

Case 1-9375/4

1439247

Int. Cl.:	C09B
-----------	------

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

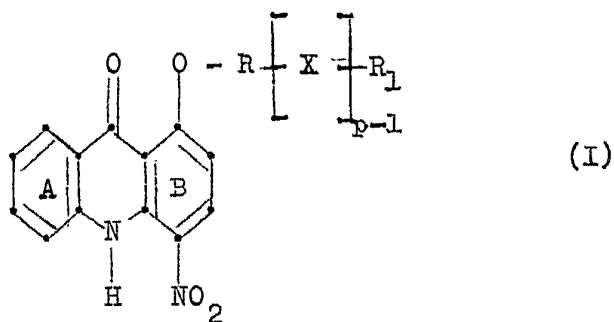
por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES NI-
TRO DE LA SERIE ACRIDONICA", a favor de la firma suiza
CIBA-GEIGY AG., residente en BASILEA(Suiza)

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a nuevos colorantes
nitro de la serie acridónica, al procedimiento para pre-
pararlos, a su empleo para teñir material orgánico, en
especial el empleo de aquellos de estos colorantes nitroa-
crídonicos que tienen solubilidad difícil en agua para
5. teñir material de fibra orgánico hidrófobo, en suspensio-
nes acuosas finamente dispersas y, como artículo industrial,
al material teñido con los nuevos colorantes nitro.

Objeto del invento son pues nuevos colorantes
10. exentos de grupos hidrosolubilizantes, de la fórmula I



en la que

R es un radical alquilénico lineal o ramificado, eventualmente interrumpido por átomos de azufre o de oxígeno y eventualmente sustituido por grupos hidroxílicos,

10.

R₁ es un grupo arílico, eventualmente sustituido, o un radical bencílico, eventualmente sustituido,

X es un átomo de oxígeno o de azufre,

15.

los anillos

A y B pueden llevar eventualmente otros sustituyentes no iónicos,

el anillo

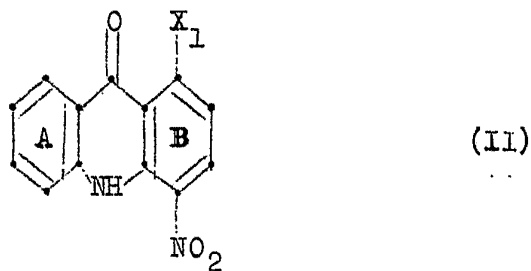
A puede llevar un anillo benzoico yuxtapuesto y

20.

p es igual a 1 ó 2.

Los nuevos colorantes se obtienen si se hace reaccionar un compuesto acridónico de la fórmula II

25.

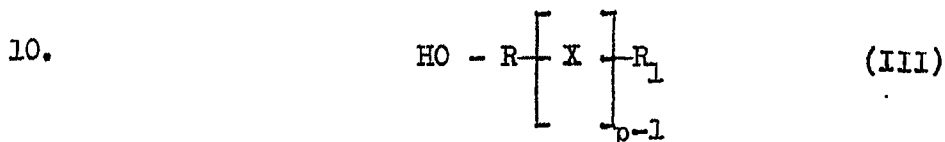


en la que

X_1 significa un substituyente móvil que hace posible la substitución nucleófila, los anillos

5. A y B pueden estar substituídos ulteriormente y el anillo

A puede estar condensado con otro anillo, con un compuesto hidroxílico de la fórmula III



en la que

p, R, R_1 y X tienen el mismo significado que antes, eventualmente en presencia de un agente aceptor de ácido, o respectivamente con una sal metálica de un compuesto hidroxílico de la fórmula III, para formar un colorante nitroacridónico de la fórmula I.

15.

Los compuestos de este invento no contienen en particular ningún substituyente (como el grupo de ácido sulfónico, de ácido carboxílico o de ácido fosfórico) que forme aniones hidrosolubles que se disocian en agua con acidez.

20.

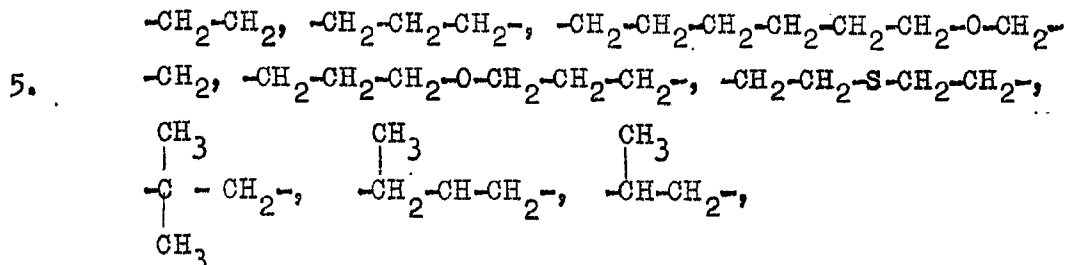
En la fórmula II, X_1 significa preferentemente flúor, cloro o bromo. Pero también puede representar el grupo nitro o un grupo inferior de alcoxilo, como el grupo metoxílico o etoxílico.

