



MEMORIA DESCRIPTIVA

para solocitar una PATENTE de INVENCION por VEINTE años en ESPAÑA por un «PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE COLORANTES AZOICOS SOBRE LA FIBRA», a favor de la Sociedad I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, domiciliada en Frankfurt a Main (Alemania).

====ooOoo====

Para la producción de colorantes azoicos sobre la fibra se adicionan a los baños reveladores substancias

reguladoras del valor pH con objeto de evitar que el álcali de la impregnación de fondo actúa de un modo perjudicial sobre la disolución diazoica. Como tales agentes para fijar el álcali se utilizan de preferencia sulfato de aluminio, de zinc o de magnesio. Estas sales pueden agregarse con ventaja a las sales tintóreas del comercio, de modo que el tintorero dispone de preparados diazoicos que, disueltos simplemente en agua, dan baños reveladores listos para el uso y que no exigen aditamentos ulteriores para el baño de tinctura los que se han mostrado muy incómodos para el consumidor, como ocurre si se emplea por ejemplo el ácido acético como agente para fijar el álcali.

El empleo de dichas substancias reguladores del valor pH, sin embargo, infiere ciertos inconvenientes en cuanto que con los aceites textiles presentes en la impregnación de fondo de los cuales se usa preferentemente en la práctica el aceite para el rojo turco, pueden formar jabones metálicos que, por regla general, son de carácter grasoso y pueden depositarse fácilmente sobre la fibra, lo que, tratándose de un material suelto, repercute de un modo desfavorable en la calidad de ser hilado de las fibras y que, ante todo en el caso de género en pieza, puede dar lugar a irregularidades en la humectación, por lo que resultan desiguales las coloraciones.

Ahora bien, se ha descubierto que se pueden evitar tales inconvenientes efectuando la copulación en presencia de sales crómicas solubles en el agua. Como tales se prestan, por ejemplo, sulfato, fluoruro o acetato crómico resp. Las sales crómicas son particularmente adecuadas como agentes



20

25

30

para fijar los álcalis. En el caso de emplearse compuestos diazoicos de acción copulativa relativamente débil, las sales crómicas no causan rendimientos deficientes de colorante, como ésto ocurre muchas veces al emplearse sulfato de aluminio o de zinc, y presentan, con relación al sulfato de magnesio, la ventaja de una acción ligeramente ácida y de ejercer, por tanto, una influencia favorable sobre la claridad de las tinturas. Además no se producen ningunos depósitos perjudiciales sobre la fibra de modo que queda garantizado un aspecto mejor y más uniforme del género.

Un ensayo preliminar manifestará de un modo sencillo cuál de las sales crómicas indicadas fuere lo más a propósito para lograr una tintura óptima con una base dada.

También es posible mezclar previamente sales crómicas solubles en el agua con los compuestos diazóticos precipitados en forma sólida obtenidos a partir de bases adecuadas para la preparación de colorantes al hielo o con bases de ésta clase mezcladas con la cantidad de nitrito necesaria para la diazotación, o se las puede mezclar con tales bases o con sus sales minerales. En el caso primero se obtienen preparados tintóreos que, simplemente disueltos en agua, suministran baños de tintura listos para el uso, mientras que con los preparados tintóreos citados en segundo lugar es posible obtener baños reveladores incorporándolos con ácidos minerales o diazotándolos simplemente. Los preparados tintóreos así obtenidos se distinguen por su buena estabilidad, incluso los preparados que además del compuesto diazoico sólido contienen el acetato crómico que en muchos casos se presta especialmente bien como substancia



50

CLARKE, MOORE & CO.

55

60

de reguladora/pH, lo que no era de presumir, puesto que por medio de otras sales metálicas de ácidos orgánicos, como por ejemplo, acetato de aluminio, no es posible obtener preparados diazoicos estables, como lo han probado experimentos adecuados. Además, los preparados tintóreos pueden contener los usuales aditamentos o diluentes.

EJEMPLOS:

1º.- 29.75 g de la sal doble entre el cloruro de zinc y el 2-amino-6-benzoilamino-4-metoxi-1-metilbenzol diazotado, comprimida en forma de un pan a unos 80 % se muelen con 20 g de sulfato sódico anhidro y 50 g de acetato crómico para formar un polvo homogéneo. Se obtiene un preparado tintóreo que, simplemente disuelto en agua, suministra disoluciones reveladoras listas para el uso.

