

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

(19) ES	(11) NUMERO	(10) A1
(21)	478600	
(23)	FECHA DE PRESENTACION	
	- 1 MAR. 1979	

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

(Case 1-11157/11418/E/DIV)

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES: (91) NUMERO	(22) FECHA	(23) PAIS
78437	3 Noviembre 1.977	Luxemburgo

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(52) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C09B1/52 // D06P1/20, 1/38	española nº 470.161 de fecha 24-5-78

(54) TITULO DE LA INVENCION
"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE NUEVOS COLORANTES ANTRAQUINONICOS SOLUBLES EN AGUA"

(71) SOLICITANTE (S)
CIBA-GEIGY AG

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
BASILEA (Suiza)

(72) INVENTOR (ES)
Dr. Jean-Marie Adam

(73) TITULAR (ES)
CIBA-GEIGY AG

(74) REPRESENTANTE
D. JAIME ISERN CUYAS, Agente Oficial de la Propiedad Industrial.

POOR QUALITY

DESCRIPCIÓN

=====

Este invento se refiere a nuevos colorantes antraquinónicos solubles en agua, al procedimiento para la síntesis de estos colorantes, a su empleo para teñir o estampar materiales textiles, sobre todo materiales de poliamida natural o sintética, y asimismo al material textil teñido o estampado con estos nuevos colorantes antraquinónicos.

5.

Se está a la búsqueda de colorantes violados que prendan bien al material de poliamida natural y sintética. Por la DT-PS 821.384 se conocen ciertamente colorantes de batanado violados de la serie antraquinónica; pero estos colorantes tienen mal poder de prensión a los materiales de poliamida.

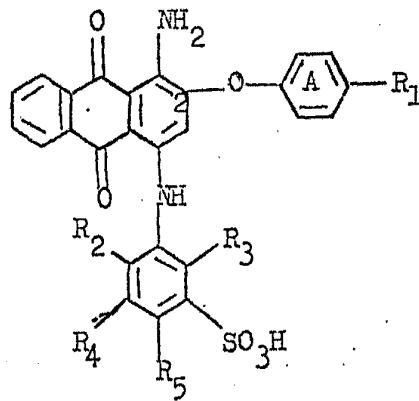
10.

Ahora se ha descubierto que por reacción de compuestos antraquinónicos específicos mono- o di-sulfonados con p-alkilfenoles fundidos o respectivamente por monosulfonación selectiva de 1-amino-2-p-alkilfenoxi-4-fenilamino-antraquinonas en el núcleo fenílico de la posición 4 se obtienen ácidos antraquinon- monosulfónicos violados con un grupo p-alkilfenoxílico en la posición 2, los cuales presentan sorprendentemente muy buen poder de prensión a los materiales de poliamida.

15.

20.

El invento atañe por lo tanto a nuevos colorantes antraquinónicos solubles en agua que en la forma del ácido libre corresponden a la fórmula I



(I)

5.

en la que

10.

R₁ significa un radical alquílico, inramificado o ramificado, con 4 a 8 átomos de carbono,

R₂ y R₃ significan, independientemente uno de otro, un radical alquílico, inramificado o ramificado, con 1 a 4 átomos de carbono,

15.

R₄ significa hidrógeno, un grupo amínico, eventualmente acilado, o un radical fibrorreactivo ligado por medio de un grupo amínico,

R₅ significa hidrógeno o un radical alquílico, inramificado o ramificado, con 1 a 4 átomos

20.

de carbono y

el anillo fenilénico

A puede estar todavía substituído ulteriormente.

25.

R₁ en el significado de radical alquílico, inramificado o ramificado, con 4 a 8 átomos de carbono constituye los radicales siguientes, por ejemplo: n-butílico, butílico secundario o butílico terciario; n-pentílico, pentílico secundario o pentílico terciario; hexílico, heptílico u octílico. En los compuestos antra-

quinónicos preferidos, R_1 significa un radical alquí-
lico ramificado, con 4 a 8 átomos de carbono, en par-
ticular el radical butílico terciario.

5. R_2 , R_3 y R_5 en el significado de radical
alquílico, inramificado o ramificado, con 1 a 4 átomos
de carbono constituyen, por ejemplo, el radical metí-
lico, etílico, n-propílico, isopropílico, n-butílico,
butílico secundario y butílico terciario. En los com-
puestos antraquinónicos preferidos, R_2 y R_3 significan
10. cada uno el radical metílico y R_5 significa un radical
alquílico inramificado con 1 a 2 átomos de carbono.

15. Si R_4 significa un grupo amínico, éste
puede estar monosustituido junto al átomo de N; se
trata, por ejemplo, de un radical alquilamínico, como
el radical metilamínico o el etilamínico.

