

27



208507

PATENTE  
DE  
INVENCIÓN 208507

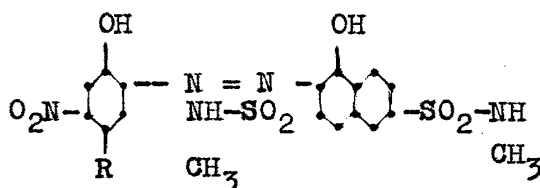
por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE AZOCOLORANTES CONTENIENDO CROMO", a favor de la firma suiza, J.R. GEIGY.- A.G., de Basilea (Suiza).

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

5. El presente procedimiento se refiere a la preparación de monoazocolorantes azules, conteniendo cromo, que se distinguen por su eminente afinidad para la lana y fibras similares a lana, y esto precisamente ya en baño tintóreo neutro hasta ligeramente ácido. Por esta razón resultan apropiados para el teñido sólido de dichas fibras textiles, bajo condiciones no perjudiciales para la fibra.

10. Se ha encontrado que se obtiene monoazocolorantes, conteniendo cromo, con estas valiosas propiedades, si se trata monoazocolorantes libres de grupos de ácido sulfónico de la fórmula general



15. en la cual significa

208507 27



R hidrógeno, halógeno, o el grupo metilo, con medios que ceden cromo, bajo tales condiciones que 2 moléculas de monoazocolorantes entran en enlace complejo con, a lo menos, un átomo de cromo.

5. Los monoazocolorantes según el invento son obtenidos, si se copula 5-nitro-2-amino-1-oxibenzoles diazotados que pueden estar substituídos en posición-4 por halógeno, de preferencia por cloro, o por un grupo metilo, en medio alcalino con metilamida del ácido 1-oxi-naftalin-3,6-disulfónico, tratando los
10. monoazocolorantes obtenidos con medios que ceden cromo en tales cantidades que a dos moléculas de colorante corresponde, por lo menos, un átomo de cromo. El componente de copulación puede ser preparado fácilmente, a base de ácido 1-aciloxi-naftalin-3,6-disulfónico, o respectivamente las sales alcalinas del mismo, por
15. transposición en el correspondiente cloruro del ácido disulfónico, con ayuda de pentacloruro de fósforo y reacción de metilamina bajo suaves condiciones, después de lo cual el grupo aciloxi se transforma por saponificación mediante calor, en medio alcalino acuoso, en el grupo hidróxilo.
20. El cromado puede tener lugar según diferentes métodos conocidos, por ejemplo, por tratamiento con sales del cromo trivalente en solución acuosa, orgánica, por ejemplo, en etanol, o en formamida y agua a temperatura elevada, transponiendo al efecto, después de la separación del disolvente orgánico, el
25. compuesto de cromo complejo, convenientemente en la sal alcalina. Pero con ventaja particular el cromado mismo es logrado en solución o suspensión acuosa, con reacción neutra hasta ligeramente alcalina, por acción de las sales alcalinas de disalicilatocromatos, mediante calor, empleándose en tales cantidades que está
30. disponible, a lo menos, 1 átomo de cromo para 2 moléculas de co-

208507



lorante; convenientemente se utiliza un exceso en medios de cromado.

Los azocolorantes conteniendo cromo, conforme al invento, son obtenidos, después del aislamiento mediante precipitación con sal, y después del secado, como polvos oscuros que se disuelven bien en agua caliente, dando color azul verdoso. Ventajosamente son mezclados con dispersantes de actividad superficial, y con pequeñas cantidades de sales inorgánicas de reacción básica, como fosfato trisódico.

5. Tiñen lana y otras fibras semejantes a la lana, como seda, fibras de poliamida y poliuretano sintéticas, ya de baño neutro hasta débilmente ácido, que puede contener, eventualmente, sales amónicas de apropiados ácidos orgánicos o inorgánicos, en tonos de un azul verdoso muy uniformes, bien sólidos a la humedad y a la luz. Forman un valioso complemento del grupo de nuevos colorantes de lana, conteniendo cromo, que pueden teñirse de baño neutro hasta ligeramente ácido.

10. Ante similares colorantes conocidos, los productos según el invento se distinguen por su mejorado poder de desarrollarse sobre la lana de baño neutro hasta ligeramente ácido.

Los siguientes ejemplos ilustran el invento, sin limitarlo. Por partes se entienden partes en peso y las temperaturas están indicadas en grados centígrados.

EJEMPLO 1.

25. 18,9 partes de 5-nitro-2-amino-1-oxibenzol son disueltas con 4 partes de hidróxido sódico en 200 partes de agua; se adiciona 6,9 partes de nitrito sódico en 35 partes de agua, y se adiciona a gotas; esta mezcla, a una temperatura que no rebasa 3°, sobre 25 partes en volumen de ácido clorhídrico conc. en 100 partes de agua. Se obtiene una suspensión del cuerpo diazoi

208507



co que presenta una coloración rojopardusca. Después de terminada la diazotación se neutraliza la acidez de la suspensión diazoica mediante bicarbonato sódico hasta reacción neutra al congo, después de lo cual es adicionada una solución de 34 partes de 1,3,6-naftoldisulfometilamida (f= 257-259<sup>o</sup>) y 12 partes de hidróxido sódico en 300 partes de agua de 0-3<sup>o</sup>. Después de la adición de 5 partes de amoníaco a un 25 por ciento se hace subir la temperatura durante la noche paulatinamente a 20<sup>o</sup>. Se seguidamente es separado por filtración el colorante y lavado con solución de sal común a un 5 por ciento.