25.

En calidad de radicales R entran en cuenta, por ejemplo, los grupos alquilénicos lineales o ramifica-

dos que tienen hasta 4 átomos de carbono, eventualmente substituídos por grupos hidroxílicos.

Grupos apropiados son, por ejemplo:



Se prefieren los grupos de la fórmula $-(\text{CH}_2)_{2-4}-$.

10. En calidad de radicales arílicos R_1 entran en cuenta preferentemente radicales fenílicos, insubstituídos o substituídos, los cuales pueden presentar los substituyentes que se indican a continuación.

15. También los radicales bencílicos, que asimismo entran en cuenta como radicales R_1 , pueden presentar los substituyentes que a continuación se indican, con excepción de los radicales bencénicos yuxtacondensados.

20. Todos los anillos carbocíclico-aromáticos del colorante nitroacridónico de la fórmula I pueden contener los substituyentes usuales en los colorantes; por ejemplo, halógenos, como flúor, cloro o bromo, grupos alquílicos, de preferencia grupos alquílicos inferiores con 4 átomos de carbono a lo sumo, como los radicales de metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, isobutilo, butilo terciario, isoamilo y amilo terciario, pero también grupos alquílicos más altos; grupos arílicos mononucleares, como el grupo fenílico o p-metilfenílico; grupos alcoxílicos, como el grupo metoxílico o etoxílico; grupos alquiltio, como el grupo metiltio o etiltio; grupos mononucleares de arilo-

25.

- xilo o ariltio, como el grupo de fenoxilo o de feniltio; grupos acílicos, por ejemplo grupos de hidrocarburo-sulfonilo, como los grupos de alquilo inferior-sulfonilo o de fenil-sulfonilo; grupos de carboalcoxilo inferior; grupos de ácido carboxílico o de ácido sulfónico; grupos de amida de ácido carboxílico o de amida de ácido sulfónico derivados del amoníaco o de aminas orgánicas primarias o secundarias, como los grupos de N-mono- o N,N-di-alquilamida inferior de ácido carboxílico o de ácido sulfónico;
5. grupos amínicos primarios, secundarios y terciarios, en cuyo caso para los secundarios y terciarios entran en cuenta preferentemente como substituyentes los grupos alquílicos inferiores; grupos acilamínicos, en particular los grupos alcanoilamínicos inferiores o los aroilamínicos mononucleares; y además el grupo de nitro, ciano o trifluorometilo.
- 10.
- 15.

Cuando el anillo A está ulteriormente condensado, presenta sobre todo radicales benzoicos. Por ejemplo, el anillo A puede contener en posición 7,8 un radical benzoico. Es ventajoso que el anillo A esté insubstituido o contenga un grupo de alquilo inferior, como el de metilo o etilo, de alcoxilo inferior, como el de metoxilo o etoxilo, o halógeno, como cloro o bromo.

20.

En calidad de substituyentes el anillo B puede contener sobre todo radicales alcoxílicos, como metoxilo, y halógeno, como cloro, especialmente en la posición 2. Pero principalmente el anillo B está insubstituido.

25.

Cuando R_1 representa un radical fenílico subs-

tituido, de los sustituyentes posibles indicados antes se prefieren los siguientes: átomos de cloro o grupos de metoxilo, etoxilo, metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, isobutilo, butilo terciario, fenilo y trifluorometilo.

5.

El anillo A puede presentar como sustituyentes preferidos átomos de cloro y de bromo, radicales de metilo, etilo, isopropilo, butilo terciario, fenilo, metoxilo, etoxilo, fenoxilo, metilmercapto, acetamido, nitro y radicales benzoicos (y estos últimos precisamente en posición 6,7 o 7,8).

10.

La reacción del compuesto acridónico de la fórmula II con el compuesto hidroxílico de la fórmula III se efectúa, por ejemplo, en fusión, en un exceso de compuesto hidroxílico o en solución o dispersión acuosa, orgánica u organicoacuosa. En concepto de disolventes orgánicos son aptos, por ejemplo, los hidrocarburos aromáticos, como el tolueno o los xilenos, los halohidrocarburos aromáticos, como el clorobenceno, las cetonas alifáticas, como la metiletilcetona o la metilisobutilcetona, los éteres cíclicos, como el dioxano, las amidas de ácidos grasos inferiores, en especial la dimetilformamida, o los sulfóxidos de dialquilo, como el sulfóxido de dimetilo. Se recomienda partir de una sal alcalinometálica (en particular, la sal sódica o potásica) del compuesto hidroxílico de la fórmula III o bien emplear al mismo tiempo agentes de reacción alcalina; en este último caso entran en cuenta particularmente los carbonatos de metal alcalino, como el carbonato sódico o potá-

15.