20. Cuando R_4 es un grupo amínico acilado,
estos radicales R_4 corresponden sobre todo a la fórmula
-NHCO-X o -NHSO₂-X, donde X representa un radical al-
quílico (sobre todo el metílico) o un radical arílico
(en particular, el fenílico).

25. Cuando R_4 es un grupo amínico al cual está
ligado además un radical fibrorreactivo, estos radicales
 R_4 corresponden a la fórmula -NHZ, en la que Z designa
un radical fibrorreactivo.

25. Por radical fibrorreactivo Z se entiende
uno que presenta uno o varios grupos reactivos o subs-
tituyentes desdoblables, los cuales al aplicarse los

colorantes a fibras de superpoliamida, por ejemplo, como la lana, son capaces de reaccionar con los grupos NH de estas fibras, formando enlaces covalentes. Tales agrupaciones fibrorreactivas son conocidas en gran número en la literatura.

5.

Como grupos fibrorreactivos Z apropiados cabe citar, por ejemplo, los de la serie alifática, como los de acrilóilo, mono-, di- o tricloro- o respectivamente mono-, di- o tribromo-acrilóilo, como

10.

$-\text{CO}-\text{CH}=\text{CH}-\text{Cl}$, $-\text{CO}-\text{CCl}=\text{CH}_2$, $-\text{CO}-\text{CH}=\text{CHBr}$, $-\text{CO}-\text{CBr}=\text{CH}_2$, $-\text{CO}-\text{CBr}=\text{CHBr}$, $-\text{CO}-\text{CCl}=\text{CH}-\text{CH}_3$, y asimismo $-\text{CO}-\text{CCl}=\text{CH}-\text{COOH}$, $-\text{CO}-\text{CH}=\text{CCl}-\text{COOH}$, β -cloropropionilo, 3-fenilsulfonilpropionilo, 3-metilsulfonilpropionilo, β -sulfatoetilaminosulfonilo, vinilsulfonilo, β -cloroetilsulfonilo, β -sulfatoetilsulfonilo, β -metilsulfonil-etilsulfonilo, β -fenilsulfoniletilsulfonilo, 2-fluoro-2-cloro-3,3-difluorociclobutan-1-carbonilo, 2,2,3,3-tetrafluorociclobutan-

15.

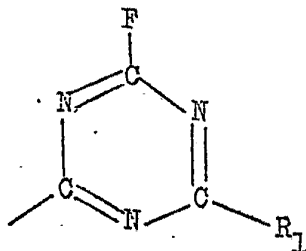
-carbonilo-1 o -sulfonilo-1, β -(2,2,3,3-tetrafluorociclobutil-1)-acrilóilo, α - o β -alquil- o -aril-sulfonil-

20.

-acrilóilo, como α - o β -metilsulfonilacrilóilo.

Radicales reactivos apropiados especialmente para la poliamida, sobre todo para la lana, son: los radicales cloroacetílicos, bromoacetílicos, α,β -dicloro- o α,β -dibromo-propionílicos, α -cloro- o α -bromo-acroílicos, 2,4,6-trifluoropirimidil-5-ílicos, 2,4,6-trifluorotriacínílicos y asimismo los fluorotriacínílicos de la fórmula

25.



5. en la que

R₁ significa un grupo amínico, eventualmente sustituido, o un grupo oxi o tio, eventualmente eterificado, como por ejemplo el grupo NH₂, un grupo amínico mono- o di-sustituido con radicales alquílicos de C₁-C₄, un grupo alcoxílico de C₁-C₄, un grupo alquilmercáptico de C₁-C₄, arilamino (en particular, fenilamino o fenilamino sustituido con metilo, metoxilo, cloro y, sobre todo, sulfo), fenoxilo, mono- o di-sulfofeniloxilo, etc.

10:

15.

Ejemplos de compuestos triacínicos de esta índole son:

20. 2,4-difluoro-6-aminotriacina,
2,4-difluoro-6-metilaminotriacina,
2,4-difluoro-6-etilaminotriacina,
2,4-difluoro-6-fenilaminotriacina,
2,4-difluoro-6-(2',3'- o 4'-sulfofenil)-aminotriacina,
2,4-difluoro-6-(2',4'- o 3',4'- o 2',5'- o 4',5'-di-
25. sulfofenil)-aminotriacina,
2,4-difluoro-6-dimetilaminotriacina,
2,4-difluoro-6-metoxitriacina,
2,4-difluoro-6-(β-metoxietoxi)-triacina,
2,4-difluoro-6-metilmercaptotriacina y

2,4-difluoro-6-fenilmercapto-triacina.