En lugar del acetato crómico puede también utilizarse la misma cantidad de fluoruro crómico.

2º.- 49.88 g de la sal doble entre el cloruro de zinc y el 1-amino-4-benzoilamino-2.5-dietoxi-benzol diazotado comprimida en forma de un pan húmedo se mezclan con 40 g de formiato crómico y 10 g de sulfato sódico, se deshidratan en el vacío y se muelen finamente. Se obtiene un preparado tintóreo que, disuelto simplemente en agua, suministra disoluciones reveladoras listas para el uso.



CLARKE, MOEY Y C^o
80

- 90 3^a.- 30 g del cloruro de diazonio secado en el vacío, obtenido a partir de la 4-amino-4'-metoxidifenilamina se muelen finamente con 65 g de acetato crómico. Se obtiene un preparado tintóreo que, simplemente disuelto en agua, suministra disoluciones reveladoras listas para el uso.
- 95 4^a.- 26 g del cloruro de diazonio secado en el vacío, obtenido a partir de la 4-aminodifenilamina se muelen finamente con 65 g de oxalato crómico y 10 g de sulfato sódico anhidro. Se obtiene un preparado tintóreo que, simplemente disuelto en agua, suministra una disolución reveladora lista para el uso.
- 100 5^a.- 40 g de la sal doble entre el cloruro de zinc y la dianisidina tetrazotada se secan en el vacío, se mezclan con 20 g de sulfato sódico anhidro y 40 g de fluoruro crómico y se muelen. Se obtiene un preparado tintóreo que, simplemente disuelto en agua, suministra una disolución reveladora lista para el uso.
- 110 6^a.- 18.2 g del hidrocloreuro de 1-amino-3-clorobenzol al 90 % se muelen con 23.8 g de sulfato crómico acuoso. Se obtiene un preparado estable que, diazotado y neutralizado de la manera usual, suministra baños de tintura listos para el uso.
- 115





- 7^a.- 30 g del clorhidrato del éster 4-cloro-2-aminodifenilico al 85 % se mezclan con 12 g de fluoruro crómico acuoso. Se obtiene un preparado estable que, diazotado y neutralizado de la manera usual, suministra baños de tintura listos para el uso.
- 120.
- 8^a.- 28.5 g de clorhidrato de la dietilamina del ácido 1-amino-2-metoxibenzol-5-sulfónico al 90 % se muelen con 33 g de alumbre de cromo acuoso. Se obtiene un preparado estable que, diazotado y neutralizado de la manera usual, suministra baños de tintura listos para el uso.
- 125.
- De la misma manera se puede tambien mezclar con la cantidad antes indicada de alumbre de cromo acuoso la cantidad correspondiente de m-aminoazotoluol o de la 2.4-dibromo-1-aminonaftalina. En este caso tambien se obtiene un preparado estable que, diazotado y neutralizado de la manera usual, suministra baños de tintura listos para el uso.
- 130.
- 9^a.- 16.8 g de 5-nitro-2-amino-1-metoxibenzol se mezclan con 8 g de nitrito sódico y 12 g de fluoruro crómico acuoso. Se obtiene un preparado estable que se puede diazotar incorporándolo con ácido clorhídrico diluido y que, una vez neutralizado mediante acetato sódico, suministra disoluciones reveladoras listas para el uso.
- 135.
- 10.- 31,1 g de la sal doble entre el cloruro de zinc y la 1-aminoantraquinona diazotada, comprimida en forma de un pan humedo se mezclan con 10 g de sulfato sódico anhidro y 60 g de acetato crómico acuoso. Despues de la desecación se obtiene un preparado tintóreo estable que, disuelto en agua, suministra baños de tintura listos para el uso.
- 140.