20.

25.

sico, o los hidróxidos de metal alcalino, de preferencia el hidróxido sódico o potásico, pero también el óxido de magnesio o las bases de nitrógeno terciarias, como la piridina. En sulfóxido de dimetilo, la reacción se desarrolla ya a la temperatura del ambiente; en todos los demás disolventes está indicada una temperatura más alta, de 80 a 140°C por ejemplo.

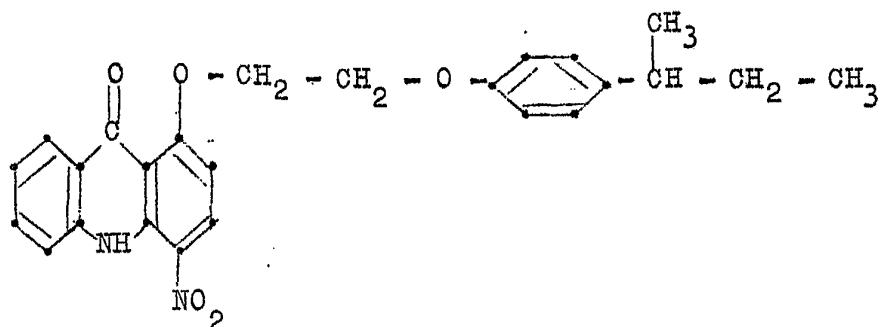
10. Los nuevos colorantes nitro de la serie acridónica carentes de grupos hidrosolubilizantes que disocian en agua son aptos para teñir material de fibra orgánico sintético, hidrófobo; por ejemplo, para teñir material textil constituido por ésteres orgánicos de peso molecular alto, como el diacetato o el triacetato de celulosa, y para teñir material textil hecho de ésteres poliméricos de ácidos policarboxílicos aromáticos con alcoholes polivalentes, sobre todo de tereftalato de polietilenglicol o de tereftalato de policiclohexandiol. Pero estos colorantes pueden emplearse también para teñir
15. fibras de poliamida sintética, como las de polihexametilendipinamida, de policaprolactama o de ácido poliaminoundecánico, lo mismo que para teñir poliolefinas, en particular fibras de polipropileno. Además, según la composición, son aptos para teñir o pigmentar en la masa barnices, aceites y ceras, lo mismo que derivados de celulosa, en particular ésteres de celulosa, como el acetato de
20. celulosa, porque muchos colorantes nitroacridónicos de este invento son solubles en algunos disolventes orgánicos usuales (por ejemplo, en acetona o metiletilcetona). Estos colorantes son también aptos en especial para teñir
- 25.

fibras de poliéster a partir de disolventes orgánicos.

- De preferencia, la tinción de dichos materiales de fibra con los colorantes nitroacridónicos de este invento difícilmente solubles en agua se realiza en dispersión acuosa. Es por lo tanto conveniente dividir con
5. finura los colorantes de dispersión de la fórmula I mediante molturación con dispersantes y a ser posible con otras materias auxiliares de la molturación, para obtener preparados de colorante.
10. Dispersantes aniónicos apropiados para ello son, por ejemplo, los sulfonatos de alquilarilo, los productos de condensación del formaldehído con ácido naftalinsulfónico y los sulfonatos de lignina; y dispersantes no ionógenos apropiados para ello son los éteres poliglicólicos de alcohol graso o de alquifenol con radical alquílico más alto.
15. La tinción de las fibras de poliéster con los colorantes de este invento difícilmente solubles en agua, a partir de dispersión acuosa, se realiza por los métodos usuales para los materiales de poliéster. Los poliésteres
20. de ácidos policarboxílicos aromáticos con alcoholes polivalentes se tiñen de preferencia a temperaturas superiores a 100° C, con presión. Pero la tinción puede efectuarse también al punto de ebullición del baño tintóreo, en presencia de cromóforos (por ejemplo, de fenilfenolatos
25. de metal alcalino, de compuestos policlorobencénicos o de agentes auxiliares semejantes), o por el método de fulardeo y tratamiento consecutivo en caliente (por ejemplo, termofijación a 180-210° C). Las fibras de diacetato

- de celulosa, para las cuales los colorantes de este invento tienen afinidad especialmente buena, se tiñen preferentemente a temperaturas de 80 a 85° C, mientras que las fibras de triacetato de celulosa se tiñen con ventaja al punto de ebullición del baño tintóreo. Al teñir este último tipo de fibras huelga el empleo de cromóforos. Los colorantes nitroacridónicos de este invento pueden utilizarse también para la estampación de dichos materiales por los métodos corrientes.
- 5.
10. Los colorantes de dispersión de la fórmula I prenden muy bien a dicho material de fibra orgánico hidrófobo, principalmente a las fibras de tereftalato de polietilenglicol, y dan sobre este material de fibra tinturas vigorosas, amarillas hasta anaranjadas, que tienen muy buena resistencia a la luz, al lavado, al batanado, al frote, al sudor, a la sublimación, a los disolventes y al decatizado. Además, tienen alta extinción molar en los disolventes orgánicos (por ejemplo, en dimetilformamida).
- 15.
20. Otra ventaja más de los nuevos colorantes nitroacridónicos consiste en que se dejan combinar bien con los colorantes antraquinónicos azules. En las combinaciones de colorantes pardas muestran gran intensidad de colorido.
- Los ejemplos que siguen ilustran el invento. En ellos las temperaturas están expresadas en grados centígrados.
- 25.