5. Radicales reactivos Z preferidos especialmente son sobre todo el grupo α -bromoacrilóico y el grupo α,β -dibromopropionílico. El primero puede, o bien ser introducido con ayuda de cloruro de ácido bromacrilico, o bien obtenido a partir del grupo α,β -dibromopropionílico por desdoblamiento de bromuro de hidrógeno. Lo mismo cabe decir del grupo α -cloroacrilico. Tienen igualmente interés los grupos de 4,6-difluorotriacínilo-(2)
10. o de 4-fluoro-6-alquíl- o -aril-aminotriacínilo-(2).

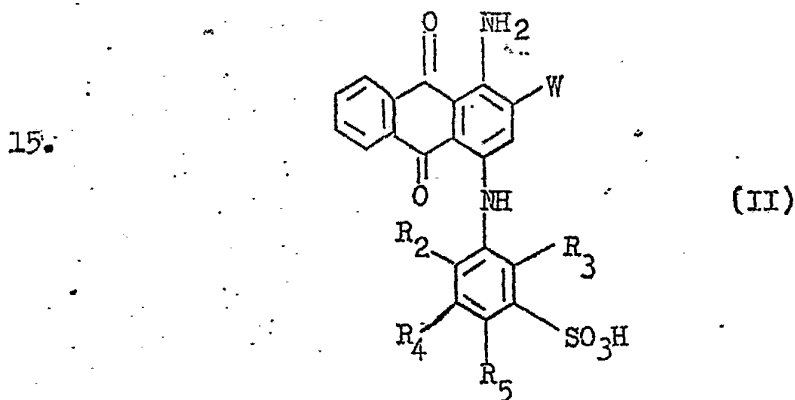
En colorantes antraquinónicos de la fórmula I que se prefieren R_4 significa hidrógeno.

15. Cuando el radical fenilénico "A" está todavía substituído ulteriormente, entran como substituyentes, por ejemplo: halógeno (como flúor, cloro o, de preferencia, bromo) y asimismo el radical $-\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}-\text{Y}$, en el que Y significa un radical alquílico o alquilénico, eventualmente mono- o di-substituído por halógeno (como flúor, cloro o bromo), o un radical fenílico insubstituído o
20. substituído una o más veces, por ejemplo por halógeno o alquilo (de C_1-C_4).

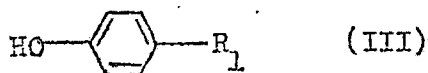
25. Un colorante antraquinónico especialmente interesante corresponde aquí a la fórmula I en que R_1 significa el radical butílico terciario, R_2 , R_3 y R_5 significan cada uno el radical metílico y R_4 significa hidrógeno y en que además el anillo fenilénico A no está substituído ulteriormente.

Los nuevos colorantes antraquinónicos
solubles en agua de la fórmula I son colorantes vio-
lados, cuyas tinturas sobre materiales de poliamida
se caracterizan sobre todo por buen poder de prensión,
5. así como por poder de estructuración y matices puros
y por buenas propiedades de solidez, como resistencia
al agua caliente, resistencia al sudor y resistencia
al lavado.

Los nuevos colorantes antraquinónicos de
10. la fórmula I se obtienen haciendo reaccionar un com-
puesto antraquinónico que en forma del ácido libre
corresponda a la fórmula II



20. en la que los símbolos
 R_2 , R_3 , R_4 y R_5 tienen el mismo significado que antes
y
W significa el grupo SO_3H o halógeno,
sobre todo bromo,
25. con un p-alkil-fenol de la fórmula III

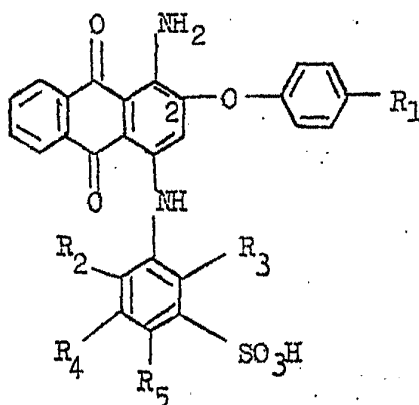


en la que

R_1 tiene el mismo significado que antes,

en presencia de agentes aceptores de ácido y a temperatura elevada, para formar un compuesto antraquinónico de la fórmula Ia

5.



10.

(Ia)

en la que los símbolos

R_1, R_2, R_3, R_4 y R_5

15.

