

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

19 ES	11 21	NUMERO 401353	10 A1
15 MAR. 1978 ²²		FECHA DE PRESENTACION	
		- A 100. 1977	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO 32485/76	4.8.76	INGLATERRA

47 FECHA DE PUBLICIDAD	61 CLASIFICACION INTERNACIONAL C09B//D06P	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

64 TITULO DE LA INVENCION PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE COLORANTES ANTRAQUINONICOS DISPERSOS.
--

71 SOLICITANTE (ES) IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

DOMICILIO DEL SOLICITANTE Imperial Chemical House, Millbank, Londres, S.W.1., Inglaterra

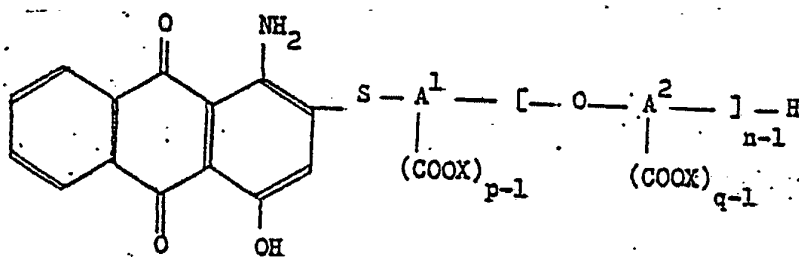
72 INVENTOR (ES) Andrew John Logan

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE D. JOSE MIGUEL GOMEZ-ACEBO Y POMBO.

Esta invención se relaciona con un procedimiento para preparar colorantes antraquinónicos dispersos que son valiosos para teñir materiales textiles sintéticos, en particular materiales textiles de poliésteres aromáticos.

5 Según la invención, se proporciona un procedimiento para preparar colorantes antraquinónicos dispersos, libres de grupos ácido sulfónico y ácido carboxílico, de fórmula:



10 en la que A^1 y A^2 son cada uno independientemente radicales alquilenos con 2 a 6 átomos de carbono, X es un radical hidrocarburo opcionalmente sustituido, n es 1 ó 2 y p y q son cada uno independientemente números enteros, a condición de que el colorante contenga al menos un grupo $-COOX$, y en donde cuando más de un grupo $-COOX$ está presente, los grupos X pueden ser
 15 entonces iguales o diferentes.

Como ejemplos de radicales alquilenos representados por A^1 y A^2 se mencionan: etileno, trimetileno, propileno, tetrametileno, pentametileno, alfa,beta-dimetileno y hexametileno.

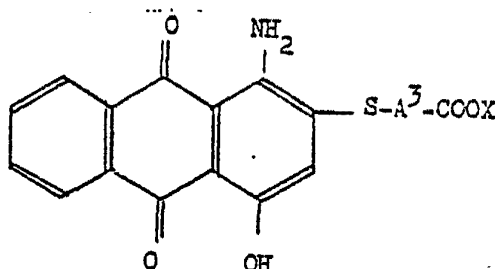
20 Los radicales hidrocarburo opcionalmente sustituidos representados por X son con preferencia radicales alquilo, cicloalquilo o fenilo, opcionalmente sustituidos. Como ejemplos de radicales fenilo sustituidos representados por X, pueden mencionarse tolilo, xililo, clorofenilo, bromofenilo y anisilo.

25 Como ejemplos de radicales cicloalquilo representados por X,

pueden mencionarse ciclopentilo y ciclohexilo. Sin embargo, es preferible que X sea un radical alquilo opcionalmente sustituido y, sobre todo, un radical alquilo inferior opcionalmente sustituido. Como ejemplos de radicales alquilo representados por X, pueden mencionarse n-hexilo, 2-etil-n-hexilo, n-octilo y n-decilo, pero más especialmente alquilo inferior, tal como metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo y sec-butilo. Como ejemplos de alquilo inferior sustituido representados por X, pueden mencionarse hidroxialquilo inferior, tal como beta-hidroxietilo, alcoxi(inferior)alquilo inferior, tal como beta-etoxietilo y gamma-metoxipropilo y fenilalquilo inferior, tal como bencilo y beta-feniletilo.