10. Tiñe la lana en baño ácido, con matiz rojo azulado que vira durante el cromado posterior a un azul verdoso.

El colorante puede ser cromado del modo siguiente:

15. Los turtós del colorante o,o'-dioxiazoico son suspendidos en 1.000 partes de agua y 10 partes de amoníaco al 25 por ciento, mezclados a 80<sup>o</sup> con 100 partes en volumen de una solución de disalicilatocromato de amonio (conteniendo 3% en volumen de Cr) y calentados durante 6 horas a 90-100<sup>o</sup>. Seguidamente se adiciona 100 partes de sal común; se separa por filtración, a 20. aproximadamente 70<sup>o</sup>, el complejo de cromo que se ha precipitado, se lava con solución de sal común al 5 por ciento y se seca. Forma un polvo azul oscuro que se disuelve en agua caliente, dando coloración azul, en ácido sulfúrico concentrado da color azul violeta. Para el uso es mezclado, ventajosamente, con fosfato 25. trisódico y un dispersante anionactivo.

El colorante tiñe la lana en baño neutro, hasta ligeramente ácido en un matiz azul verdoso con muy buenas solídecas.

EJEMPLO 2.

30. 15,4 partes de 5-nitro-2-amino-1-oxibenzol son disueltas con 4 partes de hidróxido sódico en 200 partes de agua caliente;

208507



- se adiciona 6,9 partes de nitrito sódico en 35 partes de agua y se incorpora a gotas esta mezcla a una temperatura que no excede 3<sup>o</sup> a 25 partes en volumen de ácido clorhídrico conc. en 100 partes de agua. Se obtiene una suspensión del cuerpo diazoico que
5. presenta coloración rojoamarillenta. Después de la terminación de la diazotación se neutraliza la acidez de la suspensión diazoica con bicarbonato sódico hasta reacción neutra al congo, después de lo cual se adiciona una solución de 34 partes de 1,3,6-naftoldisulfometilamida y 12 partes de hidróxido sódico en 300 partes de
10. agua de 0-3<sup>o</sup>. Después se añade 5 partes de amoníaco al 25 por ciento y se hace aumentar la temperatura durante la noche lentamente hasta 20<sup>o</sup>. Seguidamente se separa por filtración el colorante formado; puede ser lavado con solución de sal común al 5 por ciento.
15. El colorante tiñe la lana en baño ácido, con un matiz rojo azulado que da, durante el cromado, un azul verdoso.
- Se obtiene un colorante del todo similar, si se substituye, en el ejemplo que acaba de describirse, el diazocomponente por 16,8 partes de 5-nitro-2-amino-4-metil-1-oxibenzol.
20. Si se croman estos colorantes según el método indicado en el ejemplo 1, se obtiene los compuestos de cromo complejo correspondientes en forma de polvos de un azul oscuro, que se disuelven en agua caliente, dando un color azul, en ácido sulfúrico concentrado con color azul-violeta.
25. Tiñen la lana en baño tintóreo neutro hasta ligeramente ácido, en tonos de un azul verdoso.

EJEMPLO 3.

- En una solución de 0,2 partes del colorante conteniendo cromo, según el ejemplo 1, en 400 partes de agua, al cual ha sido
30. adicionada 1 parte de sulfato sódico anhidro y 0,3 partes de ace-

208507



tato de amonio, se introduce a 40° 10 partes de lana, calentando hasta la ebullición, hasta que el baño queda prácticamente agotado, lo cual sucede al cabo de alrededor de una hora. La lana, teñida de un intenso azul, verdoso, es aclarada y secada.

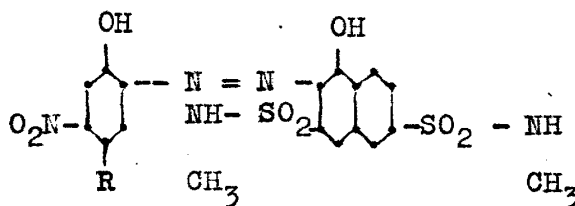
- 5. La invención, dentro de su esencialidad, puede llevarse a la práctica en otras variantes de realización que difieran en detalle de las indicadas a título de ejemplo, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, realizarse, empleando los medios, proporciones y temperaturas más adecuados a cada caso: por quedar todo ello comprendido dentro del espíritu de las reivindicaciones.

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 demanda suiza nº 78.211, depositada en Suiza el día 28 de marzo de 1952, y se declaran como nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones:

1ª.- Procedimiento para la preparación de azocolorantes conteniendo cromo, caracterizado porque se trata monoazocolorantes libres de grupos de ácido sulfónico de la fórmula general

20.



- 25. en la cual R significa hidrógeno, halógeno, o el grupo metilo, con medios que ceden cromo, bajo tales condiciones que 2 moléculas

208507<sup>27</sup>



las de monoazocolorante entran en enlace complejo con, a lo menos, un átomo de cromo.

5. 2ª.- Procedimiento para teñir lana y fibras similares a lana, en baño tintóreo neutro hasta ligeramente ácido, caracterizado porque se utilizan, al efecto, los colorantes monoazoicos con teniendo cromo, obtenidos de acuerdo con la reivindicación 1ª.

3ª.- Procedimiento para la preparación de azocolorantes conteniendo cromo.

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

Madrid, a 27 de marzo de 1953.-

J. R. GEIGY.- A.G.

p.a.

RECEIVED BY THE OFFICE OF THE REGISTRAR