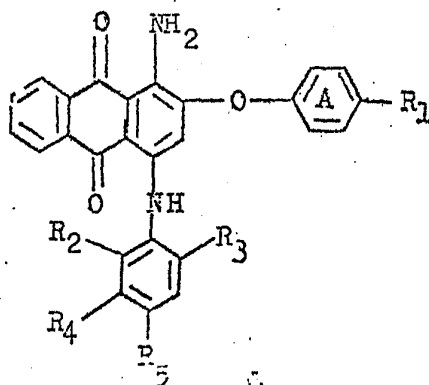
tienen el mismo significado que antes,

y, eventualmente, substituyendo ulteriormente en posición 2 del núcleo antraquinónico el anillo fenilénico del radical fenoxílico.

20.

Otra posibilidad para la síntesis de los colorantes antraquinónicos de la fórmula I consiste en monosulfonar selectivamente un compuesto antraquinónico de la fórmula IV

25.



(IV)

en la que los símbolos

R_1, R_2, R_3, R_4, R_5 y A

tienen el mismo significado que antes.

5. Esta monosulfonación selectiva se efectúa, por ejemplo, haciendo reaccionar a temperatura de 0 a 5° C, y particularmente de 0 a 2° C, un compuesto antraquinónico de la fórmula IV con óleum que contenga 1 a 65 % en peso, sobre todo 20 a 30 % en peso y especialmente 25 % en peso de trióxido de azufre libre.

10. Otra posibilidad para la monosulfonación selectiva de un compuesto antraquinónico de la fórmula IV consiste en hacer reaccionar este compuesto con ácido clorosulfónico en un hidrocarburo halogenado, a temperatura de 50 a 80° C.

15. Hidrocarburos halogenados aptos son los hidrocarburos aromáticos, como el monoclorobenceno o el diclorobenceno, y sobre todo los hidrocarburos alifáticos, como el tricloroetileno y especialmente el tetracloruro de carbono.

20. Para el caso de que el radical R_4 en los colorantes antraquinónicos de la fórmula I constituyera un grupo amínico acilado o un radical fibrorreactivo -NHZ, es ventajoso emplear un compuesto de partida de la fórmula II o, respectivamente, IV en el que R_4 constituya un grupo amínico acilable y hacer reaccionar éste con el fenol de la fórmula III o bien sulfonarlo selectivamente. Estos productos de reacción pueden más tarde

25.

hacerse reaccionar todavía con un compuesto introductor del radical acílico o del radical fibrorreactivo Z, para formar un colorante acilado o, respectivamente, fibrorreactivo. Compuestos acílicos aptos para ello son, por ejemplo, los que constituyen la base de dichos grupos reactivos, por lo general haluros, sobre todo cloruros, de dichos componentes, y la reacción de condensación se realiza por lo general en medio acuoso u orgánico y en el campo de pH alcalino hasta ácido.

5. Los compuestos de las fórmulas II y III son conocidos y pueden sintetizarse por métodos conocidos.

10. Como compuesto que corresponde a la fórmula II, cabe citar a título de ejemplo el ácido 1-amino-4-mesidinoantraquinon-2,3'-disulfónico o el ácido 1-amino-15. -2-bromo-4-mesidinoantraquinon-3'-sulfónico; y como compuesto que corresponde a la fórmula III, el p-tercibutilfenol o el p-terciamilfenol.

20. La reacción del compuesto antraquinónico de la fórmula II con el p-alquilfenol de la fórmula III se efectúa aquí preferentemente a temperatura de 180 a 240° C, en particular de 220° C, y esta reacción se efectúa preferentemente con una fusión del fenol de la fórmula III.

25. En concepto de agentes aceptores de ácido entran en cuenta, por ejemplo, los hidróxidos de los metales alcalinos, preferentemente del potasio y del sodio, como el hidróxido potásico o el hidróxido sódico.

- Conocidos son asimismo los compuestos de la fórmula IV en que R_4 significa hidrógeno. Los compuestos de la fórmula IV en que R_4 constituye un grupo amínico, eventualmente acilado, o un radical fibrorreactivo ligado por medio de un grupo amínico son nuevos y constituyen otro objeto más de este invento. Todos estos compuestos de la fórmula IV se obtienen por una fusión de fenol análoga según la reacción del compuesto de la fórmula II con un compuesto de la fórmula III, en cuya sucesión reaccional el compuesto de la fórmula II no contiene ningún grupo SO_3H en el anillo fenílico de la posición 4.
- 5.
- 10.