Ejemplo 1



10. En una solución de 1,54 g de sodio en 130 cc de 2-(4-secubutil-fenoxi)-etanol se depositan a la temperatura del ambiente 13,75 g de 1-cloro-4-nitro-acridona. Se calienta a 90-95° en el curso de 20 minutos la suspensión roja originada y se la agita a dicha temperatura durante 3 horas. Luego se hace afluir la solución amarilla resultante, con buena agitación, a una mezcla de 150 cc de etanol y 20 cc de ácido acético glacial, lo que hace que se precipite el colorante amarillo de la fórmula expuesta al principio. Se vuelve a calentar en ebullición y al cabo de 5 minutos de ebullición se filtra en caliente todavía. Se lava con alcohol y agua el colorante amarillo y se le seca a 100°, en vacío. El rendimiento es de 16,9 g. Para purificar el producto, se le puede recristalizar de clorobenceno.
- 15.
- 20.

25. El colorante nitro obtenido tiñe, después de molturación con la sal sódica del producto de condensación de ácido naftalin-2-sulfónico con formaldehído en presencia de o-fenilfenolato sódico como agente hinchante, las fibras de tereftalato de polietilenglicol en matices amarilloverdosos de muy buena resistencia al lavado, al

frote, a la luz y a la sublimación. Si en lugar de los 130 cc de 2-(4-secubutil-fenoxi)-etanol se emplean las mismas cantidades de uno de los 2-fenoxi-etanoles reseñados en la columna 2 de la Tabla I que sigue y se procede en lo demás de la misma manera, se obtienen productos finales que tiñen las fibras de polietilenglicol en los tonos sólidos que se indican en la tabla.

TABLA I

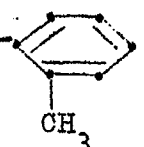
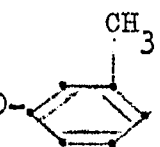

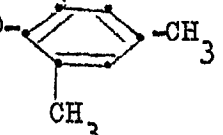
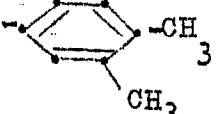
Nº	2-fenoxi-etanol	Matiz sobre las fibras de tereftalato de polietilenglicol
1	$\text{HO-CH}_2\text{CH}_2\text{-O-}$ 	amarilloverdoso
2	$\text{HO-CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-}$ 	"
3	$\text{HO-CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-}$ 	"
4	$\text{HO-CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-}$ 	"
5	$\text{HO-CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-}$ 	"

TABLA I (Continuación)

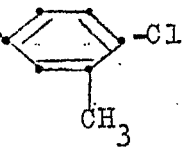
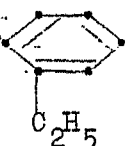
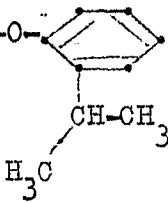
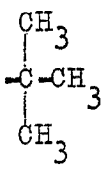
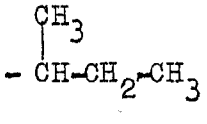
Nº	2-fenoxi-etanol	Matiz sobre las fibras de tereftalato de poli-etilenglicol
6	$\text{HO-CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-}$ 	amarilloverdoso
7	$\text{HO-CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-}$ 	"
8	$\text{HO-CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-}$ 	"
9	$\text{HO-CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-}$ 	"
10	$\text{HO-CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-}$ 	"

TABLA I (Continuación)

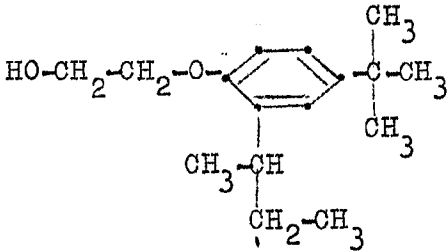

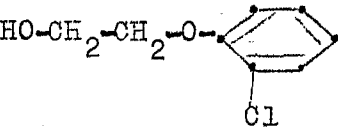
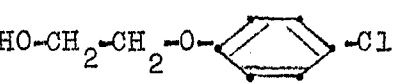
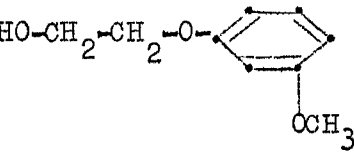
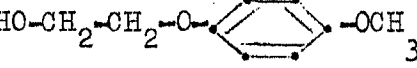