- 145 11.- Hilado de algodón se impregna a 30 °C (durante 30 minutos y a una relación del baño de 1:20) en una cuba conteniendo una disolución que contiene por litro
- 6 g de 2.3-oxinaftoilaminobenzol,
9 cm³ de lejía de sosa cáustica a 34° Bé,
6 cm³ de formaldehído al 33 % y
10 cm³ de aceite para/rojo turco,
- 150 se exprime y se revela en la cuba (durante 20 minutos y a una relación del baño de 1:20) mediante una disolución diazoica neutralizada con acetato sódico cuyo contenido en compuesto diazoico corresponde a 3.5 g de 1-amino-2-nitro-4-clorobenzol por litro y a la cual se han añadido 0.8 g de cloruro crómico por litro. Después de un enjuague intenso en el frío y, en caso dado, de un tratamiento con ácido, la tintura se trata ulteriormente durante 30 minutos con
- 160 una disolución hirviente de 3 g de jabón y 1 g de sosa calcinada por litro.

De ésta manera se obtiene un rojo con visos amarillos.

- 12.- Hilado de algodón se prepara en una disolución obtenida según las indicaciones del ejemplo 11, que contiene por litro 7 g de 1-(2'.3'-oxinaftoilamino)-2-metilbenzol, se desarrolla mediante una disolución diazoica obtenida del modo usual y neutralizada con acetato sódico, cuyo contenido en compuesto diazoico corresponde a 1.3 g de 1-amino-3-clorobenzol por litro y que contiene por litro 0.55 g de fluoruro crómico, y se trata ulteriormente como es usual.
- 170

De ésta manera se obtiene un anaranjado que vira al rojo.



165
C. ARKE. MODELO 165

En lugar de la disolución diazoica obtenida a partir de la base puede también utilizarse la disolución de un preparado tintóreo el que contiene, además de uno de los aditamentos usuales, 0.55 g de fluoruro crómico y la cantidad del compuesto de diazonio en forma del 1.5-naftalina-disulfonato ácido que se obtiene a partir de 1.8 g de 1-amino-3-clorobenzol.

180

13.- Hilado de algodón se impregna de la manera usual con una disolución que contiene por litro

5 g de 1-(2'.3'-oxinaftoilamino)-2-metoxibenzol

7.5 cm³ de lejía de sosa cáustica a 34^a Bé,

185

5 cm³ de formaldehído al 33 % y

10 cm³ de aceite para el rojo turco,

se exprime, se revela en una disolución diazoica neutralizada mediante acetato sódico a la cual se han agregado 1.4 g de sulfato crómico acuoso por litro y la cantidad de compuesto diazoico que corresponde a 1.4 g de 1-amino-2-metil-5-clorobenzol, y se trata ulteriormente como es usual.

190

De ésta manera se obtiene un color escarlata claro.

En lugar de la disolución diazoica obtenida a partir de la base puede también utilizarse la disolución de un preparado de una sal diazoica el que contiene además de uno de los aditamentos usuales, 1.4 g de sulfato crómico acuoso y la cantidad de compuesto diazoico en forma del 1.5-naftalina-disulfonato ácido obtenido a partir de 1.4 g de 1-amino-2-metil-5-clorobenzol.

200

14.- 80 g del clorhidrato del 1-amino-2-metil-4-clorobenzol al 90 % se muelen con 22 g del fluoruro crómico para



CLARKE, MODET & Co.

formar un polvo homogéneo.

205 2.55 g de ésta mezcla se diazotan de la manera usual, se neutralizan mediante acetato sódico y se completan con agua hasta formar un litro. De ésta manera se obtiene una disolución diazoica que contiene por litro 0.55 g de fluoruro crómico y la cantidad de compuesto diazoico que corresponde a 1.4 g de 1-amino-2-metil-4-clorobenzol.

210 En ésta baño se desarrolla de la manera usual hilado de algodón que ha sido impregnado previamente con una disolución preparada con analogía al ejemplo 11, empleando, sin embargo, por litro 4 g de 1-(2'.3'-oxinaftoilamino)-2-metil-4-clorobenzol.

215 Después del tratamiento ulterior usual se obtiene un rojo claro con visos azules.

15.- Hilado de algodón se impregna, a 30 °C, en una cuba conteniendo una disolución que contiene por litro

3 g de 1-(2'.3'-oxinaftoilamino)-2.4-dimetoxi-5-clorobenzol,

6 cm³ de lejía de sosa cáustica al 34°Bé,

3 cm³ de formaldehido al 33 % y

10 cm³ de aceite para el rojo turco,

220

se exprime y se revela en la cuba mediante una disolución diazoica neutralizada con acetato sódico cuyo contenido en compuesto diazoico corresponde a 2.85 g de 1-amino-2-metoxi-benzol-5-sulfonil-dietilamina en el litro y a la cual se han adicionado 3.2 g de acetato crómico por litro. Entonces el hilado se trata ulteriormente de la manera usual.

