

201358

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

PATENTE
DE 201358



I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES PARDOS QUE CONTIENEN CROMO", a favor de la firma suiza, J. R. GEIGY, A.G., de Basilea (Suiza).

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

- Es conocido cromar mezclas de dos colorantes metalizables de distinta constitución, de manera que se originan cromocompuestos complejos que contienen en la misma molécula de complejo ambos colorantes engarzados en uno y el mismo átomo de cromo. Así, han sido descritos complejos de cromo mixtos conteniendo grupos de ácido sulfónico, de azocolorantes metalizables, que se desarrollan en lana de baño intensamente ácido. Pero se conocen, asimismo, complejos de cromo mixtos libres de grupos de ácido sulfónico de colorantes metalizables que son empleados como colorantes de laca. En todos los procedimientos para la preparación de compuestos de complejos de cromo mixtos de colorantes metalizables que se ha llegado a conocer hasta el presente, se trata de combinaciones de tales colorantes que presentan como cromocompuestos complejos matemáticamente iguales o muy similares, por ejemplo, de un azul marino
- 5.
- 10.
- 15.

201358

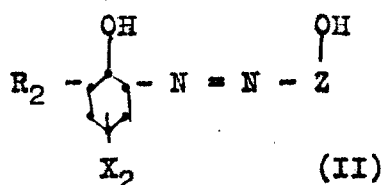
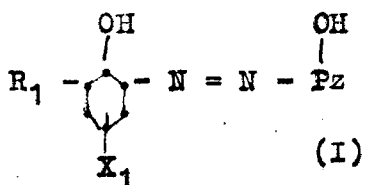
10



con azul marino o negro, de negro con negro, de anaranjado con encarnado, etc.

Ahora bien, se ha encontrado de modo sorprendente, que al cromar las mezclas de cantidades equimoleculares de azocolorantes, anaranjados como complejos de cromo, de la fórmula general I con azocolorantes, grises como complejos de cromo, de la fórmula general II

5.



10.

en las cuales significan

R₁ y R₂ hidrógeno, cloro, un grupo metilo, o -acilamino, la una X un grupo alquilsulfonilo de peso molecular infe

15.

rior, un grupo -SO₂N^{Y₁} o -nitro, la otra X un grupo alquilsulfonilo de peso molecular inferior, o un grupo -SO₂-N^{Y₁}, en la cual simbolizan Y hidrógeno, un grupo²alquilo, u -oxialquilo de peso molecular inferior,

20.

Pz el radical de una 1-aril-3-metil-5-pirazolona, copulada en posición-4,

Z el radical de una 1-acilamino-7-oxinaftalina copulada en posición-8,

25.

y en la cual los anillos aromáticos pueden contener, eventualmente, substituyentes ulteriores usuales en azocolorantes, mientras que los azocolorantes I y II no deben contener grupos ácidos de efecto hidrosoluble, son obtenidos compuestos de cromo complejos mixtos, hidrosolubles, que tienen la lana en matices pardos.

30.

Como muestran cromatogramas en papel y coloraciones

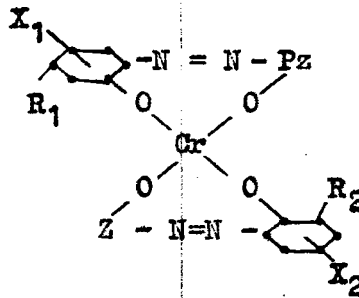


201358

10

fraccionadas en lana, con los colorantes conteniendo cromo, según el invento, se trata las más veces de compuestos de cromo complejos unitarios, pero siempre en porciones preponderantes de mixtos, de la fórmula general III, en la cual R, X, Pz y Z presentan el significado antes indicado

5.



III

10.

Como diazocomponentes para los colorantes utilizables según el invento de las fórmulas generales I y II, entran en consideración, por ejemplo: 2-aminofenol-4-metil-, -etil-,

15.

-n-propil-, -n-butil-, -n-amilsulfona; 2-aminofenol-4-amida de ácido sulfónico, -metilamida, -etilamida, -dimetilamida, -dietilamida, -oxietilamida, -dioxietilamida; 6-cloro-2-aminofenol-4-alquil-sulfonas; 6-acetilamino-2-aminofenol-4-alquilsulfonas y 6-metil-2-aminofenol-4-alquilsulfonas; amidas

20.

de ácido 6-metil-, -6-acetilamino- y -6-cloro-2-aminofenol-4-sulfónico, etc.; 4-nitro-2-aminofenol; 6-cloro- y 6-metil-4-nitro-2-aminofenol, a cuyo efecto los colorantes constituidos a base de 2-aminofenol-4-alquilsulfonas presentan un poder más bueno de desarrollarse de baño tintóreo neutro. El

25.

poder de desarrollarse sobre la lana es aumentado por la incorporación de un átomo de cloro en posición-6 de las 2-aminofenol-4-alquilsulfonas, o de las amidas de ácido 2-aminofenol-4-sulfónico.

30.

Para la constitución de los colorantes de la fórmula general I entran en cuenta como componentes de copulación, por

201358



ejemplo: 1-fenil-2-metil-5-pirazolona, 1-(3'-clorofenil)-3-metil-5-pirazolona, 1-(4'-bromofenil)-3-metil-5-pirazolona, 1-(4'-metil-fenil)-3-metil-5-pirazolona, 1-(4'-nitrofenil)-3-metil-5-pirazolona, 1-(2',5'-diclorofenil)-3-metil-5-pirazolona, 1-(3',4'-diclorofenil)-3-metil-5-pirazolona, 1-(4'-metoxifenil)-3-metil-5-pirazolona, etc. Aquellas pirazolonas que están substituídas por átomos de halógeno, conducen a complejos mixtos de poder de desarrollarse neutro aumentado.

5. Para la constitución de los colorantes de la fórmula general II, entran en consideración como componentes de colación, por ejemplo: acetil-, propionil-, metoxiacetil-, carbometoxi-, metoxi-carbetoxi-amino-naftol-(1,7), etc. Aquí se presenta el aumento del poder de desarrollarse neutro aproximadamente paralelo con el aumento del peso molecular del radical acilo.

10. En el procedimiento según la invención, pueden combinarse azocolorantes de las fórmulas I y II, cuyos diazocomponentes son iguales o distintos. Se obtienen, no obstante, combinaciones particularmente valiosas que se desarrollan bien en baño tintóreo neutro, si se utiliza en ambos componentes colorantes la 2-aminofenol-4-metilsulfona como diazocomponente, determinándose como componentes de copulación 1-carbalcoxi-amino-7-oxinaftalinas con radical alquilo inferior, de preferencia de un grupo metilo, en el radical acilo por una parte y, eventualmente, en el anillo bencénico, por la otra, 1-fenil-3-metil-5-pirazolonas clorosubstituídas.