- Si el anillo fenilénico A del compuesto antraquinónico de la fórmula I está todavía substituído ulteriormente, por ejemplo, por el citado grupo $-CH_2-NH-CO-Y$, la síntesis de tales compuestos se realiza, por ejemplo, haciendo reaccionar posteriormente según Tscherniak-Einhorn el compuesto antraquinónico de la fórmula I o respectivamente Ia con una N-metilolamida que lleve aún junto al átomo de N el grupo $-COY$, en medio ácido, de preferencia en ácido sulfúrico concentrado.
- 15.
- 20.

- Si el anillo fenilénico A del compuesto antraquinónico de la fórmula I está substituído todavía ulteriormente, por ejemplo, por halógeno, los compuestos de la fórmula I o respectivamente IA se halogenan asimismo posteriormente por métodos ya conocidos, por ejemplo en bromo/ácido acético o ácido clorhídrico.
- 25.

Los nuevos colorantes antraquinónicos desprovistos de grupos fibrorreactivos hallan empleo sobre todo para la tinción o la estampación de materiales de poliamida natural y sintética, como lana y nilón.

5.

Cuando se trata de colorantes antraquinónicos fibrorreactivos, éstos pueden emplearse para la tinción o la estampación de materiales de celulosa o de materiales de poliamida natural y sintética y para la tinción de tejidos mixtos, por ejemplo tejidos de lana-celulosa.

10.

Los ejemplos que siguen ilustran el invento sin limitarlo a ellos. Las partes significan partes en peso y las temperaturas están expresadas en grados centígrados.

15.

Ejemplo 1

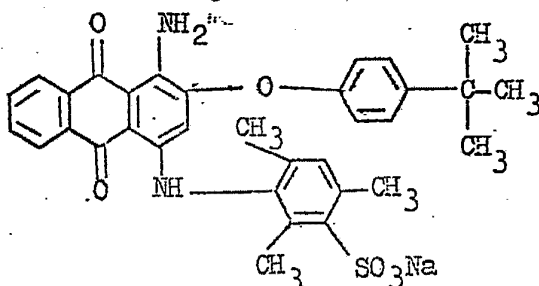
Se disuelven en 300 partes de óleum 45,8 partes del producto de la condensación de ácido 1-amino-4-bromoantraquinon-2-sulfónico con 2,4,6-trimetilani-
lina (mesidina) y se agita la solución a 30 - 40° hasta que la cromatografía de capa delgada no revela ya material de partida. Se vierte entonces la mezcla de sulfonación en una mezcla de hielo y salmuera y se separa por succión el producto de sulfonación precipitado, que se lava neutramente con salmuera y se seca. El ácido disulfónico así obtenido se introduce en una mezcla fundida de 200 partes de p-tercibutilfenol y 60 partes

20.

25.

5. de una lejía potásica al 50 %. Mientras se destila el agua, se aumenta la temperatura hasta 220°. Se agita la fusión por 4 horas a esta temperatura, y luego se diluye a 120° con 1000 partes de una lejía al 10 % de sosa cáustica, se separa por succión el colorante y se le lava con agua caliente. Se suspende en agua el colorante bruto, se ajusta a punto de acidez congo con ácido clorhídrico y se separa por destilación con vapor de agua el p-tercibutilfenol todavía adherido.
10. Se ajusta la suspensión a pH 7, se la calienta a 80° y se la trata con cloruro sódico al 5 %. El colorante precipitado, de la fórmula

15.



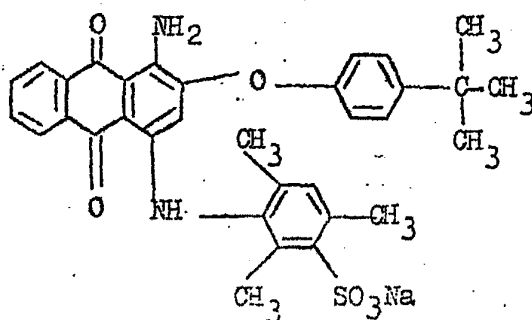
20. es separado por succión y secado. Este colorante muestra excelente estructuración sobre las fibras de poliamida sintética, las cuales tiñe con tonos violados puros, resistentes a la luz y a la mojadura.

25. Se obtienen también colorantes violados semejantes si se reemplazan las 45,8 partes del producto de condensación de ácido 1-amino-4-bromoantraquinon-2-sulfónico con 2,4,6-trimetilanilina por 44,6 partes del producto de condensación de ácido 1-amino-4-bromoantraquinon-2-sulfónico con 2,6-dimetilanilina (vic. xilidina)

o por 45,8 partes del producto de condensación de ácido 1-amino-4-bromoantraquinon-2-sulfónico con 2-metil-6-etilanilina.