225

230

De ésta manera se obtiene un rojo claro con visos azules.



ET. C.

16.- Géneros de algodón en pieza se impregnan en el foulard mediante una disolución preparada de la manera usual a partir de

235 10 g de 1-(2'.3'-oxinaftoilamino)-naftalina,
 20 cm³ de lejía de sosa cáustica a 34^aBé y
 15 cm³ de aceite para el rojo turco,

se seca y se desarrolla en el foulard mediante una disolución diazoica neutralizada con bicarbonato sódico cuyo contenido en compuesto diazoico corresponde a 5.5 g de 4.4'-diamino-3.3'-dimetoxi-difenil en el litro y que contiene 14 g de acetato crómico por litro. La tintura resultante se enjuaga intensamente en el frío y se jabona hirviendo durante breve tiempo.

245 De ésta manera se obtiene una tintura lisa uniforme de un azul que vira al rojo.

17.- Un tejido mezclado de viscosa y algodón se impregna con una disolución que contiene por litro

12 g de 2.3-oxinaftoil-aminobenzol,
18 cm³ de lejía de sosa cáustica a 34^aBé y
20 cm³ de aceite para el rojo turco,

y se seca luego.

El tejido así tratado se desarrolla en el foulard mediante una disolución que se prepara diazotando 12.5 g
255 de 1-amino-4-benzoilamino-2.5-dimetoxibenzol, neutralizando con bicarbonato sódico, adicionando 20 g de acetato crómico y completando la disolución hasta un volumen de 1 litro. En caso dado se diluye ésta disolución antes de usarla con 20 % de agua.



250

260

Finalmente se enjuaga y se jabona hirviendo.

De ésta manera se obtiene una tintura uniforme azul marino que vira al rojo.

18.- Género de lino en pieza blanqueado y descolado se impregna con una disolución caliente que contiene por litro

265

10 g de 2.3-oxinaftoil-aminobenzol

15 cm³ de lejía de sosa cáustica a 34°Bé y

20 cm³ de aceite para el rojo turco,

y se seca.

270

A continuación el tejido preparado se desarrolla en el foulard mediante una disolución que se prepara diazotando 11 g de 1-amino-4-benzoilamino-2.5-dietoxibenzol, neutralizando con bicarbonato sódico, mezclándola con 15 g de acetato crómico y completándola hasta formar un litro. Finalmente el material se enjuaga y se jabona hirviendo.

275

De ésta manera se obtiene una tintura azul de añil de las piezas.

Utilizando en lugar del 2.3-oxinaftoilaminobenzol el 1-(2'.3'-oxinaftoilamino)-2-metil-4-clorobenzol, se obtiene asimismo una tintura azul de añil uniforme con buena penetración del colorante.

280

19.- 44.9 g de un pan conteniendo el 78 % de cloruro de 4'-metoxi-difenilamina-4-diazonio se muelen con 9.4 g de sulfato sódico anhidro y 45,7 g de acetato crómico para formar un polvo homogéneo. De ésta manera se obtienen 100 g de una sal diazoica especialmente estable al ser almacenado conteniendo 35 % del cloruro de 4'-metoxi-difenilamina-4-diazonio.

285



M. A. NOBET Y C.ª

Un tejido de algodón blanqueado se impregna en el
290 foulard con una disolución que contiene por litro
15 g de 2.3-oxinaftoil-aminobenzol
22.5 cm³ de lejía de sosa cáustica a 34^aBé y
20 cm³ de aceite para el rojo turco,
y se seca en seguida.

295 Para su revelado el tejido así tratado se hace
pasar en el foulard por una disolución que contiene por li-
tro 43.7 g de la sal tintórea arriba descrita obtenida a
partir de la 4-amino-4'-metoxidifenilamina, se exprime y,
después de expuesto a la acción del aire durante 30 segun-
300 dos, se enjuaga y se jabona hirviendo.