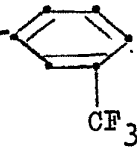
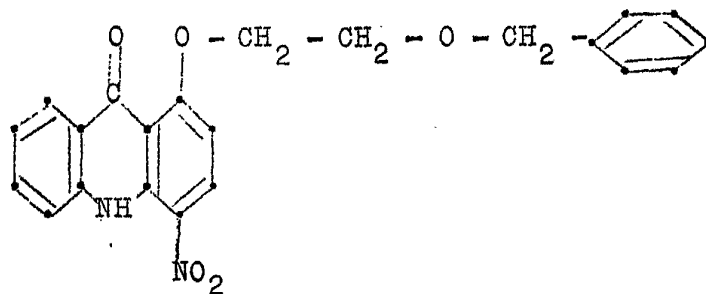
Nº	2-fenoxi-etanol	Matiz sobre las fibras de tereftalato de poli-etilenglicol
11		amarilloverdoso
12		"
13		"
14		"
15		"
16		"
17		"

TABLA I (Continuación)

Nº	2-fenoxi-etanol	Matiz sobre las fibras de tereftalato de poli-etilenglicol
18	$\text{HO-CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-}$ 	"

Ejemplo 2

10.



15.

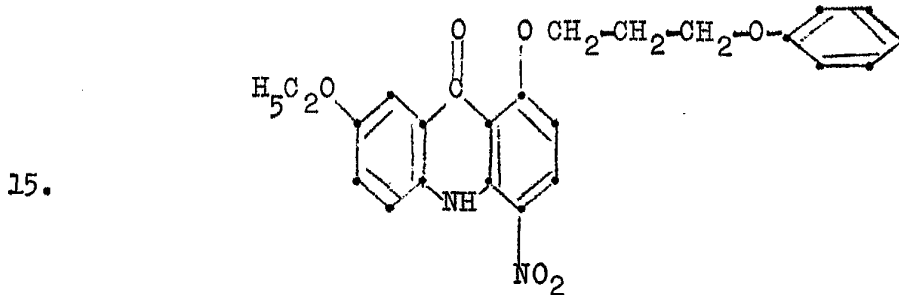
20.

Se mezclan con 80 cc de 2-benciloxi-etanol 21,1 g de una solución al 30,7 % de metilato sódico y, agitando, se calienta en ebullición. Después de separar por destilación al alcohol metílico, se calienta la mezcla a 100° C y se la agita a esta temperatura y en vacío por 3 horas todavía. Después del enfriamiento hasta la temperatura del ambiente, se añaden aún 60 cc de 2-benciloxi-etanol y luego se introducen 16,5 g de 1-cloro-4-nitro-acridona. Se origina una suspensión rojiamarilla, que se calienta a 90-95° y se agita a esta temperatura durante 1 1/2 horas. Después del enfriamiento hasta la temperatura del ambiente, se separa por fil-

5. tración el colorante amarillo precipitado, se le lava primeramente con 2-benciloxi-etanol y luego con alcohol y agua y se le seca en vacío a 100°. El rendimiento es de 17,3 g. Para mayor purificación, se puede recristalizar el colorante de benceno.

10. Este colorante tiñe, en dispersión acuosa y en presencia de o-fenilfenolato sódico, las fibras de tereftalato de polietilenglicol en tonos amarilloverdosos de muy buena resistencia al lavado, al frote, a la luz y a la sublimación.

Ejemplo 3



20. A una solución de 1,23 g de sodio en 110 cc de 3-fenoxi-propanol se agregan a la temperatura del ambiente 12,76 g de 1-cloro-4-nitro-7-etoxi-acridona. Con buena gitación, se calienta la mezcla a 90-95° y se la agita durante 2 horas a esta temperatura. Se hace afluir, agitando bien, la solución roja originada a 500 cc de alcohol, con lo que se precipita el colorante rojoanaranjado. Se le remueve bien durante 5 minutos todavía y luego se filtra. Se lava el colorante con alcohol y

25. con agua y se le seca en vacío a 80°. El rendimiento es

de 16,8 g.

Mediante recristalización a partir de benceno se obtiene el colorante en cristales rojosnaranjados. Este colorante tñe, en dispersión acuosa y en presencia de o-fenilfenolato sódico, las fibras de tereftalato de polietilenglicol en tonos amarillodorados de muy buena resistencia al lavado, al frote, a la luz y a la sublimación.

Si procediendo de la misma manera se emplea, en lugar de los 12,76 g de 1-cloro-4-nitro-7-etoxiacridona, la cantidad equimolecular de una de las 1-cloro-4-nitro-acridonas reseñadas en la columna 2 de la Tabla II que sigue, se obtienen productos finales que tñen las fibras de tereftalato de polietilenglicol en los matices sólidos que se indican en la columna 3 de dicha tabla.