En toda esta memoria, los términos "alquilo inferior" y "alcoxi inferior" se emplean para representar radicales alquilo y alcoxi que contienen respectivamente de 1 a 4 átomos de carbono.

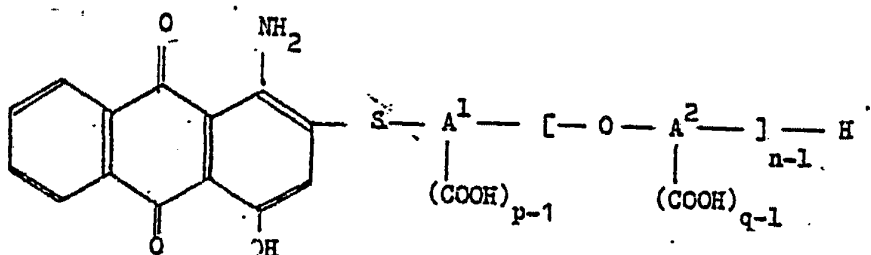
Una clase preferida de los colorantes obtenidos por el procedimiento de la invención, es aquella que tiene la fórmula:



en la que X se define como anteriormente y A^3 es un radical alquileno que contiene de 2 a 6 átomos de carbono.

De acuerdo con el procedimiento de la invención, los citados colorantes antraquinónicos se preparan esterificando, con un alcohol o mezcla de alcoholes de fórmula X.OH, un compuesto

antraquinónico de fórmula:



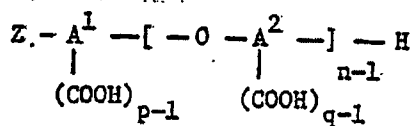
5 en la que A¹, A², X, n, p y q se definen como anteriormente, a condición de que el compuesto contenga al menos un grupo -COOH y cuando esté presente más de un grupo -COOH, los grupos -COOX resultantes pueden ser iguales o diferentes.

10 La esterificación se efectúa por medios convencionales, por ejemplo calentando conjuntamente el compuesto de antraquinona que contiene un grupo o grupos ácido carboxílico y el alcohol o mezcla de alcoholes en presencia de una cantidad catalítica de un ácido fuerte, tal como ácido sulfúrico o ácido p-toluenosulfónico.

15 Si un compuesto de antraquinona de la fórmula anterior, conteniendo un solo grupo ácido carboxílico, se esterifica con una mezcla de alcoholes, se obtiene entonces una mezcla de distintos ésteres colorantes correspondientes al número de alcoholes diferentes. Si un compuesto de antraquinona, conteniendo dos o más grupos ácido carboxílico, se esterifica con una mezcla de alcoholes, entonces el colorante resultante
20 contendrá un producto que tiene dos o más grupos éster distintos dentro de la misma molécula, en mezcla con los correspondientes colorantes en donde los grupos éster, dentro de la misma molécula, son por si mismos iguales. Todas dichas mezclas de colorantes caen dentro del alcance de la invención.

Los materiales de partida para esta reacción, es decir los compuestos de antraquinona que contienen al menos un grupo ácido carboxílico unido al grupo A¹ y/o A², se obtienen por reacción de 1-amino-2-mercapto-4-hidroxi-antraquinona con un compuesto de fórmula:

5



en la que A¹, A², Z, n, p y q se definen como anteriormente, a condición de que el compuesto contenga al menos un grupo -COOH, o por reacción de 1-amino-2-mercapto-4-hidroxi-antraquinona con un ácido carboxílico etilénicamente insaturado, bajo condiciones tales que el grupo 2-mercapto de la antraquinona se adicione sobre el doble enlace del ácido carboxílico insaturado, por ejemplo, por reacción entre los dos componentes en un disolvente orgánico y en presencia de un catalizador de transferencia de fases. Un disolvente adecuado es, por ejemplo, nitrobenzono y un catalizador adecuado para la transferencia de fases es, por ejemplo, hidróxido de benciltrimetilamonio.

