

(AFF. 53)

COMPLEXES METALLIFERES

Patente Española

# MEMORIA

descriptiva sobre "Un procedimiento de preparación de colorantes que contienen cromó,"

119154

POR

Compagnie Nationale de Matieres Colorantes  
et Manufactures de Produits Chimiques du  
Nord Reunies, Etablissements Kuhlmann

DE

Paris,

France.



# Memoria descriptiva

sobre

"Un procedimiento para la preparación de colorantes  
que contienen cromo".-

-----

SOLICITANTES: COMPAGNIE NATIONALE DE MATIERES COLORANTES  
ET MANUFACTURES DE PRODUITS CHIMIQUES DU  
NORD REUNIES, ETABLISSEMENTS KUHLMANN,  
residentes en nº 11 Rue de le Baume, Paris,  
Francia.

-----

Si se consulta lo que hay escrito referente a los  
complejos cromados de los colorantes azoicos, se verá que en  
las numerosas patentes que se han obtenido para su preparación,  
se emplean los compuestos de cromo en sus numerosas formas,  
5. tales como las sales de cromo con radical ácido mineral o los  
halogenuros de cromo, las sales de cromo de radical ácido orgánico  
de la serie grasa y hasta el hidróxido de cromo, en presencia  
de álcalis como la sosa y la potasa, a veces con adición de  
substancias orgánicas que encierran grupos oxhidrilo, tales  
10. como la glicerina, el tanino, los fenoles, etc.

En el caso de las sales de <sup>cromo</sup> ácido mineral se insiste  
sobre todo, para una buena ejecución de la reacción, en la



neutralización del ácido mineral puesto en libertad en el curso de la fijación del cromo sobre la materia colorante.

15. Pero nunca se ha dicho a no ser acaso en la formación de los complejos cobrizos, que el ácido mineral puesto en libertad o producido en la reacción, era, no tan solo de naturaleza tal que favorecía ésta, sino que, en muchos casos (hecho que a duras penas se podría prever) una adición de ácido mineral
20. empleada desde el principio era susceptible de activar esta reacción.

- Se ha concebido, desde luego la idea, con arreglo al presente invento, de preparar de una manera muy sencilla complejos cromados de colorantes orto-oxiazoicos (algunos de los cuales serían difíciles de obtener en estado de pureza por los procedimientos actuales) tratando estos colorantes, con presión o sin ella, por medio de sales de cromo de radical de ácido mineral en presencia o no de ácido sulfúrico libre.
- 25.

- Como sal de cromo se puede emplear, en particular, el sulfato de cromo.
- 30.

He aquí algunos ejemplos no limitativos, de realización del presente invento.

- Ejemplo 1º.- 42. K 5 del colorante obtenido por copulación del compuesto diazótico del ácido 1-amino-2 oxi-naftaleno-4 sulfónico con la 1-fenilo-3metilo-5 pirazolona se calientan bajo presión durante 24 horas en un autoclave precintado a 120° C con 400 kilos de una disolución de sulfato de cromo que contenga 2.5% de Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.
- 35.

- Al enfriarse, el nuevo complejo se separa en forma de pequeños prismas rojos con brillo bronceado. Se podrá comprobar que al líquido del cual se han precipitado los cristales ha adquirido suma acidez (acidez mineral). El colorante
- 40.



tal como es obtenido , es insoluble en agua fria, y ligeramente soluble en agua hirviendo; su sal de sosa bien soluble dá al teñir sobre lana con baño ácido, un magnífico matiz rosa que resiste muy bien la luz y la tierra de batán o greda alcalina, mientras que el mismo colorante del cual se parte, cromado en ausencia del ácido mineral libre, por los métodos corrientes no dá más que un rojo azulado.

50                    Ejemplo II.- Una pasta conteniendo 46 K. 5 del colorante azóico obtendio por copulación del diazo-derivado del 5- nitro- 2-amino-fenol con el ácido 2-amino-naftaleno 5<sub>1</sub> 7 bisulfónico es calentada en un autoclave precintado y agitándola a 125° C, por espacio de 5 horas, con 400 litros de agua y 100 litros de una disolución ácida de sulfato de cromo que contenga 7.5% de Cr<sub>2</sub> O<sub>3</sub>.

55.                    Al enfriarse, el complejo cromado se separa en forma de diminutos cristales verdes bronceados. El colorante obtenido es muy soluble en el agua, aun siendo fria. Tiñe la lana en baño ácido dándola un matiz verde azulado muy puro, al paso que el complejo cromado obtenido en ausencia de ácido mineral tiñe en verde de un matiz amarillento.