15.

TABLA II

Nº	1-cloro-4-nitro-acridona	Matiz sobre las fibras de tereftalato de polietilenglicol
1	1-cloro-4-nitro-7-metil-acridona	amarillo rojizo
2	1-cloro-4-nitro-6-cloro-acridona	amarillo verdoso
3	1-cloro-4-nitro-6-metoxi-acridona	"
4	1-cloro-4-nitro-8-metoxi-acridona	amarillo rojizo
5	1-cloro-4-nitro-5-metil-acridona	"

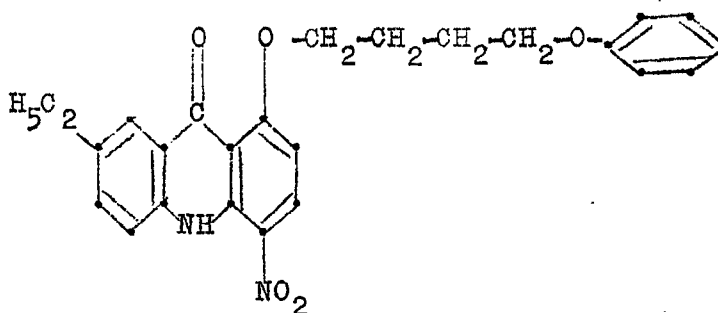
TABLA II (Continuación)

Nº	1-cloro-4-nitro-acridona	Matiz sobre las fibras de tereftalato de polietilenglicol
6	1-cloro-4-nitro-7-fenoxi-acridona	amarillo rojizo
7	1-cloro-4-nitro-7-metil-mercapto-acridona	"
8	1-cloro-4-nitro-7-isopropil-acridona	"
9	1-cloro-4-nitro-7,8-benzoacridona	"
10o	1-cloro-4-nitro-7-fenil-acridona	"
11	1-cloro-4-nitro-7-etil-acridona	"
12	1-cloro-4-nitro-7-tercibutil-acridona	"
13	1-cloro-4-nitro-6-metil-acridona	amarillo verdoso
14	1,2-dicloro-4-nitro-acridona	amarillo rojizo
15	1-cloro-2-metoxi-4-nitro-acridona	anaranjado
16	1-cloro-4-nitro-7-acetilamino-acridona	amarillo rojizo
17	1-cloro-4,7-dinitro-acridona	amarillo verdoso
18	1,2,6-tricloro-4-nitro-acridona	amarillo rojizo

TABLA II (Continuación)

Nº	1-cloro-4-nitro-acridona	Matiz sobre las fibras de tereftalato de polietilenglicol
19	1,2,7-tricloro-4-nitro-acridona	amarillo rojizo
20	1,2,6-tricloro-4-nitro-acridona	"
21	1,2-dicloro-7-metil-4-nitro-acridona	"
22	1-cloro-6,7-benzo-4-nitro-acridona	"

Ejemplo 4



Se agitan a 60-70°, bajo nitrógeno y durante una noche, 1,23 g de sodio con 110 cc de 4-fenoxi-butanol. A la solución, enfriada hasta la temperatura del ambiente, se añaden luego 12,12 g de 1-cloro-4-nitro-7-etil-acridona. Se calienta la mezcla a 90-95° y se la agita a esta temperatura durante 4 1/2 horas. Después del enfriamiento hasta 50°, se la hace afluir a 400 cc de etanol, a los que se han agregado 5 cc de ácido acético glacial. Se filtra el colorante precipitado, se le lava con al-

cohol y con agua y se le seca en vacío a 100°. El rendimiento es de 15 g. A partir de ácido acético glacial, cristaliza en cristales amarillos el colorante de la fórmula expuesta al principio.

5. 2 g del colorante así obtenido se ponen en forma finamente dispersable por molturación con 6 partes en peso de un sulfonato de lignina. Empleando este preparado tintóreo se tiñen en tonos amarillos las fibras de tereftalato de poliglicol, en dispersión acuosa y en presencia de o-fenilfenolato sódico. Las tinturas tienen muy buena resistencia a la luz, al lavado, al frote y a la sublimación.

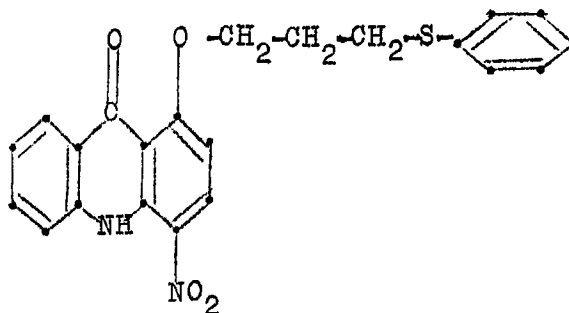
10.