15. Como medios para el cromado resultan apropiadas sales normales y complejas, y hidróxidos del cromo trivalente como acetato de cromo, formiato de cromo, cromiato de salicilato de sodio, cromiato de salicilato de amonio. Particular-

20. Como medios para el cromado resultan apropiadas sales normales y complejas, y hidróxidos del cromo trivalente como acetato de cromo, formiato de cromo, cromiato de salicilato de sodio, cromiato de salicilato de amonio. Particular-

25. Como medios para el cromado resultan apropiadas sales normales y complejas, y hidróxidos del cromo trivalente como acetato de cromo, formiato de cromo, cromiato de salicilato de sodio, cromiato de salicilato de amonio. Particular-

30. Como medios para el cromado resultan apropiadas sales normales y complejas, y hidróxidos del cromo trivalente como acetato de cromo, formiato de cromo, cromiato de salicilato de sodio, cromiato de salicilato de amonio. Particular-

201358



10

mente adecuados son medios de cromar aptos para la metalización en medios alcalino o neutro, como particularmente las sales alcalinas del ácido cromosalicílico. Se puede llevar a cabo el cromado según métodos usuales, abierto, o bajo presión, en solución acuosa, o suspensión, o en presencia de sales o de disolventes orgánicos inertes o intermediarios de disolución, a cuyo efecto se aplica los medios de cromar en tales cantidades que sobre dos moléculas de azocolorante metalizable recae, a lo menos, un átomo de cromo.

5.

10.

Además, del matiz valioso de los nuevos cromocompuestos complejos, el cual hasta el presente no ha sido alcanzado por cromado mixto de azocolorantes metalizables, se distinguen los nuevos colorantes según el invento de los conocidos complejos mixtos, por su elevada afinidad para la lana.

15.

Dan, según composición, ya de baño tintóreo neutro, o ligeramente ácido, intensas y saturadas coloraciones de lana. Estas se distinguen por notable solidez a la luz y sus muy buenas solideces a lavado, batanado y al agua de mar. Una ventaja particularmente importante de los nuevos compuestos de cromo

20.

complejos mixtos, consiste en el hecho de que tiñen uniformemente las puntas y las raíces de los pelos individuales de la lana.

25.

En aquellos casos, en los cuales la hidrosolubilidad de los compuestos de cromo complejos mixtos, conforme al invento, no alcanza para el teñido textil según los métodos usuales, puede mejorarse la misma por adición de fosfatos o carbonatos alcalinos, o de mojantes o dispersantes.

30.

Los azocolorantes conteniendo cromo, según el invento, se prestan, no solo para teñir la lana, sino -gracias a su poder bueno de desarrollarse en baño tintóreo neutro hasta lige

7 -
MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

201358



5. nato de hidrógeno sódico, adicionando seguidamente aún 3 partes de carbonato de hidrógeno sódico, incorporando una solución de 22 partes de 1-[3'-cloro-fenil]-3-metil--5-pirazolo na en 300 partes de agua y 10,5 partes en volumen de lejía de sosa 10-n. Se agita, sin enfriar, hasta que queda terminada la copulación, se calienta a 60° y se separa por filtración el colorante (colorante I) precipitado. 18,7 partes de 2-aminofenol-4-metilsulfona son diazotadas con arreglo a las indicaciones anteriores y neutralizadas con carbonato de hidrógeno sódico. El diazocompuesto es vertido a 0-3° en una solución de 22,8 partes de carbometoxiaminonaftol-(1,7) en 250 partes de agua, 10,5 partes en volumen de lejía de sosa 10-n y 15 partes de carbonato sódico anhidro. La copulación queda terminada al cabo de unas cuantas horas. Se calienta a 70°, se separa por precipitación el colorante que ha quedado en parte disuelto, por adición de cloruro sódico, separándolo por filtración (colorante II).
- 10.
15. 42,9 partes de la sal monosódica del colorante I y 43,7 partes de la sal monosódica del colorante II son agitadas juntamente en 2000 partes de agua. Seguidamente son adicionadas 220 partes de una solución de cromosalicilato de amonio (correspondiente a 5,7 partes de Cr) y calentadas durante 5 horas a ebullición. Se va segregando un aceite negro pardusco que se solidifica de modo cristalino al enfriar. Es separado por filtración y secado. El nuevo colorante representa un polvo negro que se disuelve en agua caliente con color pardo y que tinte la lana de baño neutro en matices de un pardo subido de muy elevada solidez a la luz, muy buenas solididades a lavado, batanado y al agua de mar.
- 20.
- 25.
30. Se obtiene un colorante semejante, si se utiliza para

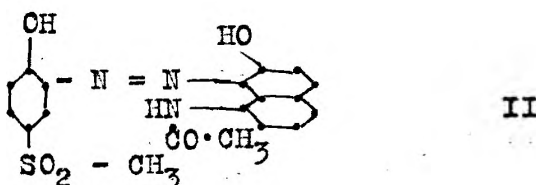
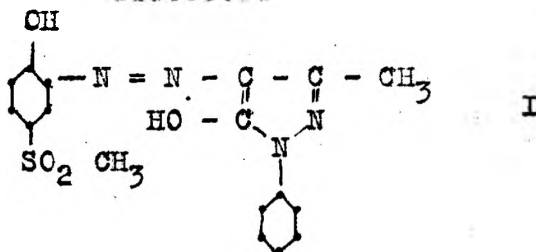
201358



la obtención del colorante 1, en vez de 18,7 partes de 2-amino-
 -fenol-4-metilsulfona, 22,2 partes de 6-cloro-2-aminofenol-4-
 -metilsulfona, o 20,2 partes de 6-metil-2-aminofenol-4-metil-
 sulfona y, en lugar de 22 partes de 1-(3'-cloro-fenil)-3-me-
 til-5-pirazolona, 18,3 partes de 1-fenil-3-metil-5-pirazolona.

5.