10

15

Los colorantes antraquinónicos obtenidos por el procedimiento de la invención, cuando se dispersan en un medio acuoso, son valiosos para teñir materiales textiles sintéticos (tales como materiales textiles de acetato de celulosa, poli-amida y poliéster aromático) mediante teñido acuoso, impregnación o estampación empleando los métodos y condiciones que se usan convencionalmente en el teñido de tales materiales textiles. Dichos colorantes antraquinónicos son especialmente valiosos para teñir materiales textiles de poliéster aromático ya que los colorantes tienen excelentes propiedades de

20

25

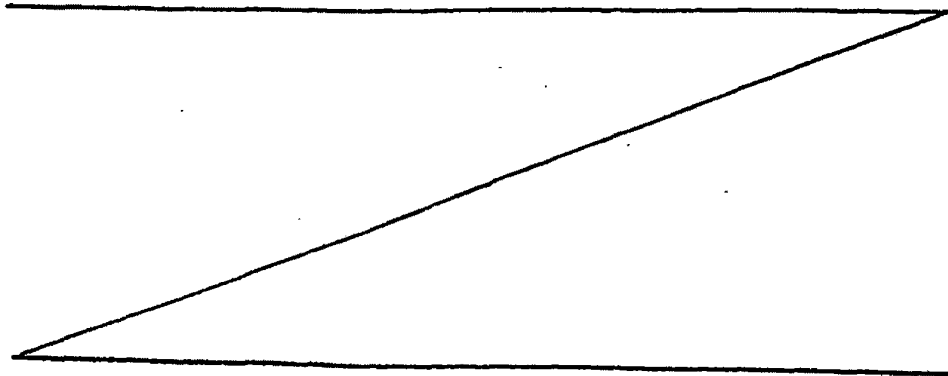
5 formación y tejido sobre tales materiales textiles, teniendo los tejidos resultantes una solidez desde muy buena a excelente a los ensayos aplicados convencionalmente a tales materiales textiles, en particular a la luz, a los tratamientos en húmedo, a la transpiración y a los ensayos de calor seco. Los colorantes tienen también la valiosa propiedad de que cualquier colorante sin fijar puede eliminarse fácilmente de la superficie del material textil por tratamiento en una solución acuosa de un álcali, por ejemplo una solución al 0,2% de hidróxido sódico, a una temperatura del orden de 80°C.

- Pueden emplearse mezclas de colorantes.

Los colorantes antraquinónicos de la invención en combinación con colorantes reactivos, son también valiosos para teñir uniones de poliéster aromático/celulosa.

15 Los citados colorantes antraquinónicos pueden usarse también para teñir en masa materiales sintéticos, o pueden aplicarse a los materiales textiles sintéticos por el proceso de estampación por transferencia, realizándose éste opcionalmente bajo condiciones húmedas o a presiones reducidas de aire.

20 La invención se ilustra, pero no se limita, por los siguientes ejemplos, en los cuales las partes y porcentajes son en peso.



EJEMPLO 1

Una mezcla de 2,71 partes de 1-amino-2-mercapto-4-hidroxi-antraquinona, 2,6 partes de ácido itacónico, 30 partes de nitrobenzoceno y 0,5 partes de una solución acuosa al 40% de hidróxido de benciltrimetilamonio, se agita a 100-110°C durante 5 horas y se enfría luego a 20°C. El producto se filtra, se lava con tolueno y se seca. La purificación se efectúa por extracción en 100 partes de solución al 5% de bicarbonato de sodio a 20-25°C, siendo precipitado el producto por adición de ácido clorhídrico hasta ser evidentemente ácido al papel Rojo Congo. Se filtra, se lava, hasta estar libre de ácido, con agua y finalmente se seca.