Si en lugar de los 110 cc de 4-fenoxi-butanol se emplea igual cantidad de 3-benciloxi-propanol y se procede en lo demás de la misma manera, se obtiene un colorante amarillo con propiedades de solidez igualmente buenas.

15.

Ejemplo 5

20.



25.

Se mezclan 9,92 g de una solución al 30,7 % de metilato sódico con 80 cc de 3-fenilmercapto-propanol y 10 cc de metanol y se calienta la mezcla en ebullición, agitando. Después de separar el metanol por destilación,

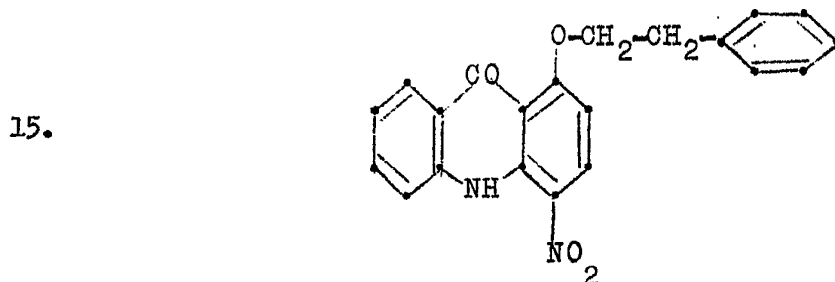
- se calienta la mezcla a 100° y se la agita en vacío a esta temperatura durante 3 horas todavía. Después del enfriamiento hasta la temperatura del ambiente, se diluye con 40 cc de 3-fenilmercapto-propanol y luego se introducen en la mezcla 13 g de 1-cloro-4-nitro-acridona con buena agitación. A continuación se calienta a 90-95° y se agita durante 4 horas a esta temperatura. Después del enfriamiento hasta la temperatura del ambiente, se hace afluir la mezcla reaccional a 400 cc de etanol, lo que precipita el colorante de la fórmula indicada al principio. Se añaden 5 cc de ácido acético glacial y se agita bien durante 15 minutos. Luego se filtra, se lava el producto con alcohol y con agua y se le seca en vacío a 100°. El rendimiento es de 17 g. El producto cristaliza de clorobenceno en cristales amarillos. El colorante obtenido en este ejemplo, después de molido con la sal sódica de un producto de condensación de ácido naftalin-2-sulfónico con formaldehído en presencia de o-fenilfenolato sódico, tñe las fibras de tereftalato de polietilenglicol en tonos amarilloverdosos.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

Las tinturas tienen muy buena solidez al lavado, al frote, a la luz y a la sublimación.

- Si se reemplazan los 120 cc de 3-fenilmercapto-propanol por iguales cantidades de 3-bencilmercapto-propanol o 2-bencilmercapto-etanol o 2-fenilmercapto-etanol y se procede en lo demás como en el ejemplo anterior, se obtienen asimismo colorantes amarillos con propiedades igualmente buenas.
- 25.

Ejemplo 6

- A una solución de 1,85 g de sodio en 140 cc de alcohol 2-feniletílico se agregan a la temperatura del ambiente 16,5 g de 1-cloro-4-nitroacridona. Se calienta luego a temperatura de 90 a 95° durante 30 minutos
5. la suspensión rojiparda originada y se la agita durante 2 horas más a dicha temperatura. Después del enfriamiento hasta la temperatura del ambiente, se separa por filtración el producto amarillo precipitado, se le lava consecutivamente con alcohol 2-feniletílico, con metanol y
10. con agua y se le seca a 70° en vacío. El colorante se puede purificar todavía más por recristalización a partir de 1,2-diclorobenceno. Corresponde a la fórmula



20. y en dispersión acuosa y en presencia de o-fenilfenolato sódico tiñe las fibras de tereftalato de polietilenglicol en tonos amarilloverdosos puros. Las tinturas tienen muy buena resistencia al lavado, al frote, a la luz y a la sublimación.

25. Se obtienen colorantes con propiedades igualmente buenas si, procediendo en lo demás de la misma manera, se emplean en lugar de los 140 cc de 2-feniletanol las mismas cantidades de alcohol bencílico o de 3-fenilpropanol.

Ejemplo 7

- Se dispersan en 4000 g de agua 2 g del colorante obtenido según el Ejemplo 1. A esta dispersión se añaden como agente hinchante 12 g de sal sódica de p-nitrofenol y 12 g de fosfato de diamonio y se tiñen en ella 100 g de hilo de tereftalato de polietilenglicol durante 1 1/2 horas a 95-98°. Se enjuaga la tintura con agua y a continuación se la trata con lejía acuosa diluída de sosa cáustica y un dispersante. Se obtiene así una tintura amarilloverdosa resistente al lavado, a la luz y a la sublimación.

- Si en este ejemplo se reemplazan los 100 g de hilo de tereftalato de polietilenglicol por 100 g de tejido de triacetato de celulosa, se tiñe en las condiciones indicadas antes y se enjuaga a continuación con agua, se obtiene también una tintura amarilloverdosa de muy buena resistencia al lavado y a la sublimación.