Ejemplo 2

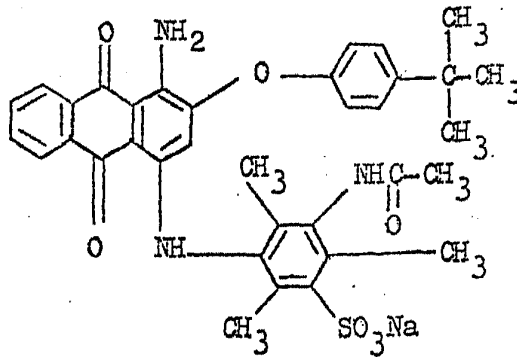
5. Se disuelven a 25° en 300 partes de monohidrato de ácido sulfúrico 45,3 partes de 1-amino-2-bromo-4-mesidinoantraquinona y se instilan en la solución 75 partes de óleum al 66 %, procediendo de modo que la temperatura no supere los 40°. Se agita a 30 - 40°
10. hasta que una muestra resulte completamente soluble en solución de sosa, se vierte en agua con hielo, se trata con 10 % del volumen de sal común y se filtra. El precipitado se lava con una solución de sal al 10 %, hasta neutralidad, y se seca. El ácido 1-amino-2-bromo-4-mesidinoantraquinon-3'-sulfónico así obtenido se introduce
15. en una mezcla fundida de 200 partes de p-tercibutilfenol y 60 partes de una lejía al 50 % de potasa. Mientras se va destilando el agua, se aumenta la temperatura hasta 200° y se deja transcurrir la condensación por 15 horas
20. a 200°. Terminada la reacción se segrega el colorante de la fórmula



5. como en el Ejemplo 1, por precipitación con una lejía al 10 % de sosa cáustica, y se le elabora. El colorante se obtiene como un polvo violado, que se disuelve en agua dando coloración violada; sobre las fibras de poliamida manifiesta las mismas propiedades tintóreas que el colorante del Ejemplo 1.

Ejemplo 3

10. Se depositan 80 partes de una lejía al 50 % de potasa en 200 partes de p-tercibutilfenol fundido y se aumenta la temperatura de la fusión hasta 180° mientras se va destilando el agua. Se añaden luego 53,1 partes del producto de la condensación de ácido 1-amino-4-bromoantraquinon-2-sulfónico y ácido 2,6-diaminomesitilen-4-sulfónico y se agita a 220° durante 4 horas más.
15. Se deja bajar la temperatura hasta 100°, se diluye con 1000 partes de agua y se separa por filtración la base de colorante precipitada. El p-tercibutilfenol aún existente se separa por destilación con vapor de agua, como en el Ejemplo 1.
20. 6 partes de esta base se disuelven a pH 7 en 60 partes de agua. En 10 minutos se instila, a temperatura de 15 a 20°, 1 parte de cloruro de acetilo, mientras se mantiene el pH de la mezcla reaccional a 6,5 - 7,5 por adición de lejía al 5 % de sosa cáustica.
25. Se agita por 3 horas todavía a 15 - 20° y por adición de 10 % en volumen de sal común se precipita el colorante acilado de la fórmula



5.

Se obtiene un polvo violado azulino, soluble en agua, que manifiesta sobre la poliamida muy buen poder de prensión.

10.

Si en este ejemplo se reemplazan las 200 partes de p-tercibutilfenol por 200 partes de p-terciamilfenol o por 200 partes de isooctilfenol, se obtienen colorantes semeantes con propiedades tintóreas igualmente buenas.

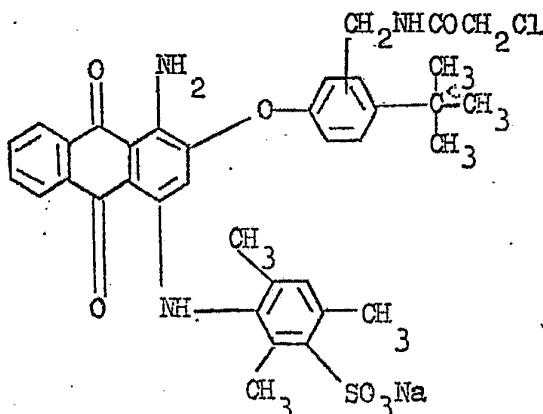
Ejemplo 4

15.

Se disuelven en porciones, a 0 - 5°, 6 partes del colorante del Ejemplo 1 con 1,5 partes de N-metilolcloroacetamida en 25 partes de ácido sulfúrico al 95 %. Se agita a 0 - 5° por 15 horas todavía, se vierte la mezcla reaccional en agua con hielo y se separa por succión el colorante precipitado. El filtrado del filtro de succión se suspende en agua y se ajusta a pH 7 con lejía de sosa cáustica. Por adición de 5 % (en volumen) de sal común se precipita el colorante, de la fórmula

20.