Se esterifican 0,9 partes de la 1-amino-2- β, γ -dicarboxipropiltio-4-hidroxi-antraquinona así obtenida, por agitación con 16,1 partes de metanol y 0,92 partes de ácido sulfúrico a 65°C, durante 11 horas, y ulterior enfriamiento a 20°C. El colorante se filtra, se lava con metanol y por último se seca. Se obtienen 0,9 partes de 1-amino-2- β, γ -dimetoxicarbonilpropiltio-4-hidroxi-antraquinona que tiñe a los materiales textiles de poliéster en tonalidades rojo-azuladas de buenas propiedades de solidez.

EJEMPLO 2

En lugar de las 16,1 partes de metanol usado en el ejemplo I, se emplean partes equivalentes de etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol, isobutanol, sec-butanol, β -metoxietanol o β -etoxietanol, para obtener colorantes rojo-azulados similares.

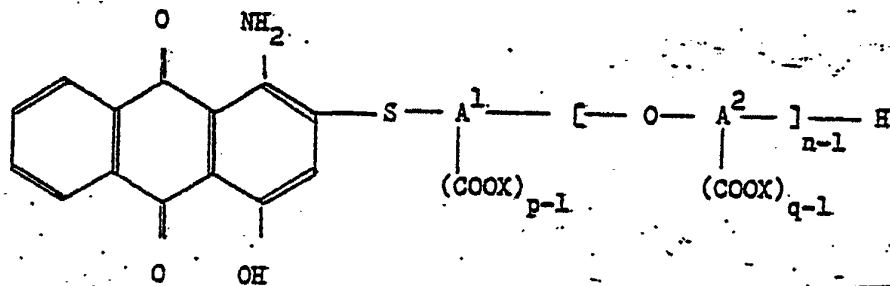
Se puede usar una mezcla de dos o más de los anteriores alcoholes, para obtener las correspondientes mezclas de colorantes.

Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto su principio fundamental.

5

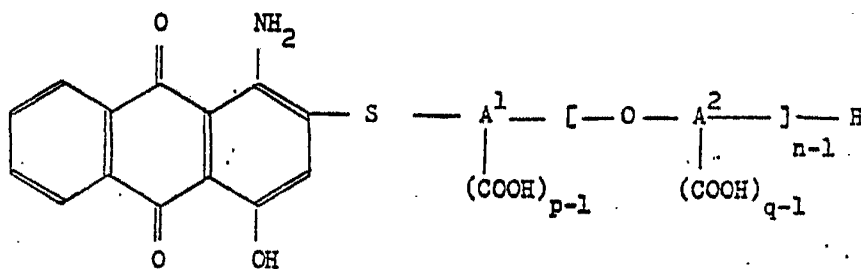
REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento de obtención de colorantes antraquinónicos dispersos, de fórmula:



5 en la que A¹ y A² son cada uno independientemente radicales alquilenos con 2 a 6 átomos de carbono, X es un radical hidrocarburo opcionalmente sustituido, n es 1 ó 2 y p y q son cada uno independientemente números enteros, con la condición de que el colorante contiene al menos un grupo -COOX y cuando esté presente más de un grupo -COOX, los grupos X pueden ser iguales o diferentes; caracterizado porque comprende esterificar, con un alcohol o mezcla de alcoholes de fórmula X.OH, un compuesto de antraquinona de fórmula:

10



15 en la que A¹, A², n, p y q se definen como anteriormente, a condición de que el compuesto de antraquinona contenga al menos un grupo -COOH y que cuando esté presente más de un grupo -COOH, los grupos -COOX resultantes pueden ser iguales o distintos.

20

2.- Procedimiento de obtención de colorantes antraquinónicos dispersos, tal y como queda sustancialmente descrito

en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 9 hojas escritas a máquina por una sola cara.

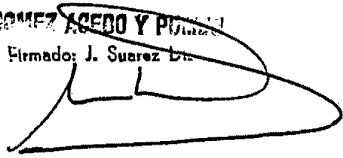
100. 1977

Madrid,

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

~~J. M. GOMEZ ACEDO Y PARRA~~

p. p. Firmado: J. Suarez L.



5