Se obtiene una tintura azul lisa muy uniforme.

Se logra el mismo buen resultado, empleando en vez
del tejido de algodón un tejido de lana de celulosa.

20.- Un tejido de algodón blanqueado se impregna en
305 el foulard mediante una disolución que contiene por litro

15 g de 2.3-oxinaftoilaminobenzol
22.5 cm³ de lejía de sosa cáustica a 34^aBé y
20 cm³ de aceite para el rojo turco,
y se seca después.

310 El tejido así preparado se estampa:

a) con una pasta que contiene por K.

200 g de ácido láctico al 50 %

300 g de agua y

500 g de espesante neutro de almidón y de traga-

315 canto.

b) con una pasta que contiene por K.

32 g de 1.5-naftalinadisulfonato ácido del 1-ami-



no-2-metil-4-clorobenzol diazotado que se han neutralizado con sosa y

320 80 g de sulfato de aluminio cristalizado.

Después de la desecación el tejido se hace pasar por una disolución que contiene por litro de agua de 25 °C 13.47 g del cloruro de diazonio de la 4-amino-difenilamina y

325 20 g de acetato crómico cristalizado.

Entonces el tejido se exprime y, después de expuesto durante 30 segundos a la acción del aire, se hace pasar por un baño de 70°C de temperatura que contiene por litro de agua 10 cm³ de bisulfito sódico a 38° Bé, se enjuaga y se jabona hirviendo.

De ésta manera se obtienen efectos de color blanco y rojo sobre fondo azul marino.

21.- Un tejido mezclado de algodón y de lana de celulosa se impregna con una disolución que contiene por litro

335 12 g de 2.3-oxinaftoilaminobenzol,

18 cm³ de lejía de sosa cáustica a 34° Bé y

15 cm³ de aceite para el rojo turco,

y se seca.

El tejido así preparado se estampa con una pasta

340 de la composición siguiente:

9 g de cloruro de diazonio de 4-amino-4'-metoxi-difenilamina.

24 g de acetato crómico cristalizado

500 g de espesante neutro de almidón y tragacanto

345 467 g de agua

1.000 g





Una vez secado, el genero se hace pasar por una disolución caliente de sosa (2 g de sosa calcinada por litro), se enjuaga y se jabona.

350. Se obtiene una estampación sólida de color azul intenso que se distingue por una igualdad especial.

N O T A.
=====

355. Habiendo descrito ampliamente la naturaleza del invento, así como la manera de llevarlo a cabo en la práctica, se hace constar que las disposiciones anteriormente descritas son susceptibles de ligeras modificaciones de detalle, sin que por ello se altere el principio fundamental del invento. Tambien se hace constar que dicho invento se refiere a una patente presentada en Alemania con fecha 23 de Abril de 1937, bajo el n° J. 57.811 iVd/8 m, acogiéndose, por 360. lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia de dicho invento y por lo que se solicita patente de Invención por veinte años en España: " PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE COLORANTES AZOICOS SOBRE LA FIBRA"; caracte- 365. rizándose por lo siguiente:

1.- Procedimiento para la producción de colorantes insolubles en el agua sobre la fibra según el método para la obtención de colorantes al hielo, caracterizado porque sales crómicas solubles en el agua se utilizan como agentes para fijar el álcali. 370.

2.- Ejecución del procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizada porque se emplean sales diazoicas sólidas que contienen sales crómicas solubles en el agua.

375. 3.- Preparados tintóreos para llevar a la práctica el procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizados



380. por un contenido en sales crómicas solubles en el agua, conteniendo dichos preparados tintóreos además de dichas sales crómicas ya compuestos sólidos de diazonio obtenidos a partir de bases adecuadas para la preparación de colorantes al hielo, o bases de ésta clase mezcladas con la cantidad de nitrito necesaria para la diazotación, ya dichas bases o sus sales minerales y además, en caso dado, los aditamentos usuales o diluyentes.

385. "Procedimiento para la producción de colorantes azoicos sobre la fibra"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria que consta de quince hojas escritas por una sola cara.

San Sebastian, 21 de Abril de 1938.
I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT,

POR PODER.
de J. Gómez Acebo