

PATENTE
187174 DE

23f



I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE NUEVOS MONOAZOCOLORAN-
TES CONTENIENDO CROMO", a favor de la firma suiza CIBA Soci t 
Anonyme, domiciliada en Basilea (Suiza).--

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

187174

5. Se ha encontrado que se llega a la obtenci n de nuevos y valiosos monoazocolorantes que contienen cromo, si se copula 1-amino-2,5-dimetoxi-4-clorobenzol diazotado con  cidos oxinaftalin-mono- 6 -disulf nicos que copulen en posici n vecina a un grupo hidroxilo, haciendo reaccionar con los monoazocolorantes as  obtenidos, bajo condiciones en las cuales tenga lugar una disociaci n del grupo metilo del radical-O-CH₃- que se encuentra en posici n-o con respecto al grupo azo, unos medios que cedan cromo.

10. Han de mencionarse, a t tulo de ejemplo, para  cidos oxinaftalin-mono- 6 disulf nicos que pueden servir en el presente procedimiento como componentes de copulaci n:  cido 1-oxinaftalin-3-, -4-, 6 -5-sulf nico,  cido 1-oxinaftalin-3,6-, -3,8-, 6 -4,8-disulf nico,  cido 2-oxinaftalin-4-, -5-, -6-, -7-,   -8-sulf nico,  cido 2-oxinaftalin-3,6-disulf nico.

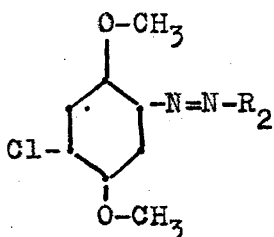
La diazotaci n del 1-amino-2,5-dimetoxi-4-clorobenzol puede tener lugar del modo usual, en s  conocido, vg. con ayuda de nitrito s dico y  cido clorh drico.

23



La copulación con los ácidos oxinaftalin-mono- ó -disulfónicos tiene lugar, convenientemente, en medio alcalino. Se puede eventualmente llevar a cabo la copulación, asimismo, en presencia de disolventes apropiados, como alcohol o piridina.

5. Los monoazocolorantes obtenibles conforme a las indicaciones que anteceden, corresponden a la fórmula general



187174

10.

en la cual R₂ significa el radical de un ácido oxinaftalin-mono- ó -disulfónico, engarzado en posición vecina con respecto al grupo hidroxilo, al grupo azo.

15. Los monoazocolorantes de la composición anterior pueden, en caso deseado, aislarse de la mezcla de copulación y liberarse de impurezas. No obstante, generalmente puede emplearse la masa de copulación en su totalidad y sin segregación intermedia, para el tratamiento con los medios que ceden metal. Por regla general, hace falta graduar a este efecto la mezcla de copulación, antes de llevar a cabo la reacción con el medio que cede cromo, al valor pH, favorable para esta reacción.

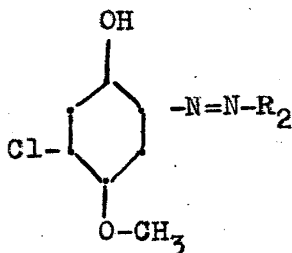
20. El tratamiento con medios que ceden cromo se efectúa en el presente procedimiento, bajo tales condiciones en las que tiene lugar una disociación del grupo metilo del radical -OCH₃- que se encuentra en posición-o con respecto al grupo azo. Esto se puede lograr, vg., por tratamiento de los colorantes con sulfato de cromo, o formiato de cromo, en medio acuoso, bajo presión, a temperatura más elevada, vg., a temperaturas entre 110 y 140° C.

30.



Los monoazocolorantes conteniendo cromo, obtenibles según el presente procedimiento, son nuevos. Estos monoazocolorantes conteniendo cromo son cromocompuestos complejos de los monoazocolorantes de la fórmula general

5.



187174

10. en la cual significa R_2 el radical de un ácido oxinaftalín-mono- ó -disulfónico engarzado en posición vecina, con respecto al grupo hidroxilo, al grupo azo.