EJEMPLO 2



18,7 partes de 2-aminofenol-4-metilsulfona son diazo-
 tadas como se describe en el Ejemplo 1. En la suspensión toda
 vía ácida del compuesto de diazonio se espolvorea 8,7 partes
 de 1-fenil--3-metil-5-pirazolona y 11 partes de acetilamino
 naftol-(1,7). Seguidamente se adiciona 35 partes en volumen
 de amoniaco al 25 por ciento, se diluye a 500 partes en volu-
 men y se agita a 0-3°, hasta que queda terminada la copula-
 ción mixta, lo cual tiene lugar al cabo de aproximadamente
 6 horas. Seguidamente se mezcla con 110 partes de una solución
 de cromosalicilato de amonio (correspondiente a 2,87 partes
 de Cr), se adiciona 400 partes de agua y se calienta durante
 10 horas a ebullición. Por adición de cloruro sódico es preci-
 pitado el colorante como resina. Es separado y secado. Repre-
 senta un polvo negro que, mezclado con un 10 por ciento de su
 peso en carbonato sódico anhidro, resulta muy bien soluble en

20.

25.

30.

201358

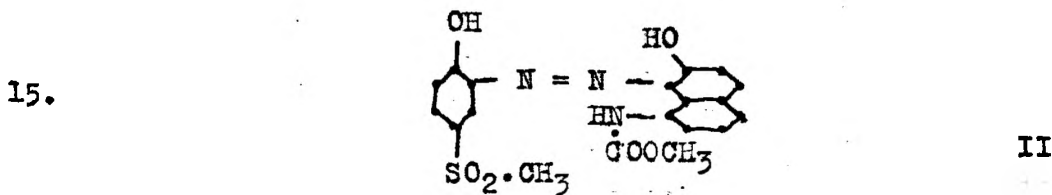
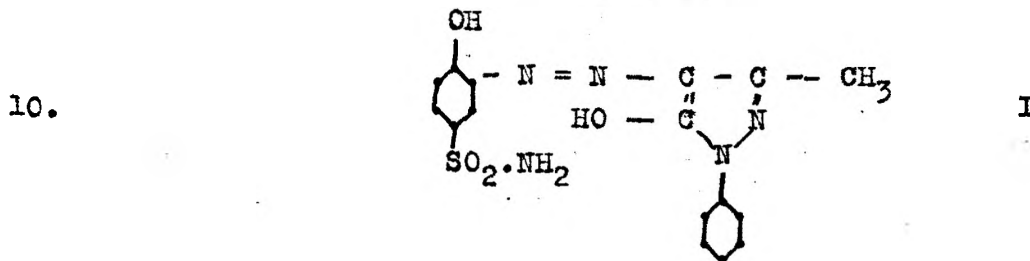
10



el agua y tiñe la lana de baño ligeramente acético en matices de un pardo subido de buena igualdad, muy buenas solididades a luz, lavado y batanado.

- 5. Se obtiene un colorante bastante similar, si se utiliza, en vez de 18,7 partes de 2-aminofenol-4-metilsulfona, 18,8 partes de 2-aminofenol-4-sulfamida.

EJEMPLO 3



- 20. 18,8 partes de 2-aminofenol-4-sulfamida son disueltas en 150 partes de agua con 17 partes de ácido clorhídrico concentrado, enfriadas a 5° y diazotadas por adición de 6,9 partes de nitrito sódico (como solución al 33 por ciento). Por adición de carbonato de hidrógeno sódico es neutralizado el exceso de ácido clorhídrico. La suspensión neutra del compuesto de diazonio es vertida a 3° en una solución de 18,3 partes de 1-fenil-3-metil-5-pirazolona en 200 partes de agua y 20 partes de carbonato sódico anhidro. Después de terminada la copulación, es aislado el colorante por filtración, suspendido con 37 partes de sal monosódica del colorante II del Ejemplo 1
- 25. en 2000 partes de agua, adicionando 210 partes de una solución de cromosalicilato de amonio (correspondiente a 5,45 partes de Cr), y calentado durante 4 horas a ebullición.
- 30.

201358

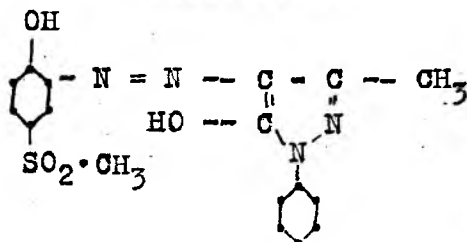


Se forma una solución pardonegruzca que es mezclada con cloruro sódico. En esta operación se va precipitando el complejo mixto. Es separado por filtración y secado. Representa un polvo negro que tiñe la lana de baño ligeramente acético en matices de un pardo subido de muy buena solidez a la luz y buenas solideces a humedad.

5. Se obtiene un colorante con un poder de desarrollarse neutro algo más bueno, con propiedades, por lo demás, bastante similares si son empleadas en lugar de 18,8 partes de 2-aminofenol-4-sulfamida, 22,3 partes de 6-cloro-2-aminofenol-4-sulfamida, o 20,2 partes de 6-metil-2-aminofenol-4-sulfamida, o en vez de 18,3 partes de 1-fenil-3-metil-5-pirazolona, 23 partes de 1-(4-nitro-fenil)-3-metil-5-pirazolona.

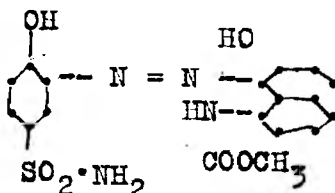
EJEMPLO 4.

15.



I

20.



II

- 18,7 partes de 2-aminofenol-4-metilsulfona son diazotadas conforme al Ejemplo 1 y neutralizadas con carbonato de hidrógeno sódico. Este diazoniocompuesto es copulado con una solución de 18,3 partes de 1-fenil-3-metil-5-pirazolona en 200 partes de agua y 20 partes de carbonato sódico anhidro, y el colorante es aislado después de un calentamiento a 60°, por filtración (colorante I).
- 25.
- 30.

201358



18,8 partes de 2-aminofenol-4-sulfamida son diazotadas según el Ejemplo 3, amasadas con 22,8 partes de carbometoxiaminonaftol-(1,7), y mezcladas a 2° con 35 partes en volumen de amoníaco al 25 por ciento. Se agita a 0-5°, tanto tiempo hasta que queda terminada la copulación y se aísla el colorante después de adición de cloruro sódico, por filtración (colorante II):

5.

39,4 partes de la sal monosódica del colorante I y 43,8 partes de la sal monosódica del colorante II son suspendidas en 2000 partes de agua, mezcladas con 240 partes de una solución de cromosalicilato de amonio (correspondiente a 6,2 partes de Cr) y calentadas durante 4 horas a ebullición. Se va formando una solución de un pardo subido, de la cual es separado por precipitación el colorante por adición de cloruro sódico. Es filtrado y secado. El nuevo colorante, un polvo negro, tiñe la lana de baño acético muy uniformemente en matices de un pardo subido de muy buena solidez a la luz.

