tifican el nylon ordinario en so-
luciones neutras hasta alcalinas, mientras que los colo-
rantes de esta invención no son colorantes satisfactorios
10 en tales condiciones.

Esta solicitud que corresponde a la presentada
en los Estados Unidos de América, el 20 de Octubre de -
1971, bajo el N°. 190.816, se acoge a los beneficios del
artículo 51 del vigente estatuto sobre Propiedad Indus-
15 trial.

20 - REIVINDICACIONES -

Los puntos de invención propia y nueva que se pre-
25 sentan para que sean objeto de esta solicitud de patente de

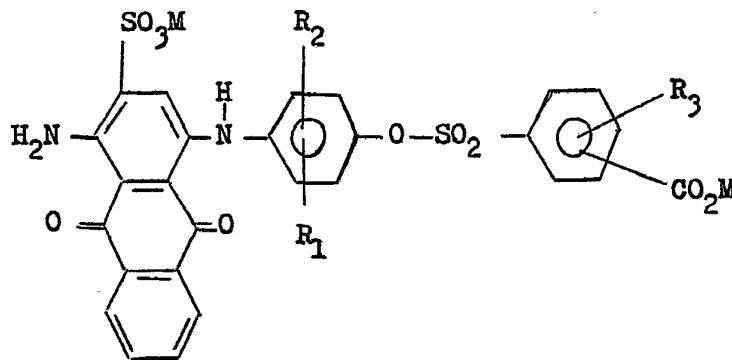
407245

-7 MAR. 1975

invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Método para preparar colorantes ácidos azules de antraquinona que tienen la estructura:

5



10

15

20

25

en donde M representa -H, -Na, -K, -Li o -NH₄; R₁ representa -H o alcoholo inferior; R₂ representa -H o alcoholo inferior; R₃ representa -H, -alcoholo inferior, -F, -Cl, -Br ó NO₂, que comprende condensar ácido 1-amino-4-bromo-antraquinon-2-sulfónico en condiciones suavemente alcalinas en presencia de un catalizador de cobre con 4-amino-fenol, un 1-4-amino-alcoholo-fenol o un 4-amino-dialcoholo-fenol, hacer reaccionar el producto intermedio así formado con ácido clorosulfonil-benzoico o un derivado de alcoholo, nitrado o halogenado del mismo, también en condiciones suavemente alcalinas, y recuperar el compuesto en forma de una sal de metal alcalino, que, si se desea, puede ser utilizada como tal o convertida de un

407245



-7 MAR. 1975

modo convencional en otras formas de sal o en el ácido li
bre.

2.- Método para preparar colorantes ácidos azu
les de antraquinona.

5 Tal y como se ha descrito en la Memoria que an
tecede, y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de once hojas escritas a má
quina por una sola cara.

Madrid,

-7 MAR. 1975

P.A.

IC

Alberto de Eizaburu

For Pater

5.3.75

MTP.