5.



10.

Este colorante tiñe las fibras de poliamida en tonos violados de muy buen poder de prensión y buenas propiedades de solidez.

Ejemplo 5

15.

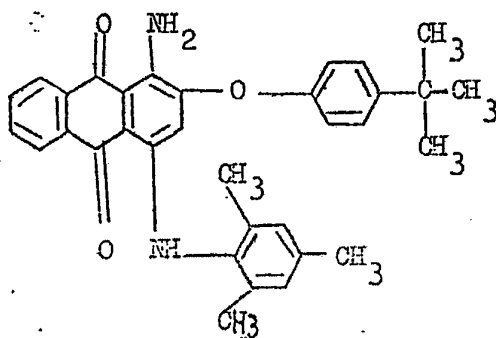
Se prepara un baño tintóreo a base de 4000 partes de agua, 4 partes de acetato amónico, 2 partes del colorante del Ejemplo 1 y el ácido acético necesario para que el pH del baño sea de 6,0. En el baño tintóreo resultante se introducen 100 partes de un tricot de poliamida sintética, se calienta en el curso de media hora hasta ebullición y se tiñe durante 45 minutos a 100°. Se obtiene una tintura violada que demuestra buen grado de extracción del colorante.

20.

Ejemplo 6

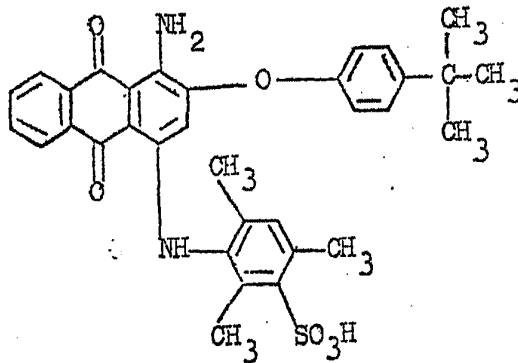
25.

A 0 - 5°, se disuelven 50 partes de la base antraquinónica de la fórmula



en 500 partes de monohidrato de ácido sulfúrico. Se hacen afluir a 0 - 5° 95 partes de óleum al 25 % y se vierte la mezcla de sulfonación en una mezcla de agua y hielo. El ácido monosulfónico precipitado, de la fórmula

5.



10.

es separado por succión, suspendido en agua y ajustado a pH 7 con NaOH. La solución neutra se trata con 2 % de sal común por volumen de colorante. Se separa por succión la sal sódica de colorante precipitada y se la lava con una solución al 2 % de sal común.

15.

Este colorante muestra excelente estructuración sobre las fibras de poliamida sintética, que tinte en tonos violados puros, resistentes a la luz y a la mojadura.

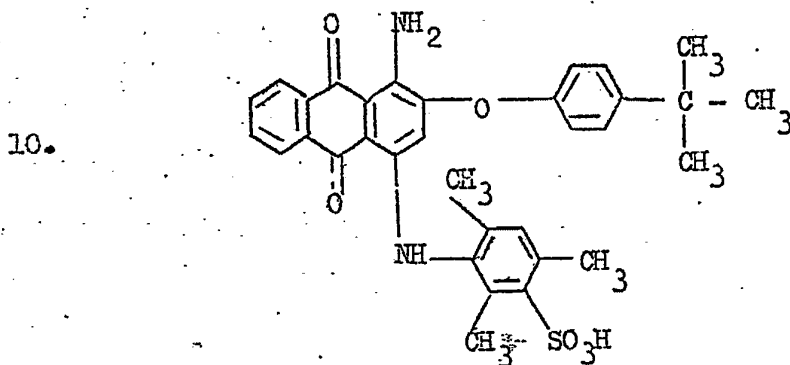
20.

Se consigue un colorante de propiedades semejantes si las 50 partes de 1-amino-2-p-tercibutilfenoxi-4-mesidinoantraquinona se reemplazan por 56 partes de 1-amino-2-p-isooctilfenoxi-4-mesidinoantraquinona y se procede en lo demás de acuerdo con las indicaciones anteriores.

25.