10.

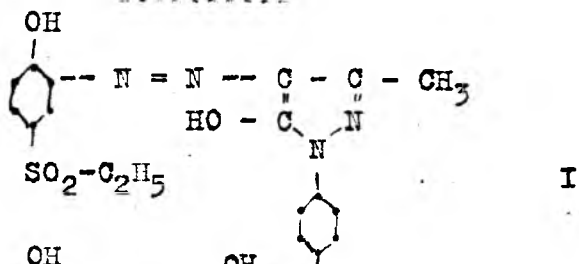
15.

Si se emplea en lugar de 22,8 partes de carbometoxiaminonaftol-(1,7), 24,3 partes de carbetoaminonaftol-(1,7), o 27,4 partes de carbometoxi-etoxi-aminonaftol-(1,7), entonces son obtenidos colorantes que se desarrollan algo mejor de baño neutro en la lana, presentando, por lo demás, propiedades enteramente similares.

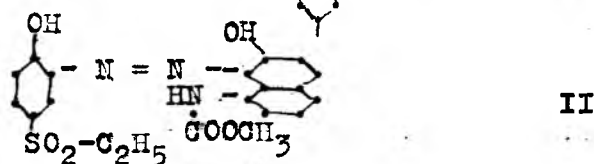
20.

EJEMPLO 5.

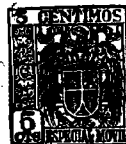
25.



30.



201358



20,1 partes de 2-amino-1-oxi-benzol-4-etilsulfona son disueltas con 150 partes de agua y 17 partes de ácido clorhídrico concentrado y diazotadas con una solución acuosa concentrada de 6,9 partes de nitrito sódico a 0-5°. El exceso de ácido mineral es seguidamente amortiguado con 3 partes de carbonato de hidrógeno sódico. El diazocompuesto es seguidamente unido con una solución de 8,7 partes de 1-fenil-3-metil-5-pirazolona, 11,4 partes de 1-carbometoxi-amino-7-oxi-naftalina, 4 partes de hidróxido sódico, y 8 partes de carbonato sódico en 300 partes de agua, copulando a 0-5°, hasta que ha desaparecido el diazocompuesto. Seguidamente es calentado a 70°, siendo separado el colorante por completo, por precipitación de cloruro sódico y por filtración.

15. La pasta de colorante es amasada con 1000 partes de agua, mezclada con 125 partes de una solución de cromosalicilato de amonio correspondiente a 2,85 partes de cromo, y hervida 5 horas en el reflujo. El cromocompuesto complejo de un negro pardusco es seguidamente segregado por completo con cloruro sódico, separado por aspiración y secado. Después de mezclar íntimamente con un 10 por ciento de su peso en carbonato sódico, se disuelve el polvo negro pardusco por completo en agua caliente, con un color pardo y tiñe la lana del baño tintóreo neutro, conteniendo sulfato amónico, muy uniforme en matices pardos estables.

25. Si se utiliza, en vez de 2-amino-1-oxibenzol-4-etilsulfona en el ejemplo anterior, 21,5 partes de 2-amino-1-oxibenzol-4-n-propilsulfona, procediendo, por lo demás, de manera igual, entonces se obtiene un colorante algo más difícilmente soluble en agua, con poder de desarrollarse sobre

30.



201358

una solución de cromosalicilato de amonio, correspondiente a 5,7 partes de cromo, y hervidas durante 5 horas en el reflujo, Seguidamente, el cromocompuesto negro pardusco, complejo, ámpliamente segregado, es precipitado a 50°, mediante sal común, completamente, como polvo negro pardusco, separado por aspiración, secado, y bien mezclado con un 10 por ciento de su peso en carbonato sódico. El colorante entonces resulta completamente soluble con un color pardo en agua caliente y tinte la lana de baño tintóreo conteniendo sulfato de amonio en matices pardos muy sólidos.

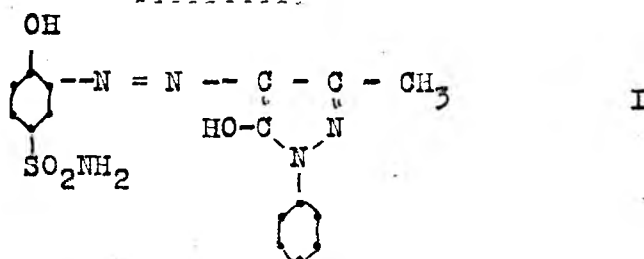
5.

10.

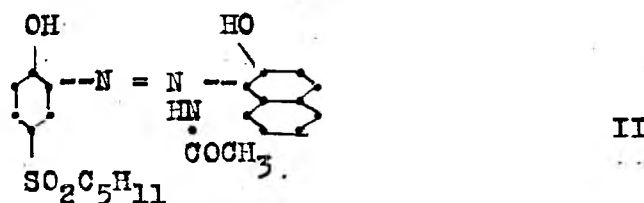
Si se emplea para la preparación del colorante I en vez de 2-amino-1-oxibenzol-4-etilsulfona, 21,6 partes de la correspondiente 4-n-butilsulfona, se obtienen un colorante similar.

15.

EJEMPLO 7.



20.



25.

18,8 partes de amida de ácido 2-amino-1-oxibenzol-4-sulfónico son diazotadas de modo similar como el diazocomponente del Ejemplo 5, y copuladas con 17,4 partes de 1-fenil-3-metil-5-pirazolona disuelta en 500 partes de agua, con 4 partes de hidróxido sódico, siendo el colorante segregado del modo usual con sal común y separado por aspiración (colorante I)

30.