Estos productos se prestan, ante todo, para teñir fibras textiles animales, como la seda, cuero, y especialmente

15. la lana. Las coloraciones con ellos obtenibles se distinguen por buenas solidez al lavado, abatanado, y a la luz. Además, pueden distinguirse estos nuevos productos, en comparación con los productos conocidos de composición semejante, principalmente porque proporcionan coloraciones uniformes, de matices particularmente puros, que conservan su pureza asimismo con la luz
20. artificial.

Los siguientes EJEMPLOS servirán para mejor dilucidar el invento, aunque en modo alguno pueden limitarlo. Al efecto, significan las partes: partes en peso; los porcentajes son por cientos en peso; estando indicadas las temperaturas en
25. grados Celsius.

EJEMPLO 1.

18,8 partes de 2,5-dimetoxi-1-amino-4-clorobenzol son diazotadas del modo usual, en presencia de 30 partes de ácido
30. clorhídrico al 30 % con 7 partes de nitrito sódico. La solución

187174

23



5. clara del diazocompuesto obtenida es introducida a chorro, bajo buena agitación, en una disolución, enfriada a 10°, de 31 partes de ácido 1-oxinaftalin-3,6-disulfónico y 30 partes de carbonato sódico en 400 partes de agua. El colorante que se ha formado precipita en la mayor parte. Secado constituye una sustancia de matiz oscuro, que se disuelve en el agua y en solución de carbonato sódico con un color rojo-rubí, y en ácido sulfúrico concentrado con un color azul, y que tiñe la lana procedente de baño ácido en matices rojos que tiran al azul, es decir, en matices rojo-azulados.

10. Este colorante puede transformarse, sin segregación intermedia, en el cromocompuesto complejo. A este efecto se diluye la mezcla de copulación, obtenida según los datos anteriores, con 200 partes de agua, adicionándose ácido sulfúrico al 10 % hasta reacción débilmente ácida mineral. Después de 15. adicionada una cantidad de sulfato de cromo $[\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3]$ que contiene 5,7 partes de Cr, se calienta la mezcla reaccional en autoclave emplomado equipado de agitador mecánico, a 120-125°, agitando durante 15 horas a esta temperatura. El cromocompuesto 20. que se ha originado va precipitándose en su mayor parte. Después de haberse dejado enfriar a temperatura ambiente, es separado por filtración y secado. En este estado constituye una sustancia de matiz oscuro, que se disuelve en agua con un color azul, en soluciones de hidróxido alcalino diluídas con color rojo-rubí, 25. y en ácido sulfúrico concentrado con un color violeta sucio, y que tiñe la lana procedente de baño ácido sulfúrico en matices sólidos, muy uniformes, de un azul rojizo puro, los cuales acusan con luz artificial prácticamente el mismo matiz que con luz natural.

30.



23

187174

EJEMPLO 2.

5. En un baño tintóreo que contiene 2 partes del colorante conteniendo cromo, obtenible con arreglo al Ejemplo 1, 40 partes de ácido sulfúrico al 10 %, así como 3000 partes de agua, se introducen, a 40°, 100 partes de lana bien humectada, calentando el baño paulatinamente hasta ebullición. Después de una cocción de 1/4 hora, se adicionan otras 40 partes más de ácido sulfúrico al 10 %, y se tiñe hirviendo durante 1-1/2 horas. Seguidamente es aclarada la lana con agua fría, y secada. Queda teñida en un matiz de azul puro.

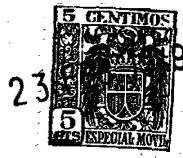
10.

15. Como es natural, queda sobreentendido que la protección que se recaba para la invención, no queda limitada a los Ejemplos de ejecución práctica indicados en la descripción, pues la protección se extiende a todas aquellas formas equivalentes de ejecución basadas en la solución lograda por el invento.