60.                    Ejemplo III.- 44 kilos del colorante azoico obtenido por copulación del diazóico nitrogenado del ácido 1- amino 2-oxinaftaleno- 4 sulfónico y del beta-naftol en forma de pasta que pesa 115 kilos, se diluyen en 400 litros de agua, a los cuales se añaden luego 150 litros de una solución ácida de sulfato de cromo que contenga 7.5% de Cr<sub>2</sub> O<sub>3</sub> calentándolo tod despues en un autoclave precintado y durante cuatro horas a 135° C.

70.                    Despues de enfriada esta masa, se filtra el complejo cromado y se lava en agua fria con filtro. En estado



seco toma la forma de un polvo cristalino negro insoluble en el agua como tal, pero que se disuelve muy bien en agua como sal de sodio.

75.

El colorante tiñe la lana en baño ácido dándole un color negro; en matiz claro se obtiene un gris azulado vivo.

Ejemplo IV.- Una cantidad de pasta ácida que contenga 47 K 3 del colorante azóico obtenido partiendo del diazóico del 1- amino 2- oxinaftaleno 4 sulfónico y del ácido 1-oxinaftaleno 8 sulfónico; se diluye en 200 litros de agua, a los cuales se añaden luego 100 litros de una disolución de sulfato de cromo que contenga 7.5% de  $Cr_2 O_3$ , calentándose esta mezcla durante 5 horas a borbotones en un aparato provisto de un refrigerante con reflujo.

80.

85.

Al cabo de este periodo de calentamiento la transformación es completa. Se deja enfriar durante 24 horas y luego el complejo cromado de la materia colorante se separa en forma de diminutos cristales de brillo bronceado.

Después se filtra este colorante, se lava en un poco de agua salada a 8 B° que contenga 1% de ácido clorhídrico.

90.

El colorante secado y molido constituye un polvo cristalino de destellos bronceados, poco soluble en agua hirviendo, pero muy soluble como sal de sosa.

Tiñéndolo en la forma de costumbre sobre lana en presencia de ácido sulfónico da matices azul verdoso muy puros.

95.

Ejemplo V.- 52 kilos del colorante azóico que resulta de la copulación del ácido 2- diazo 1-axi-benzol 4 sulfónico con el ácido 1-8 dioxi - 3-6 bisulfonaftaleno se disuelven en 300 litros de agua; a estos se añaden 100 litros de una disolución de sulfato de cromo y se

100.



calienta todo ello durante 3 horas en autoclave a 130-135° C.  
Despues de este transcurso de tiempo, la masa de reacción es  
105. filtrada, o es decantada y luego evaporada en un doble  
fondo esmaltado.

El colorante se presenta en forma de polvo  
bronceado muy soluble en el agua. Este polvo disuelto en agua  
tiñe la lana en baño de ácido sulfúrico dando un matiz azul  
110. marino de reflejo azulado.

N O T A.-  
-----

Habiendo ya descrito y detallado con toda  
amplitud la naturaleza de nuestro invento, así como la manera  
de llevarlo a cabo en la práctica, debemos hacer constar que  
115. las disposiciones anteriormente descritas son susceptibles  
de modificaciones de detalle sin que se altere el principio  
fundamental del invento y lo que constituye la esencia del  
mismo y por, lo que solicitamos patente por veinte años en  
España es por "Un procedimiento para la preparación de  
120. colorantes que contienen cromo", caracterizándose por lo  
siguiente:

1º.- Por un procedimiento que consiste en tratar,  
con o sin presión, colorantes orto-axiazóicos con sales de  
cromo de radical ácido mineral.

125. 2º.- Un procedimiento de preparación de colorantes  
que contienen cromo, con arreglo a la reivindicación primera,  
en el que los colorantes orto-oxiazóicos son tratados con  
sulfato de cromo.

130. 3º.- Un procedimiento de preparación de colorantes  
que contienen cromo, con arreglo a la reivindicación primera



En el que se tratan los colorantes orto-oxi-azoicos con sulfato de cromo, obteniendose por este medio complejos cromados con sales de cromo de radical ácido mineral que sirven de colorantes .

135.

"Un procedimiento para la preparación de colorantes que contienen cromo", tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de seis hojas escritas por una sola cara.

Madrid 29 de Julio de 1930.

COMPAGNIE NATIONALE DE MATIERES COLORANTES  
ET MANUFACTURES DE PRODUITS CHIMIQUES DU  
NORD REUNIES, ETABLISSEMENTS KUHLMANN.

P.P.

FOR POWER  
ANTOS L. GENE