201358



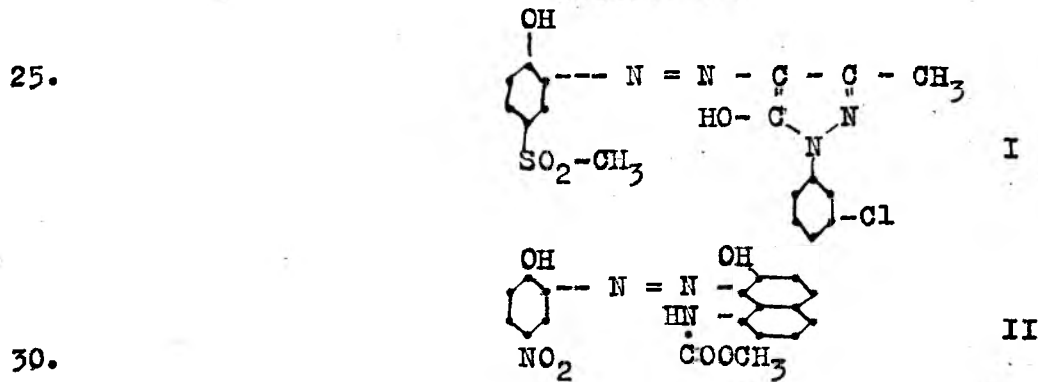
23,0 partes de 2-amino-1-oxibenzol-4-n-amilsulfona son diazotadas de una manera semejante como el diazocomponen-
te del Ejemplo 5 y copuladas con 20,1 partes de 1-acetilami-
no-7-oxinaftalina, disuelta en 500 partes de agua, con 4 par-
tes de hidróxido sódico y 8 partes de carbonato sódico, a 0-5°.
El colorante es segregado con sal común y separado por aspira-
ción (colorante II).

Las pastas de colorante unidas son amasadas con 2.000 partes de agua caliente y adicionadas, seguidamente, 250 partes de una solución de cromosalicilato de amonio, correspondien-
te a 5,7 partes de cromo, y hervidas durante 5 horas bajo re-
flujo. El cromocompuesto segregado ampliamente, de un color pardonegruzco, es seguidamente a 50°, precipitado por comple-
to con sal común, separado por filtración, secado y mezclado con un 20 por ciento de su peso en carbonato sódico.

El polvo pardo oscuro, así obtenido, resulta bien so-
luble en agua caliente con un calor pardo y tiñe la lana del baño tintóreo conteniendo sulfato amónico en matices pardos muy sólidos.

Si se emplea en el Ejemplo de arriba, en lugar de 1-fenil-3-metil-5-pirazolona, 20,9 partes de 1-(3'-clorofenil)-3-metil-5-pirazolona, se obtiene un colorante muy similar.

EJEMPLO 8





201358

- 18,7 partes de 2-aminofenol-4-metilsulfona son disueltas en 150 partes de agua con 17 partes de ácido clorhídrico concentrado y diazotadas del modo usual a 5° por adición de 6,9 partes de nitrito sódico al 100 por ciento (como solución al 33 por ciento), El diazoniocompuesto es neutralizado con carbonato de hidrógeno sódico y vertido, a 3°, en una solución de 22 partes de 1-(3'-cloro-fenil)-3-metil-5-pirazolona en 300 partes de agua y 16 partes de carbonato sódico anhidro (colorante I).
- 5.
10. 15,4 partes de 4-nitro-2-aminofenol son disueltas en caliente en 150 partes de agua con 17 partes de ácido clorhídrico concentrado, enfriadas a 5° y diazotadas bajo adición de 6,9 partes de nitrito sódico al 100 por ciento (como solución al 33 por ciento). Después de la diazotación se pone justamente neutro al congo por adición de carbonato de hidrógeno sódico, vertiendo el diazoniocompuesto en una solución de 22,8 partes de carbometoxiaminonaftol-(1:7) en 250 partes de agua, 10,5 partes en volumen de lejía de sosa- 10-n y 15 partes de carbonato sódico anhidro. La copulación queda terminada al cabo de unas cuantas horas (colorante II).
- 15.
20. Una vez terminada la copulación, es vertida la suspensión del colorante I en la del colorante II. Los dos colorantes son calentados, juntamente, durante unas horas, con una solución de cromosalicilato de amonio (correspondiente a 5,7 partes de Cr), a ebullición. El colorante es separado por filtración y secado.
- 25.
30. El nuevo colorante representa un polvo negro, que se disuelve en agua caliente con color pardo y que tiñe la lana de baños neutro o ligeramente ácido en matices muy saturados de un pardo subido con muy buenas solidez a lavado, batanao,

201358

LA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

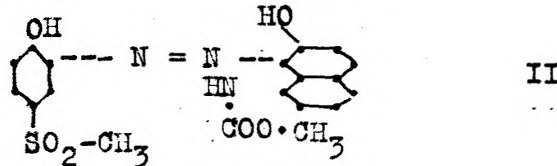
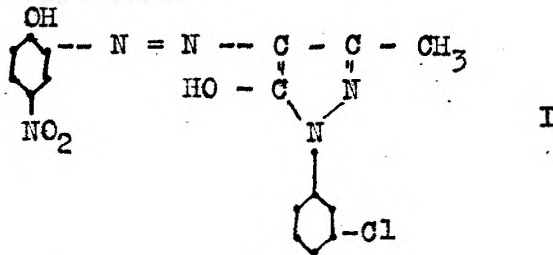


agua de mar y azufre.

Se obtienen colorantes similares si se utiliza para la preparaci3n del colorante I en vez de 18,7 partes de 2-amino-fenol-4-metilsulfona, 18,8 partes de 2-aminofenol-4-sulfamida, o 23,2 partes de 2-aminofenol-4-sulfetanolamida.

5.

EJEMPLO 9.



15,4 partes de 4-nitro-2-aminofenol son diazotadas segun el Ejemplo 8. La soluci3n de diazonio, neutralizada con carbonato de hidr3geno s3dico es vertida en una soluci3n de 22 partes de 1-(3'-cloro-fenil)-3-metil-5-pirazolona en 300 partes de agua, y 16 partes de carbonato s3dico anhidro.

20.

La copulaci3n queda terminada al cabo de unas cuantas horas y el colorante es precipitado del modo usual y aislado (colorante 1).

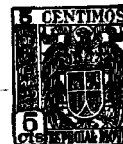
18,7 partes de 2-aminofenol-4-metilsulfona son diazotadas como en el Ejemplo 8 y neutralizadas por adici3n de carbonato de hidr3geno s3dico. El diazoniocompuesto es vertido en una soluci3n de 22,8 partes de carbometoxiaminonaftol-(1:7) en 250 partes de agua, 10,5 partes en volumen de lejia de sosa 10-n y 15 partes de carbonato s3dico anhidro. La copulaci3n queda terminada despu3s de algunas horas. Se calienta a 70°, se precipita el colorante, parcialmente entrada en so

25.

30.

201358

10



lución, por adición de cloruro sódico, separándolo por filtración (colorante II).

