

94286

MEMORIA DESCRIPTIVA

SOCIEDAD PARA LA INDUSTRIA QUIMICA EN BASILEA.-BASILEA (Suiza).



PATENTE DE INVENCION

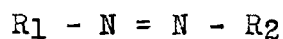
por 20 años

para "Un procedimiento para la producción de nuevas materias colorantes"-----

a favor de la: SOCIEDAD PARA LA INDUSTRIA QUÍMICA EN BASILEA, domiciliada en BASILEA (Suiza):

MEMORIA DESCRIPTIVA

La solicitante ha descubierto que se obtienen nuevas materias colorantes de valor, cuando se tratan por agentes cromatadores, como por ejemplo las sales de cromo o sus óxidos o hidróxidos, los colorantes o-oxiazoicos de la fórmula general:



en la cual R_1 representa un núcleo aromático cualquiera substituído en posición orto con relación al grupo $-N = N-$ por un grupo OH, y R_2 un resto de un derivado del ácido acetilacéti-



- 2 -

co, como por ejemplo el del éter acetilacético o de los arilidos del ácido acetilacético. Los nuevos productos, que son los compuestos cromados de materias colorantes que responden a la fórmula general mencionada más arriba, se presentan en estado seco bajo la forma de polvos cuyo color varía del amarillo verdoso al rojo pardo y al anaranjado, y se disuelven en el agua en una coloración que varía del amarillo al anaranjado y al pardo, tiñen la lana, en baño ácido, en tonos que varían del amarillo al anaranjado y al pardo, y presentan excelente solidez. En ciertos casos, se obtienen igualmente colorantes que pueden ser utilizados con éxito con otros fines, como por ejemplo la estampación de tejidos al cromo.

Ejemplo 1

29.5 partes del colorante obtenido por la unión del 4-nitro-2-diazo-1-fenol con el éter acetilacético son suspendidas en 900 partes de agua y se tratan con una cantidad de formiato de cromo correspondiente a 22.5 partes de Cr_2O_3 , calentándose durante un cierto tiempo a ebullición en un aparato de reflujo. Después se enfría, se añade al producto de la reacción sosa cáustica hasta reacción alcalina, se agita cuidadosamente, se filtra y se precipita el colorante del licor filtrado, por adición de sal marina. El nuevo producto forma un polvo pardo amarillento que se disuelve en el agua, dando una coloración amarilla que pasa a anaranjada por adición de sosa cáustica. Este producto tiñe la lana en baño ácido en tonos de un amarillo rojizo muy sólidos y de un excelente unísono.



- 3 -

Ejemplo 2

44'4 partes del colorante obtenido por la unión del ácido 4-nitro-2-diazo-1-fenol-6-sulfónico con el éter acetilacético se calientan un cierto tiempo en solución acuosa, en presencia de una cantidad de formiato de cromo equivalente a 22'5 partes de $\text{Cr}_2 \text{O}_3$. Después se concentra la solución, y se precipita el colorante por adición de sal marina. El nuevo producto se presenta bajo la forma de un polvo aceitunado, y se porta como el colorante descrito en el ejemplo precedente. Se obtiene un colorante de propiedades semejantes si se reemplaza el formiato de cromo por otro agente cromatador, como por ejemplo el fluoruro de cromo.

Ejemplo 3

44'4 partes de la sal sódica del colorante obtenido por copulación del ácido 4-nitro-2-diazo-1-fenol-6-sulfónico con la anilida del ácido acetilacético se disuelven en 1000 partes de agua, adicionada de una cantidad de fluoruro de cromo correspondiente a 22'5 partes de $\text{Cr}_2 \text{O}_3$, y se calientan durante un tiempo prolongado a ebullición, en presencia de 10 partes de polvo de vidrio. Después se evapora parcialmente y se precipita el nuevo producto de la solución concentrada por adición de sal marina. Constituye un polvo pardo, que se disuelve en el agua en una coloración amarilla y tiñe la lana en tonos amarillo dorados de un excelente unísono y de excelente solidez.

Si se substituye el fluoruro de cromo por otro agente cromatador, como por ejemplo el formiato de cromo, se obtendrá un colorante de propiedades semejantes.



- 4 -

Ejemplo 4

En 27 partes de una pasta de hidróxido de cromo correspondiente a 4'4 partes de Cr_2O_3 , se introducen poco a poco 14 partes de potasa cáustica y luego 5 partes de glicerina, y se calienta hasta que quede todo disuelto. Después se diluye con 25 partes de agua, se añaden 20'7 partes del colorante obtenido por la unión del ácido 2-diazo-1-fenol-4-sulfónico con la ortotoluidida del ácido acetilacético, y se calienta a ebullición hasta que el colorante cromado se haya formado enteramente. Se separa por filtración la pequeña cantidad de óxido de cromo que se pueda haber formado, se neutraliza la solución con un ácido mineral, y se precipita el colorante por adición de sal marina. El colorante se presenta bajo la forma de un polvo amarillo, que se disuelve en el agua en una coloración anaranjada y tiñe la lana en baño ácido en tonos anaranjados.

Ejemplo 5

13'7 partes del colorante obtenido por la unión del ácido 2-diazo-1-fenol-4-sulfo-6-carboxílico con la ortotoluidida del ácido acetilacético se disuelven en 150 partes de agua, después se añaden 6'7 partes de cromato de sosa y luego que este se disuelve 12'5 partes de sulfato amónico, calentándose un tiempo prolongado a ebullición en un refrigerante ascendente. Una vez formado el compuesto cromado, se evapora ligeramente la solución, y se precipita el colorante por adición de sal marina. El nuevo producto constituye un polvo pardo, que se disuelve en el agua en una coloración amarilla y tiñe la lana en baño ácido en tonos amarillos.



- 5 -

Ejemplo 6

50 partes del colorante obtenido por la unión del 4-cloro-2-diazo-1-fenol con el derivado sulfonado de la ortoanisidida del ácido acetilacético se disuelven en 1000 partes de agua, y se tratan a ebullición con 24 partes de formiato de cromo. Una vez terminada la formación del colorante se le precipita por la adición de sal marina. El colorante constituye un polvo amarillo rojo parduzco, que se disuelve en el agua en una coloración amarillo anaranjada y tiñe la lana en baño ácido en tonos naranja amarillentos.

Se obtendrá el colorante azoico de que se hace uso en este caso de la manera siguiente: Se diazoan del modo habitual 716 partes de 4-cloro-2-amino-1-fenol, y se añade el diazoico a una solución acuosa congelada que contenga en 200 partes de agua una cantidad correspondiente del derivado sulfonado de la ortoanisidida del ácido acetilacético, 2 partes de sosa cáustica y 20 partes de carbonato sódico. Una vez desaparecido el diazoico, se aísla el colorante por adición de sal marina. El colorante constituye un polvo amarillo que se disuelve en el agua en una coloración amarilla, y tiñe la lana en tonos amarillos que pasan por cromatado al naranja amarillento.

El derivado sulfonado de la ortoanisidida del ácido acetilacético puede prepararse como sigue: Se disuelven 50 partes de ortoanisidida del ácido acetilacético en 100 partes de ácido sulfúrico monohidratado enfriado a 0 grados, y se agita hasta que todo haya quedado disuelto, después se calienta poco a poco hasta 30 grados aproximadamente y se mantiene a esta tem-



peratura unas 2 horas. Se proyecta luego la mezcla de reacción sobre hielo triturado, y el derivado sulfonado se separa bajo la forma de un precipitado cristalino. Cristalizado de agua caliente, forma el nuevo producto cristales de aspecto fieltrado que funden a 143 grados.

Se preparan de la misma manera los derivados sulfonados de otras arilidas, como por ejemplo la anilida, las toluididas, las cloroanilidas, las xilididas o el α naftilamida del ácido acetilacético. Si el derivado sulfonado obtenido entonces es más soluble en el agua que el de la ortoanisidida, es preferible eliminar el ácido sulfúrico por un tratamiento por la cal, y convertir después del modo usual la sal de cal obtenida en sal sódica. Las sales de sodio de estos nuevos ácidos sulfonados son, en general, muy solubles en el agua.

Ejemplo 7

50 partes del colorante obtenido por la unión del ácido 4-sulfo-2-amino-1-fenol-6-carboxílico con el ácido antranilido-acetilacético se disuelven en 100 partes de agua, y se tratan a ebullición con 32 partes de formiato de cromo durante un cierto tiempo. Después se concentra la solución por evaporación, y se precipita el colorante cromado por la adición de sal marina. El nuevo producto constituye un polvo pardo aceitunado que se disuelve en el agua en una coloración amarilla. Tiñe la lana en tonos amarillos y da, estampado sobre la tela de algodón con mordientes de cromo, tonos amarillos de una gran pureza y de una excelente solidez.

Se obtendrá el colorante azoico del cual se hace uso en



- 7 -

este ejemplo, de la manera siguiente: Se diazoan 12 partes de ácido 4-sulfo-2-amino-1-fenol-6-carboxílico, después se combina el diazoico con 11 partes de ácido antranilidoacetilacético disueltas en 100 partes de agua helada por medio de 2 partes de sosa cáustica y 4 partes de carbonato de sosa. Se aísla el colorante por adición de sal marina. Este colorante constituye un polvo amarillo soluble en el agua en una coloración amarilla, que tiñe la lana en tonos amarillos que se mantienen del mismo color por cromatado.

El ácido antranilidoacetilacético puede prepararse de la manera siguiente: Se disuelven 189 partes de ácido antranílico en 2000 partes de benceno, se calienta a ebullición y se añaden 132 partes de éter acetilacético. Se calienta un cierto tiempo, se expulsa el disolvente por destilación y se trata el residuo por el ácido clorhídrico al 10 por 100. Este disuelve al ácido antranílico, mientras que el ácido antranilidoacetilacético se mantiene insoluble bajo la forma de un polvo cristalino. Cristalizado de agua caliente el nuevo producto funde a 150 grados.

Ejemplo 8

50 partes del colorante obtenido por sulfanación del producto de copulación del ácido-2-diazo-4-nitro-1-fenol-6-carboxílico con el ácido antranilidoacetilacético se disuelven en 1000 partes de agua, y se tratan durante varias horas a ebullición con 26 partes de formiato de cromo. Se aísla el producto cromado por adición de sal marina a la solución previamente concentrada por evaporación. Este producto constituye un polvo par-



do que se disuelve en el agua con una coloración amarilla, que tiñe la lana en tonos amarillos verdosos, dando estampado sobre tejidos con un mordiente al cromo tonos amarillo verdosos, puros y sólidos.

Se obtendrá el colorante sulfonado de la manera siguiente: Se disuelven 10 partes del colorante finamente pulverizado en una mezcla de 50 partes de ácido sulfúrico monohidratado y de 50 partes de ácido sulfúrico fumante (a 25 por 100 de SO_3) y se agita la mezcla durante un tiempo prolongado a temperatura ordinaria. Después se proyecta sobre hielo, se filtra el colorante, se disuelve en agua adicionada de álcali y se precipita de su solución, llevada por adición de un ácido a una reacción debilmente alcalina, por adición de sal marina. El nuevo colorante se presenta bajo la forma de un polvo anaranjado que se disuelve en el agua en una coloración amarilla. Los tonos que da sobre la lana, ya sea directamente, ya sea después de cromatado, son amarillos.

Las propiedades principales de una serie de colorantes que se refieren a la presente invención, se dan en el cuadro sinóptico siguiente:



Derivado del ácido acetilacético			Componente de diazoación
Eter acetilacético			4-nitro-2-amino-1-fenol
id.			Acido 2-amino-1-fenol-4-cloro-5-sulfónico
id.			Acido 2-amino-1-fenol-4-cloro-6-sulfónico
Anilido del ácido acetilacético			Acido 2-amino-1-fenol-4-sulfo-6-carboxílico
id.			4-metil-6-nitro-2-amino-1-fenol
id.			Acido 2-amino-1-fenol-4-carboxílico
id.			Acido 2-amino-1-fenol-4-cloro-6-sulfónico
id.			4'6-dinitro-2-amino-1-fenol
id.			Acido 2'4-diamino-1-fenol-4-sulfónico
id.			Derivado diazoico nitrado del ácido 1-amino-2-naftol-4-sulfónico
2-Cloroanilida del ácido acetilacético			Acido 2-amino-1-fenol-6-nitro-4-sulfónico
4-	id.	id.	Acido 2-amino-1-fenol-4-sulfónico
2'4-Dicloroanilida			Acido 2-amino-1-fenol-4-cloro-6-sulfónico
o-Toluidida			Acido 2-amino-1-fenol-4-cloro-5-sulfónico
o-Xilidida			Derivado diazoico nitrado del ácido 1-amino-2-naftol-4-sulfónico
m-Xilidida	id.	id.	id.
p-Xilidida	id.	id.	Acido 2-amino-1-fenol-4-sulfónico
o-Anisidida			Acido 1-amino-2-naftol-4-sulfónico
id.			Acido 1-amino-2-fenol-4-metil-5-sulfónico
α -Naftilamida			Acido 4-cloro-1-amino-2-fenol-6-sulfónico
Anilida del ácido acetilacético sulfonada			4-cloro-2-amino-1-fenol
o-Anisidida			id. id. 4-nitro-2-amino-1-fenol
o-Toluidida			id. id. 4-cloro-2-amino-1-fenol
o-Cloroanilida			id. id. id.
m-Xilidida			id. id. id.
Antranilido del ácido acetilacético			Acido 4-sulfo-2-amino-1-fenol-6-carboxílico
id.	id.	id.	Acido 4-nitro-2-amino-1-fenol-6-carboxílico (Sulfonación del colorante azoico).



Aspecto del colorante en estado seco	Color de la solución acuosa del colorante	Tono obtenido por teñido en baño ácido del colorante
Polvo amarillo parduzco	amarillo	amarillo
id. pardo amarillento	naranja amarillento	anaranjado parduzco
id. amarillo parduzco	amarillo anaranjado	pardo anaranjado
id. amarillo verdoso pálido	amarillo	amarillo
id. anaranjado	amarillo	amarillo
id. amarillo	amarillo	amarillo
id. anaranjado	amarillo	anaranjado amarillento
id. pardo	amarillo parduzco	pardo
id. pardo amarillento	pardo	pardo
id. pardo	pardo	pardo rojizo
id. pardo amarillento	amarillo anaranjado	pardo anaranjado
id. pardo amarillento	amarillo	amarillo parduzco
id. pardo anaranjado	anaranjado	anaranjado
id. amarillo	amarillo	amarillo
id. pardo	naranja	pardo
id. pardo rojizo	pardo rojizo	pardo rojizo
id. amarillo	amarillo	amarillo
id. pardo	pardo anaranjado	pardo
id. naranja rojizo	naranja amarillento	naranja amarillento
id. anaranjado parduzco	amarillo anaranjado	anaranjado amarillento
id. anaranjado	amarillo anaranjado	amarillo
id. anaranjado	amarillo anaranjado	amarillo
id. pardo	amarillo anaranjado	amarillo
id. pardo	anaranjado amarillento	anaranjado amarillento
id. amarillo	amarillo	amarillo
id. amarillo	amarillo	amarillo verdoso
id. anaranjado	amarillo	amarillo verdoso



- 11 -

N O T A

Por la patente de invención a que se refiere la presente memoria descriptiva, se REIVINDICA la propiedad y la explotación exclusiva de:

1.- La producción de nuevas materias colorantes por tratamiento con agentes cromantes de las materias colorantes o-oxiazóicas que responden a la fórmula general $R_1 - N = N - R_2$, en la cual R_1 significa un núcleo aromático cualquiera substituído en posición orto con relación al grupo $-N = N-$ por un grupo OH y R_2 el resto de un derivado del ácido acetilacético.

2.- Como nuevos productos, los nuevos colorantes susceptibles de ser preparados según el procedimiento especificado en 1 y su aplicación industrial.

Sean cuales fueren las circunstancias que concurren con la esencialidad del objeto de la patente, definida en las anteriores reivindicaciones, cual objeto es:

"Un procedimiento para la producción de nuevas materias colorantes".

Consta la presente memoria de once hojas foliadas, escritas por una sola cara.

Barcelona, 16 de Junio de 1925.

P. p. de la: SOCIEDAD PARA LA INDUSTRIA QUIMICA EN BASILEA,

G. BONET DURAN

P.P.