N O T A

20. Hecha la descripción del presente invento, se hace constar que esta solicitud se acoge a los derechos de prioridad de la patente N° 32.420, depositada en SUIZA en fecha 26 de Febrero de 1948, y se declaran como nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones:

25. 1ª.- Procedimiento para la preparación de nuevos monoazocolorantes conteniendo cromo, caracterizado esencialmente por el hecho de copular 1-amino-2,5-dimetoxi-4-clorobenzol diazotado con ácidos oxinaftalin-mono- ó -disulfónicos, que copulan en posición vecina con respecto a un grupo hidroxilo,

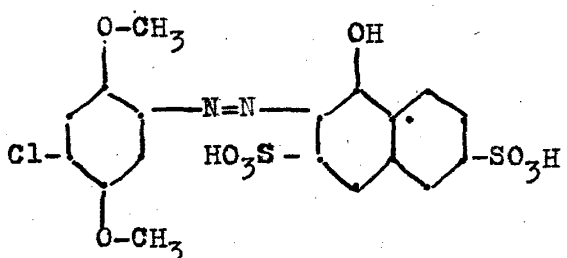


187174

haciendo reaccionar con los monoazocolorantes así obtenidos, bajo condiciones en las que tiene lugar una disociación del grupo metilo del radical -O-CH₃- que se encuentra en posición-o con respecto al grupo azo, unos medios que ceden cromo.

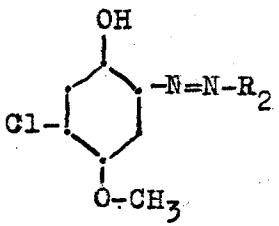
- 5. 2^a.- Procedimiento para la preparación de nuevos monoazocolorantes conteniendo cromo, caracterizado esencialmente por el hecho de copular 1-amino-2,5-dimetoxi-4-clorobenzol diazotado con ácido 1-oxinaftalin-3,6-disulfónico, haciendo reaccionar con el azocolorante así obtenido, bajo condiciones en las que se realiza una disociación del grupo metilo del radical -O-CH₃- que se encuentra en posición-o con respecto al grupo azoico, unos medios que desprenden cromo.

- 10. 3^a.- Procedimiento para la preparación de nuevos monoazocolorantes conteniendo cromo, caracterizado por el hecho de hacer reaccionar con el monoazocolorante de la fórmula



- 20. bajo condiciones en las que tiene lugar una disociación del grupo metilo del radical -O-CH₃- que se encuentra en posición-o con respecto al grupo azo, unos medios que ceden cromo.

- 25. 4^a.- Procedimiento según las anteriores reivindicaciones, en el que los cromocompuestos complejos de monoazocolorantes son de la fórmula

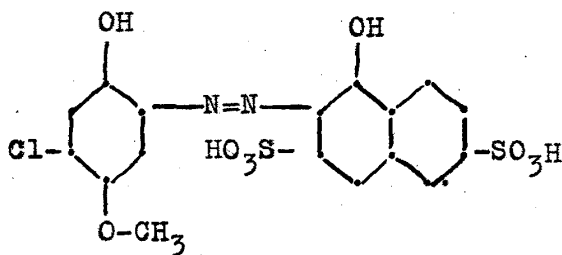


30.



en la cual R_2 significa el radical de un ácido oxinaftalin-mono-
ó -disulfónico, engarzado al grupo azo en posición vecina con
respecto al grupo hidroxilo.

5. 5ª.- Procedimiento según las anteriores reivindicaciones,
en el que los cromocompuestos complejos del monoazcolorante son
de la fórmula



187174

6ª.- Procedimiento para la preparación de nuevos
monoazocolorantes conteniendo cromo.

15. Según se describe y reivindica en la presente memoria
descriptiva, a/, que consta de siete hojas foliadas y escritas a
máquina por una sola cara.

Madrid, a 23 de Febrero de 1949.

CIBA Sociéte Anonyme.

p.a. JAIME ISERN

D. D.