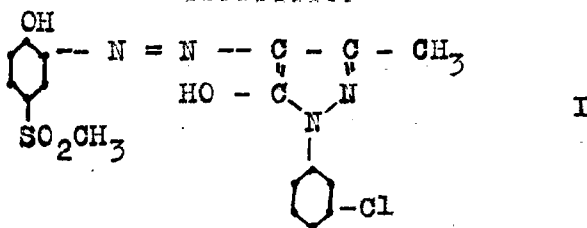
5. 43,7 partes del colorante II y 39,6 partes del colorante I son juntamente suspendidas en 2000 partes de agua y calentadas durante algunas horas con una solución de cromosalicilato de amonio (correspondiente a 5,7 partes de Cr) a ebullición. El colorante formado es separado por filtración y secado.

10. Mezclado con un 30 por ciento de su peso en carbonato sódico, representa el nuevo colorante un polvo negro que se disuelve en el agua caliente con color pardo y que tiñe la lana de baño neutro o ligeramente ácido en matices de un pardo subido de muy elevadas solideces a luz, lavado, batanado, agua de mar y azufre.

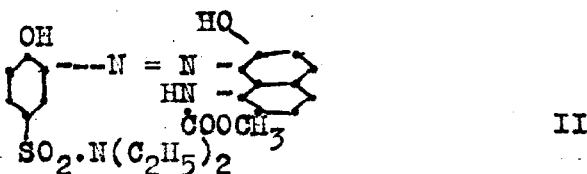
15. Se obtiene un colorante semejante, si se utiliza para la preparación del colorante II en vez de 18,7 partes de 2-amino-fenol-4-metilsulfona, 21,6 partes de 2-aminofenol-4-sulfodi-metilamida.

EJEMPLO 10.

20.



25.



30. 18,7 partes de 2-aminofenol-4-metilsulfona son diazotadas de la manera usual. El diazonio compuesto es neutralizado con carbonato de hidrógeno sódico y vertido en una solución

201358

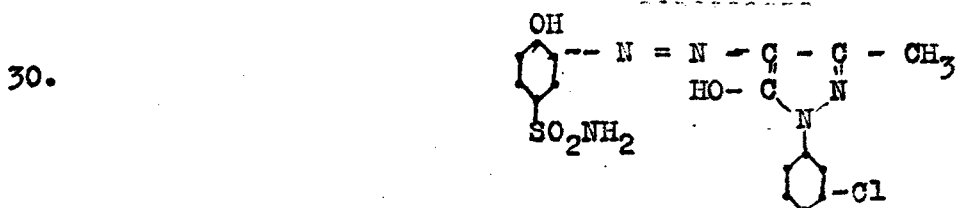


de 22 partes de 1-(3'-cloro-fenil)-3-metil-5-pirazolona en 300 partes de agua y 16 partes de carbonato sódico anhidro (colorante 17).

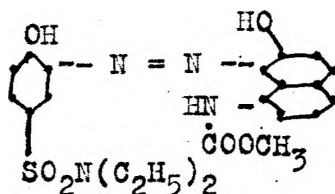
- 5. 24,4 partes de 2-aminofenol-4-sulfdietilamida son disueltas en 150 partes de agua con 10,5 partes en volumen de lejía de sosa 10-n y mezcladas con 6,9 partes de nitrito sódico al 100 por ciento (como solución al 33 por ciento), siendo vertidas paulatinamente a 0-5° en una solución de 25 partes de ácido clorhídrico concentrado y partes iguales de agua. La suspensión de diazoniocompuestos es puesta justa
- 10. mente neutra por adición de carbonato de hidrógeno sódico y vertida en una solución de 22,8 partes de carbometoxiamino-naftol-(1:7) en 250 partes de agua, 10,5 partes en volumen de lejía de sosa 10-n, y 15 partes de carbonato sódico anhi
- 15. dro. La formación de colorante queda terminada al cabo de unas cuantas horas (colorante II).

- 20. Después de que está terminada la copulación, es verti da la suspensión del colorante I en la del colorante II. Los dos colorantes son amasados juntamente y mezclados con una solución de cromosalicilato de amonio (correspondiente a 5,7 partes de Cr) y calentadas durante unas cuantas horas a ebu
- 25. llición. Por adición de cloruro de sodio es precipitado el colorante como resina. Es separado y secado. Representa un polvo negro que resulta bien soluble en el agua y que tiñe la lana de baño ligeramente ácido en matices de un pardo su bido de buena igualdad, muy buenas solideces a luz, lavado, batanado y agua de mar.

EJEMPLO 11.

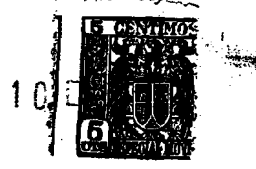


201358

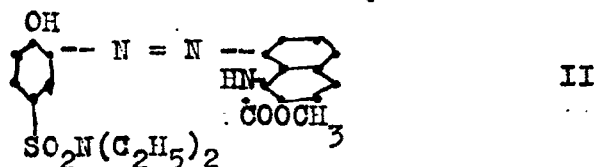
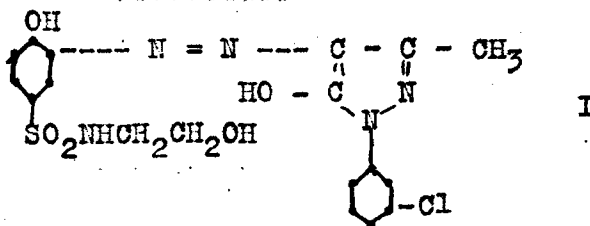


II

5. 18,8 partes de 2-aminofenol-4-sulfamida son disueltas en 150 partes de agua con 17 partes de ácido clorhídrico concentrado, enfriadas a 5° y diazotadas por adición de 6,9 partes de nitrito sódico (como solución al 30 por ciento). Por adición de carbonato de hidrógeno sódico es neutralizado el exceso de ácido clorhídrico. La suspensión neutra del diazoniocompuesto es vertida a 3° en una solución de 22 partes de 1-(3'-cloro-fenil)-3-metil-5-pirazolona en 300 partes de agua y 16 partes de carbonato sódico anhidro (colorante I).
10. 24,4 partes de 2-aminofenol-4-sulfdietilamida son diazotadas conforme al Ejemplo 10 y neutralizadas con carbonato de hidrógeno sódico y copuladas con una solución de 22,8 partes de carbometoxiaminonaftol-(1:7) en 250 partes de agua, 10,5 partes en volumen de lejía de sosa 10-n, y 15 partes de carbonato sódico anhidro (colorante II).
15. Después de estar terminada la copulación, son amasadas juntamente las dos suspensiones de colorante, mezcladas con una solución de cromosalicilato de amonio (correspondiente a 5,7 partes de Cr) y mantenidas durante unas horas a ebullición. Por adición de cloruro sódico se precipita el colorante como rewina. Es filtrado y secado. Reocresenta un polvo negro que resulta bien soluble en agua caliente y que tñe la lana de baño ligeramente ácido en matices de un pardo subido muy llanos de muy buenas solídecas a lavado, batanado, agua de mar y azufre.
- 20.
- 25.