Ejemplo 8

- En un aparato para teñir a presión se dispersan finamente 2 g del colorante obtenido según el Ejemplo 3 en 2000 g de agua que contienen 4 g de éter oleilpoliglicólico. Se ajusta el pH del baño tintóreo a 6-6,5 con ácido acético, se introducen en él 100 g de tejido de tereftalato de polietilenglicol, a 50°, se calienta el baño hasta 130° en el curso de 30 minutos y se tiñe a esta temperatura durante 50 minutos. A continuación se enjuaga con agua la tintura, se la enjabona y se la seca. Observando estas condiciones se obtiene una tintura amarillorojiza resistente al lavado, al sudor, a la luz y a

la sublimación.

Ejemplo 9

5. En un fular se impregna a 40% tejido de tereftalato de polietilenglicol (como "Dacron", marca registrada de la firma E.J. Dupont de Nemours, de Wilmington, Delaware, Estados Unidos) con un baño de la composición siguiente:

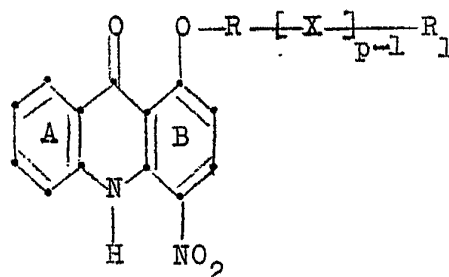
10. 20 g del colorante según el Ejemplo 2, finamente
 7,5 g de alginato sódico,
 20 g de trietanolamina,
 20 g de éter octilfenol-poliglicólico y
 900 g de agua.

15. Se exprime el tejido hasta un contenido del 100% aproximadamente (respecto al peso en seco), se le seca a 100% y a continuación se le fija durante 30 segundos a temperatura de 210%. Se enjuaga con agua el género teñido, se le enjabona y se le seca. En estas condiciones se obtiene una tintura amarilloverdosa que resiste al lavado, al frote, a la luz y a la sublimación.

20. REIVINDICACIONES

25. Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patentes suizas nº 5287/74 del 17 de Abril de 1974 y nº 15367/74 del 19 de Noviembre de 1974.

1. Procedimiento para la preparación de colorantes nitro de la serie acridónica, carentes de grupos hidrosolubilizantes y que corresponden a la fórmula



5.

en la que

p es igual a 1 ó 2,

R es un radical alquilénico lineal o ramificado, eventualmente interrumpido por átomos de azufre o de oxígeno y eventualmente sustituido por grupos hidroxílicos,

10.

R_1 es un grupo arílico, eventualmente sustituido, o un radical bencílico, eventualmente sustituido,

15.

X es un átomo de oxígeno o de azufre,
los anillos

A y B pueden llevar eventualmente otros sustituyentes no iónicos
y el anillo

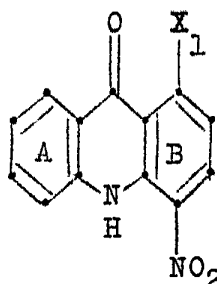
20.

A puede llevar otro anillo benzoico yuxtapuesto más,

aptos para la tinción de material de fibra orgánico y, en especial material de fibra orgánico hidrófobo constituido por ésteres lineales de peso molecular alto a base de ácidos policarboxílicos con alcoholes polifuncionales, carac-

25.

terizado por hacerse reaccionar un compuesto acridónico de la fórmula (II)



(II)

5.

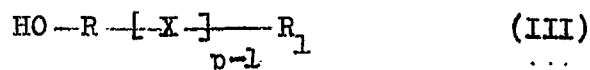
en la que

X_1 significa un sustituyente móvil que hace posible la sustitución nucleófila y los anillos

10.

A y B pueden estar substituídos con ulterioridad y condensados con otros anillos, con un compuesto hidroxílico de la fórmula (III)

15.



en la que

p, R, X y R_1 tienen el mismo significado que se les ha atribuído antes,

20.

eventualmente en presencia de un agente aceptor de ácido, u, opcionalmente, con una sal metálica del compuesto hidroxílico de la fórmula (III).

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que el compuesto hidroxílico de la fórmula (III), p es igual a 1.

25.

3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que en el compuesto hidroxílico de la fórmula (III) p es igual a 2.

4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por partirse preferentemente de una acridona de la fórmula (II) en la que X_1 significa flúor, cloro o bromo.
5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por emplearse preferentemente en su realización un compuesto hidroxílico de la fórmula (III) en el que R_1 significa el radical fenílico o un radical fenílico sustituido por alquilo, por alcoxilo o por cloro.
10. 6. Procedimiento para la preparación de colorantes nitro de la serie acridónica,

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 26 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 16 de Abril de 1975

p.a.