Ejemplo 7

5. Se disuelven 5 partes de 1-amino-2-p-tercibutilfenoxi-4-mesidinoantraquinona en 150 partes de tetracloruro de carbono y se trata la solución con 2 partes de ácido clorosulfónico. Se agita la mezcla reaccional a 70° durante 24 horas, se separa por succión el colorante precipitado, de la fórmula

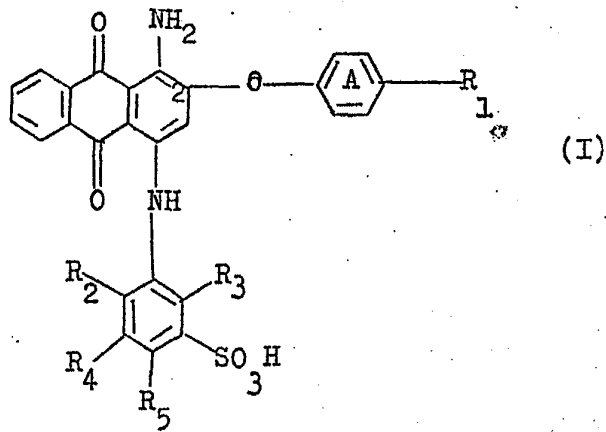


15. y se le lava con tetracloruro de carbono. La sal sódica de este colorante muestra sobre las fibras de poliamida las mismas propiedades tintóreas que el colorante del Ejemplo 6.

NOTA

20. Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones:

1. Procedimiento para la preparación de nuevos colorantes antraquinónicos solubles en agua, que, en la forma del ácido libre, corresponden a la fórmula general I



5.

en la que

10. R_1 Significa un radical alquílico de 4 a 8 átomos de carbono, inramificado o ramificado,

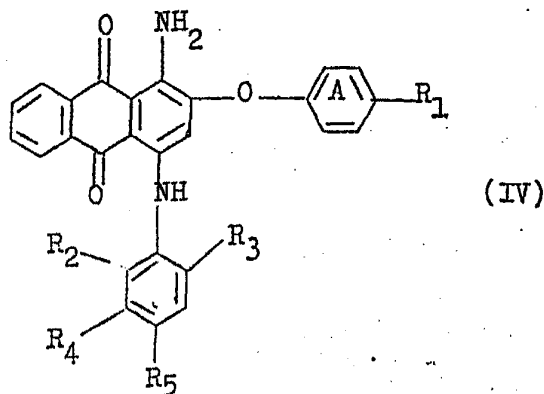
R_2 y R_3 significan, independientemente uno de otro, un radical alquílico de 1 a 4 átomos de carbono, inramificado o ramificado,

15. R_4 significa hidrógeno, un grupo amínico, eventualmente acilado, o un radical fibrorreactivo ligado por medio de un grupo amínico,

R_5 significa hidrógeno o un radical alquílico de 1 a 4 átomos de carbono, inramificado o ramificado, y

20. A puede estar todavía ulteriormente substituído, caracterizado, por monosulfonarse selectivamente un compuesto antraquinónico de la fórmula

25.



en la que los símbolos

R_1, R_2, R_3, R_4, R_5 y A

tienen el mismo significado que antes.

5. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que la monosulfonación selectiva del compuesto antraquinónico de la fórmula IV se realiza con oleum que contiene 1 a 65% en peso preferentemente 20 a 30% en peso y en particular 25% en peso de trióxido de azufre libre, a temperatura de 0 a 5°C, preferentemente de 0 a 2°C.
10. 3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que opcionalmente la monosulfonación selectiva del compuesto antraquinónico de la fórmula IV se realiza a temperatura de 50 a 80°C, con ácido clorosulfónico en un hidrocarburo alifático halogenado, en especial en tetracloruro de carbono.
15. 4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por partirse en su realización de un compuesto antraquinónico de la fórmula IV en el que R_4 significa preferentemente un grupo amínico acilable y por acilarse éste después de la monosulfonación selectiva.
20. 5. Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por partirse preferentemente para su realización de compuestos en que R_1 significa un radical alquílico ramificado, en especial con 4 a 8 átomos de carbono y que, en particular es el radical butílico terciario.
25. 6. Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 3 caracterizado en que también preferentemente, se par

te de compuestos en que R₂ y R₃ significan cada uno el radical metílico.

5. 7. Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado en que así mismo se parte preferentemente de compuestos en que R₄ significa hidrógeno.

8. Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 3 caracterizado en que, también preferentemente, se parte de compuestos en que R₅ significa un radical alquílico no ramificado, de 1 a 2 átomos de carbono,

10. 9. Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado en que de un modo especial se parte de compuestos en que R₁ significa el radical butílico terciario, R₂, R₃ y R₅ significan cada uno el radical metílico, R₄ significa hidrógeno y el anillo fenilénico A no está substituido ulteriormente.

15.

10. Procedimiento para la preparación de nuevos colorantes antraquinónicos solubles en agua.

20. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 23 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 1 Marzo 1978

p.a.

JAIMESERN CUYAS

p.p.