EJEMPLO 12 201358

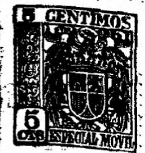


23,2 partes de 2-aminofenol-4-sulfetanilamida son disueltas en 150 partes de agua con 17 partes de ácido clorhídrico concentrado y diazotadas bajo adición de 6,9 partes de nitrito sódico (como solución al 30 por ciento). Después de terminada la diazotación es neutralizado el exceso de ácido clorhídrico con carbonato de hidrógeno sódico, y copulado con una solución de 22 partes de I-(3'-cloro-fenil)-3-metil-5-pirazolona en 300 partes de agua con 16 partes de carbonato sódico anhidro (colorante I).

24,4 partes de 2-aminofenol-4-sulfodietilamida son diazotadas conforme al Ejemplo 10 y el exceso de ácido clorhídrico es neutralizado con carbonato de hidrógeno sódico. Esta suspensión de diazonio neutra es copulada con una solución de 22,8 partes de carbomethoxiaminonaftol-(1:7) en 250 partes de agua, 10,5 partes en volumen de lejía de sosa 10-n y 15 partes de carbonato sódico anhidro (colorante II).

Las dos suspensiones de colorante son amasadas juntamente y mezcladas con una solución de cromosalicilato de amonio (correspondiente a 5,7 partes de Cr), manteniendo unas horas en ebullición. Por adición de cloruro sódico es precipitado el colorante como resina. Es filtrado y secado. Representa un polvo negro que resulta bien soluble en agua caliente y que tiñe la lana de baño ligeramente ácido en matices pardos

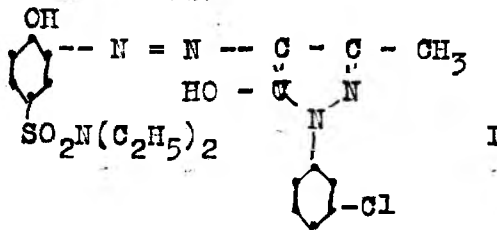
201358



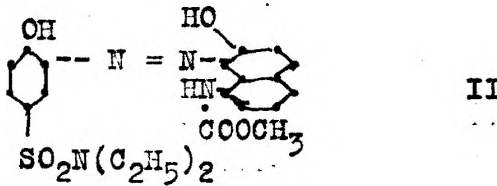
saturados de buena igualdad, eminentes solideces a lavado, batanado y al agua de mar.

EJEMPLO 13

5.



10.



15.

24,4 partes de 2-aminofenol-4-sulfdietilamida son diazotadas y después de su neutralización con carbonato de hidrógeno sódico vertidas en una solución de 13 partes de carbometoxiaminonaftol-(1:7), 12 partes en volumen de lejía de sosa 10-n, 9,3 partes de 1-(3'-cloro-fenil)-3-metil-5-pirazolona y 15 partes de carbonato sódico anhidro en 1000 partes de agua.

20.

Después de terminada la copulación, es mezclada la suspensión de los colorantes formados con una solución de cromosalicilato de amonio (correspondiente a 2,85 partes de Cr) y calentada unas cuantas horas a ebullición. Se va originando una solución de un pardo subido que es mezclada con cloruro sódico. En esta operación se precipita el colorante en forma de resina. Es separado y secado. Representa un polvo negro que después de mezclado con un 20 por ciento de su peso en carbonato sódico anhidro, resulta muy bien soluble en agua y tñe la lana de baño ligeramente ácido en matices pardos de muy buenas solideces a batanado, lavado y luz.

30.

Se obtienen colorantes similares, si se utiliza, en



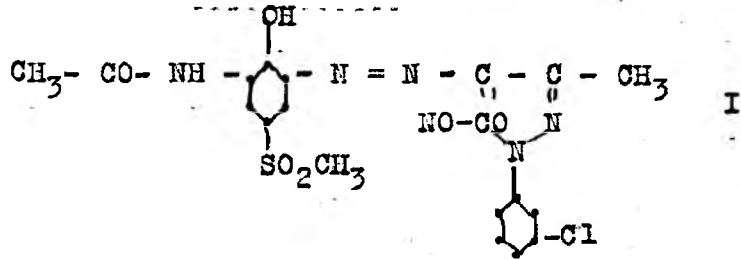
10

201358

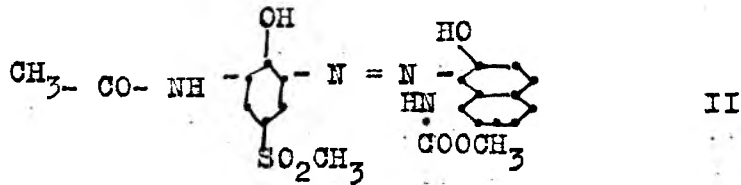
vez de 24,4 partes de 2-aminofenol-4-sulfdietilamida, 23,3 partes de 2-aminofenol-4-sulfetanolamida, o 27,6 partes de aminofenol-4-sulfdietanolamida.

EJEMPLO 14.

5.



10.



15.

En la suspensión del diazocompuesto que ha sido obtenida a base de 24,4 partes de 6-acetil-amino-2-amino-1-fenol-4-metilsulfona, es vertida una solución de 22 partes de 1-(3-cloro-fenil)-3-metil-5-pirazolona en 300 partes de agua y 5 partes de hidróxido sódico. Se agita hasta que ya no se puede comprobar ningún diazocompuesto, se calienta a 70°, se adiciona 70 partes de sal común y se separa el colorante por filtración (colorante I).

20.

25.

300 partes de una solución que contiene 24,4 partes de 6-acetil-amino-2-amino-1-fenol-4-metilsulfona como clorhidrato, son mezcladas con 7 partes de ácido clorhídrico concentrado y, después de enfriada a 3°, con 6,9 partes de nitrito sódico disuelto. El diazoniocompuesto que se ha precipitado en cristalitas de un amarillo barroso es neutralizado por adición de carbonato de hidrógeno sódico y vertido en una solución de 23 partes de carbometoxiaminofenol-(1,7) en 200 partes de agua, 4,2 partes de hidróxido sódico, y 15 partes de carbonato sódico.

