

Clase

98.632

MEMORIA DESCRIPTIVA

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



PATENTE DE INVENCION

por 20 años

para "Un procedimiento para la producción de colorantes azoicos cromíferos"-----

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

MEMORIA DESCRIPTIVA

La invención se refiere a colorantes azoicos de valor, obtenidos por copulación de compuestos ortooxidiazóicos no sulfonados con 1-aril-5-pirazolonas no sulfonadas; siendo escogidos los componentes de modo que por lo menos uno de ellos contenga un grupo sulfamido. Los nuevos colorantes son cromatables; por tratamiento con agentes que abandonen cromo pueden convertirse en colorantes ácidos de color naranja; tiñen la lana y particularmente la lana en borra o la lana cardada, en tonos Unidos, sólidos al batán y a la luz.



- 2 -

EJEMPLO 1

233 partes de 6-nitro-2-amino-1-oxibenceno-4-sulfamida se diazoan de la manera corriente con 69 partes de nitrito de sodio. La solución diazoica se vierte después, removiéndola, en una solución enfriada en hielo que contenga 175 partes de 1-fenil-3-metil-5-pirazolona y 300 partes de carbonato de sodio en 2.500 partes de agua. Terminada la copulación se calienta la mezcla a 50 grados, y el colorante se precipita y se aísla de la manera corriente. Este colorante tiñe la lana en baño ácido, dando tonos rojo amarillentos que pasan al naranja por cromatado ulterior.

La 6-nitro-2-amino-1-oxibenceno-4-sulfamida de la cual se ha hecho uso en este ejemplo, puede ser preparada del modo que sigue:

188 partes de 2-amino-1-oxibenceno-4-sulfamida finamente molida se introducen, agitando, en 752 partes de ácido sulfúrico a 66 grados Baumé, cuya temperatura se mantiene entre 30 y 40 grados. Se continúa agitando hasta terminar la disolución, se enfría esta a -5 grados centígrados, y después se introducen gota a gota 130 partes de una mezcla de ácido nítrico y ácido sulfúrico que contenga un 48'6 por 100 de ácido nítrico, cuidando que la temperatura del metal no se eleve. Se mantiene aún la masa así obtenida a baja temperatura durante algún tiempo, después se vierte sobre 2.000 partes de hielo, y se neutraliza con una lechada de cal, evitando que la temperatura pase de 600 grados. Se filtra después el sulfato de calcio, y se transforma la sal de calcio en sal de sodio. La solución



- 3 -

así obtenida puede ser empleada tal como resulta para la preparación del colorante. La 6-nitro-2-amino-1-oxibenceno-4-sulfamida se disuelve fácilmente en el agua y el alcohol, siendo poco soluble en el éter. Cristalizada una vez en el alcohol, funde a 191 grados centígrados.

EJEMPLO 2

133 partes de 2-amino-1-oxibenceno-4-sulfamida se disuelven en 600 partes de agua y 150 partes de ácido clorhídrico al 30 por 100. La solución se diazoa a 5 grados centígrados con 69 partes de nitrito sódico y se introduce, agitando, en una solución de 253 partes de 1-(3'-sulfamido)-fenil-3-metil-5-pirazolona enfriada con hielo y mantenida alcalina con carbonato de sodio. Terminada la reacción, el colorante, que se ha separado completamente, se filtra. Puede ser purificado por disolución en el agua a 85-90 grados centígrados y recristalización.

De un modo análogo se puede obtener un colorante a partir de 4-nitro-2-amino-1-oxibenceno y de 1-(3'-sulfamido)-fenil-3-metil-5-pirazolona o de 1-(3'-sulfamido)-fenil-3-carboxil-5-pirazolona.

EJEMPLO 3

45'2 partes del colorante azoico obtenido a partir de 2-amino-1-oxibenceno-4-sulfamida y de 1-(3'-sulfamido)-fenil-3-metil-5-pirazolona se disuelven en 1.000 partes de agua hirviente, después se mezcla la solución con otra de formiato de cromo correspondiente a 15'2 partes de $Cr_2 O_3$, siendo mantenido el



- 4 -

todo en ebullición durante algún tiempo en un aparato de reflujo. El compuesto cromado que se forma se precipita con sal marina, y constituye un polvo pardo-naranja soluble en el agua y en la sosa cáustica al 10 por 100, dando una coloración anaranjada, y en amarillo en el ácido sulfúrico concentrado. Este colorante tiñe la lana en baño ácido en tonos anaranjados que poseen buena solidez.

EJEMPLO 4

45'2 partes del colorante azoico obtenido a partir de 2-amino-1-oxibenceno-4-sulfamida y de 1-(3'sulfamido)-fenil-3-metil-5-pirazolona se disuelven en 1.000 partes de agua hirviente. La solución se mezcla con una solución acuosa de cromato de sodio correspondiente a 9'5 partes de $\text{Cr}_2 \text{O}_3$ y 528 partes de sulfato amónico, y el conjunto se lleva a la ebullición en un aparato de reflujo hasta que el color de la solución no cambie. El colorante cromífero es entonces aislado por precipitación con sal marina, y es semejante al colorante descrito en el ejemplo precedente. Se obtiene un colorante análogo con cromitos alcalinos.

EJEMPLO 5

49'7 partes del colorante obtenido a partir de 6-nitro-2-amino-1-oxibenceno-4-sulfamida y de 1-fenil-3-metil-5-pirazolona se disuelven en 500 partes de agua caliente, y la solución se mezcla con otra de acetato de cromo correspondiente a 15'2 partes de $\text{Cr}_2 \text{O}_3$; después se lleva la mezcla a la ebullición durante algún tiempo en un aparato de reflujo.



- 5 -

El compuesto cromado es aislado por adición de sal marina. Constituye un polvo pardo anaranjado que se disuelve en el agua y en una solución de sosa cáustica a 10 por 100, dando una coloración anaranjada, y en el ácido sulfúrico concentrado se disuelve en amarillo. Tíñe la lana en baño ácido en tonos naranja sólidos.

EJEMPLO 6

Una parte de óxido de cromo hidratado cuya riqueza corresponde a 8'5 partes de $\text{Cr}_2 \text{O}_3$ y a 40 partes de agua, 24 partes de potasa cáustica y 9 partes de glicerina se calientan conjuntamente hasta disolución completa y se adicionan con 150 partes de agua. A esta solución se añaden 48'2 partes del colorante obtenido a partir de 2-amino-1-oxibenceno-4-sulfamida y 1-(3'-sulfamido)-fenil-3-carboxil-5-pirazolona, después se lleva la mezcla a la ebullición en un aparato de reflujo hasta que el color de la solución no varíe. Después se añade agua, se neutraliza el licor con ácido mineral, se precipita el colorante con sal marina, se filtra y se deseca. El colorante así obtenido es un polvo pardo que se disuelve en el agua y en una solución de sosa cáustica al 10 por 100 dando una coloración anaranjada, y en el ácido sulfúrico concentrado se disuelve en amarillo. El colorante tíñe la lana en baño ácido en tonos anaranjados que poseen buena solidez.

N O T A

Por la patente de invención a que se refiere la presente memoria descriptiva, se REIVINDICA la propiedad y la explota-

22



- 6 -

ción exclusiva de un procedimiento para la fabricación de colorantes azoicos cromíferos, consistente en copular derivados ortooxidiazóicos no sulfonados con 1-aril-5-pirozolonas no sulfonadas, escogiendo los componentes de modo que uno de ellos, por lo menos, contenga un grupo sulfamido, y en tratar los colorantes azoicos así obtenidos con agentes que abandonen cromo.

Sean cuales fueren las circunstancias que concurren con la esencialidad del objeto de la patente, definida en la anterior reivindicación, cual objeto está constituido por:

"Un procedimiento para la producción de colorantes azoicos cromíferos".

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

Barcelona, 22 de Junio de 1926.

P. p. de 1a: SOCIEDAD PARA LA INDUSTRIA QUIMICA EN BASILEA,
LEA,