30.

201358



co anhídrido. Se agita tanto tiempo a 0-5°, hasta que queda terminada la formación de colorante. Seguidamente es segregado por completo el colorante por adición de sal común y separado por filtración (colorante II).

5. 48,6 partes de la sal monosódica del colorante I y 49,4 partes de la sal monosódica del colorante II son amasadas juntamente en 1.000 partes de agua, mezcladas con una solución de cromosalicilato de amonio (correspondiente a 9,1 partes de Cr_2O_3) y calentadas durante 6 horas en el reflujo

10. a ebullición. Por adición de sal común es precipitado enteramente el colorante conteniendo cromo, una vez enfriado es separado por filtración y secado. Representa un polvo pardonegro que se disuelve bien en agua caliente y que tiñe la lana de baño ligeramente ácido en matices de un pardo oscuro de muy buenas propiedades de solidez.

15. La solución de la 6-acetilamino-2-amino-1-fenol-4-metilsulfona es obtenida del siguiente modo: Se convierte 6-nitro-2-aminofenol-4-metilsulfona por acetilación en 6-nitro-2-acetilamino-1-fenol-4-metilsulfona, la cual es disuelta con lejía de sosa diluida y reducida catalíticamente. Por adición de cantidades calculadas de ácido clorhídrico se obtiene una solución del clorhidrato.

20. Se obtienen semejantes colorantes, si son utilizadas en lugar de 24,4 partes de 6-acetilamino-2-amino-1-fenol-4-metilsulfona, 26,0 partes de 6-carbometoxiamino-2-amino-1-fenol-4-metilsulfona, o 27,4 partes de 6-carbetoxiamino-2-amino-1-fenol-4-metilsulfona.

EJEMPLO 15

25. 2 partes del colorante según el ejemplo 1 son disueltas en 4.000 partes de agua, se adicionan 10 partes de sal

30.

201358



Glauber, se introducen a 50° 100 partes de lana se calienta dentro de 1/2 hora a ebullición, y se mantiene durante 1 1/2 horas con buenas pasadas de la lana en el punto de ebullición, se aclara y se seca. La lana, así teñida, de un matiz pardo subido, resulta áltamente sólida a batanado, álcali, agua de mar y luz. La coloración se distingue, además, por buena solidez a frotación y solidez al carbonizado.

5.

La invención, dentro de su esencialidad, podrá llevarse a la práctica en otras variantes de realización que difieran en detalle de las explicadas a título de información, pudiendo emplearse los medios, aparatos, temperaturas, proporciones y tiempos más adecuados a cada caso; por quedar todo éello comprendido dentro del espíritu de las reivindicaciones.

10.

N O T A

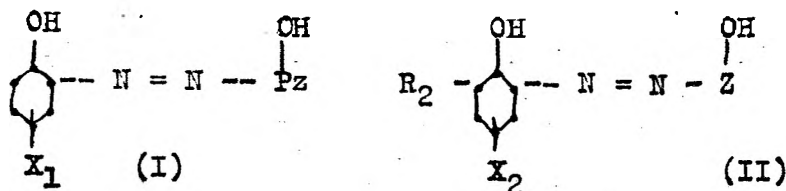
15.

Hecha la descripción del presente invento, se hace constar que la presente solicitud se acoge a los derechos de prioridad de la patente suiza nº 73.793, depositada el 16 de noviembre de 1951, y se declaran como nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones:

20.

1ª.- Procedimiento para la preparación de colorantes pardos conteniendo cromo, caracterizado porque se trata mezclas de cantidades equimolares de azocolorantes de las fórmulas generales I y II

25.



201358



en las cuales significan

R₁ y R₂ hidrógeno, cloro, un grupo metilo, o -acilamino,

5. la una X un grupo alquilsulfonilo de peso molecular inferior, un grupo -SO₂-N^{Y₁}, o -nitro,

la otra X un grupo alquilsulfonilo de peso molecular inferior, o un grupo -SO₂-N^{Y₁}, en el cual

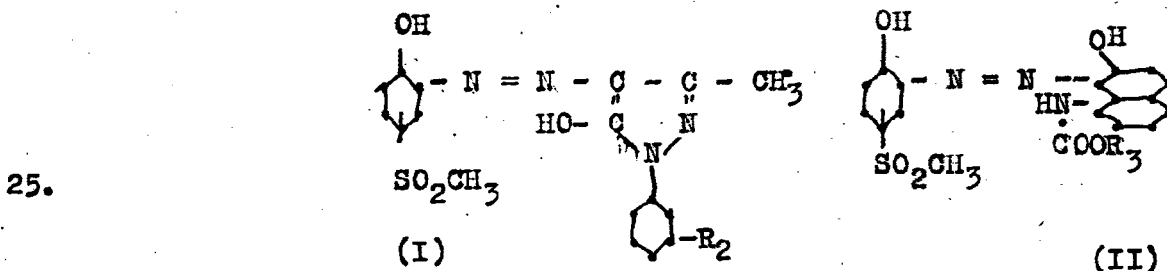
Y simboliza hidrógeno, un grupo alquilo, o alcoxi de peso molecular inferior,

10. P₂ el radical de una 1-aryl-3-metil-5-pirazolona copulada en posición-4,

Z el radical de una 1-acilamino-7-oxinaftalina copulada en posición-8, y

15. en las cuales pueden contener los anillos aromáticos eventualmente ulteriores substituyentes, los azocolorantes I y II no obstante, no pueden contener ningún grupo de efecto hidrosoluble, con medios que ceden cromo en tales cantidades que sobre 2 moles de azocolorante recae, a lo menos, 1 átomo de cromo.

20. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se utilizan mezclas de cantidades equimoleculares de azocolorantes de las fórmulas generales I y II



en las cuales significan

R₂ hidrógeno, o cloro, y

R₃ un grupo alquilo inferior.

30. 3ª.- Procedimiento según la reivindicación 2ª, caract

201358



terizado porque se emplea el azocolorante de la fórmula II en la cual R₃ significa un grupo metilo.

5. 4^a.- Procedimiento para teñir fibras queratínicas, caracterizado por el empleo de azocolorantes que contienen cromo obtenibles según las reivindicaciones 1 a 3.

5^a.- Procedimiento para la preparación de colorantes pardos que contienen cromo.

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

Madrid, a 10 de enero de 1952.

J. R. GEIGY.- A.G.

p.a.

IBERN MIRALLES

**MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL**