



208508

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

208508

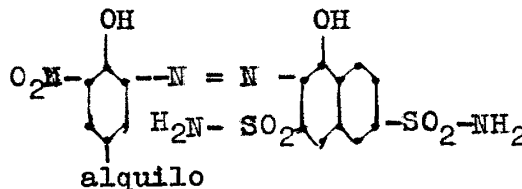
por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE MONOAZOCOLORANTES CROMABLES", a favor de la firma suiza, J.R. GEIGY.- A.G., de Basilea (Suiza).

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a la preparación de monoazocolorantes libres de grupos de ácido sulfónico y la producción de sólidas coloraciones conteniendo cromo sobre lana, y fibras similares a la lana, bajo condiciones no perjudiciales para la fibra. Se refiere, además, a la producción de compuestos de cromo complejos de estos monoazocolorantes en substancia.

Se ha encontrado que se obtiene, por copulación de un 6-nitro-4-alkil-2-amino-1-oxibenzolcompuesto diazotado, cuyo radical alkilo contiene 4 a 8 átomos de carbono y que, asimismo, puede ser cicloalifático, con la amida del ácido 1-oxi-naftalin-3,6-disulfónico en medio alcalino, nuevos, valiosos monoazocolorantes libres de grupos de ácido sulfónico de la fórmula general



15.

2 8508



- Estos se distinguen tanto en estado exento de metal, como asimismo en forma de su compuesto de cromo complejo, por un eminente poder de desarrollarse sobre la lana y fibras similares a la lana, en baño neutro hasta ligeramente ácido. Por esta razón,
5. resultan apropiados, tanto en estado exento de metal, juntamente con sales de cromo hexavalente, como también en forma de sus compuestos de cromo complejos, para la producción de tonos azules, muy sólidos a luz y humedad, sobre la lana; los colorantes conteniendo cromo se desarrollan, asimismo, en baño tintóreo neutro
10. hasta ligeramente ácido, eventualmente, en presencia de sales amónicas de ácidos orgánicos e inorgánicos sobre las fibras similares a la lana, como seda, fibras de caseína, fibras de poliamida y poliuretano sintéticas. Como componentes diazoicos entran en consideración, por ejemplo, 6-nitro-4-butyl-terc.-2-amino-1-oxibenzol, 6-nitro-4-amil-terc.-2-amino-1-oxibenzol, 6-nitro-4-ciclohexil-2-amino-1-oxibenzol, o 6-nitro-4-diisobutil-2-amino-1-oxibenzol. Estos compuestos son obtenidos, por ejemplo, por dinitración de los correspondientes p-alquilfenoles y reducción de únicamente un grupo nitro en grupo amino, por ejemplo, con
15. sulfuro o hidrógenosulfuro de álcali en solución o suspensión orgánica acuosa, por ejemplo, hidroalcohólica. El diazotado se efectúa de modo usual en frío con nitrito sódico en solución o suspensión ácida mineral, y la copulación con la amida del ácido 1-oxinaftalin-3,6-disulfónico en solución alcalina acuosa.
20. Para la preparación de los compuestos de cromo complejos, en substancia, son aplicables varios métodos conocidos, por ejemplo, el tratamiento de los colorantes con soluciones acuosas de las sales del cromo trivalente a temperatura elevada, en solución orgánica acuosa.
25. Para la preparación de los compuestos de cromo complejos,
- 30.

208508



- en substancia, son aplicables varios métodos conocidos, por ejemplo, el tratamiento de los colorantes con soluciones acuosas de las sales del cromo trivalente a temperatura elevada en solución orgánica, por ejemplo, en etanol, o en formamida. Particularmente
5. ventajoso resulta el cromado en caliente en solución o suspensión acuosa con reacción neutra, hasta débilmente alcalina, por la reacción de las sales alcalinas de disalicilatocromatos, en tales cantidades que para 2 moléculas de colorante está disponible, a lo menos, 1 átomo de cromo; convenientemente se utiliza, un exceso
10. del medio de cromado. Los compuestos de cromo complejos, aislados por precipitación con sal en forma de sus sales alcalinas, y secados, forman polvos oscuros que se disuelven en agua, dando color azul. Convenientemente son mezclados, antes de su empleo para teñir, con dispersantes anionactivos y sales inorgánicas de reacción alcalina, como fosfato trisódico. En baño neutro hasta ligeramente ácido, que puede contener sales amónicas de ácidos orgánicos o inorgánicos, como acetato o sulfato de amonio, tiñen la lana en tonos muy uniformes de un azul sólido a la luz y a la humedad. Los nuevos compuestos complejos de cromo constituyen un complemento
15. valioso del grupo de colorantes cromados para lana, con los que se puede teñir en baño neutro hasta ligeramente ácido. En comparación con productos similares conocidos se distinguen, tanto en estado exento de metal, como en la forma de sus complejos complejos de cromo, constituyen un complemento valioso del grupo de colorantes cromados para lana, con los que se puede teñir en baño
20. neutro hasta ligeramente ácido. En comparación con productos similares conocidos se distinguen, tanto en estado exento de metal, como en la forma de sus compuestos complejos de cromo, por su poder mejorado de desarrollarse sobre la lana en baño neutro hasta ligeramente ácido.
- 25.
- 30.

208508



Los siguientes ejemplos ilustran el invento, sin limitarlo. Las partes han de entenderse partes en peso y las temperaturas están indicadas en grados centígrados.

EJEMPLO 1.

5. 22,4 partes de 6-nitro-4-amil-terc.-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, incorporando a gotas esta mezcla a una temperatura que no rebasa 3° C. sobre 25 partes en volumen de ácido clorhídrico conc. y 100 partes de agua. De este modo se obtiene una suspensión verde amarillenta del cuerpo diazoico. Después de terminada la diazotación se neutraliza la acidez de la suspensión diazoica con bicarbonato sódico hasta neutralidad al congo, después de lo cual se añade una solución de 30,5 partes de 1,3,6-naftoldisulfamida (f = 302-304°) y 12 partes de hidróxido sódico en 300 partes de agua a 0-3°C. Después de la adición de 100 partes de piridina y 10 partes de amoníaco al 25 por ciento, se mantiene la temperatura durante la noche a 0-3°C. Seguidamente se segrega el colorante mediante 40 partes de sal común, separándolo por filtración y lavándolo con solución de sal común al 2,5 por ciento. Representa, secado, un polvo azul oscuro que se disuelve en agua, dando coloración azul, en ácido sulfúrico concentrado, dando color violetarrojizo.

25. Para el uso en el procedimiento de cromado posterior o de cromado en baño único se mezcla el producto ventajosamente con aproximadamente 10% de sosa calcinada y 5% de un agente de acción dispersante. El colorante tiñe la lana en baño ácido con color violetarrojizo que vira durante el cromado posterior al azul. Según el procedimiento de cromado en baño único, se obtienen sin y con reducida adición de ácido, bajo completo agotamiento del baño tin
- 30.



208508

tóreo, coloraciones de matices e intensidad uniformes, de un matiz azul rojizo, que presentan muy buenas solideces a la humedad y a la luz.

5. Se obtienen coloraciones del todo similares, si en el ejemplo anterior el diazocomponente es substituído por 21,5 partes de 6-nitro-4-butyl-terc.-2-amino-1-oxibenzol, 24 partes de 6-nitro-4-ciclohexil-2-amino-1-oxibenzol, o 26,6 partes de 6-nitro-4-diisobutil (octil)-2-amino-1-oxibenzol. También estos colorantes se distinguen por notable aptitud en el procedimiento de cromado en un solo baño.
- 10.

El colorante, preparado con arreglo a las indicaciones detalladas anteriores, puede ser cromado de la siguiente manera.

15. Los turtós de prensado del colorante son suspendidas en 1000 partes de agua y en 10 partes de amoníaco al 25 por ciento, mezcladas con 100 partes en volumen de una solución de disalicilatocromato de amonio, (conteniendo un 3 por ciento de cromo) y calentadas 6-10 horas a 90-100°. Después de la adición de 100 partes de sal común es separado por filtración el colorante a 70-80°, lavado con solución de sal común al 5 por ciento y secado.
20. El colorante de complejo de cromo forma un polvo azul oscuro, que se disuelve en agua caliente, dando color azul, en ácido sulfúrico concentrado, dando color violeta. El producto, mezclado para el uso, convenientemente, con un 20 por ciento de un agente de efecto dispersante y un 20% de carbonato sódico, tiñe la lana en baño neutro y ligeramente ácido con un matiz azul de muy buena solidez a la humedad y a la luz.
- 25.

30. Del mismo modo pueden transponerse los monoazocolorantes a base de 6-nitro-4-butyl-terc.-2-amino-1-oxibenzol, 6-nitro-4-ciclohexil-2-amino-1-oxibenzol, o 6-nitro-4-diisobutil-2-amino-1-oxibenzol y 1,3,6-naftoldisulfamida, en sus complejos de cromo,

208508



5. obteniéndose productos que resultan muy similares al descrito detalladamente arriba. Presentan, particularmente, la valiosa propiedad de teñir la lana en baño ligeramente ácido o neutro en uniformes matices e intensidad, con muy buena solidez a la humedad y a la luz.

EJEMPLO 2.

10. En un baño tintóreo, conteniendo 1 parte de sulfato sódico anhidro, 0,2 partes de monocromato sódico, 0,3 partes de sulfato de amonio, y 0,2 partes del colorante no cromado, según el ejemplo 1, en 400 partes de agua, se introduce 10 partes de lana a 50°C., activando para la ebullición y manteniendo 1 hora hasta el desarrollo total del matiz. La lana teñida de azul es enjuagada y secada.

EJEMPLO 3.

15. En un baño tintóreo que contiene en 400 partes de agua, 0,2 partes del colorante cromado según el ejemplo 1, 1 parte de sulfato sódico anhidro y 0,3 partes de acetato de amonio, se introducen a 40°C. 10 partes de lana, calentando^a ebullición hasta que el baño ha quedado prácticamente agotado, lo cual tiene lugar al cabo de aproximadamente una hora. La lana teñida de un intenso azul es enjuagada y secada.

20. La invención, dentro de su esencialidad, puede ser llevada 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 adecuadas a cada caso: por quedar todo ello comprendido dentro del espíritu del invento.



N O T A

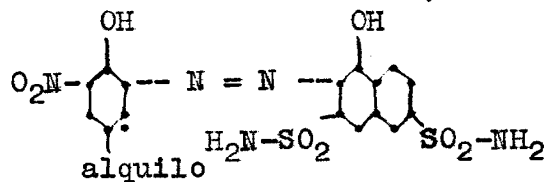
208508

Hecha la descripción del presente invento, se hace constar que la presente solicitud se acoge a los derechos de prioridad de la demanda de la patente suiza nº 78.212, depositada el día 28 de marzo de 1952. y se declaran como nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones:

5.

1ª.- Procedimiento para la preparación de monoazocolorantes cromables, caracterizado porque se copula 6-nitro-4-alkuil-2-amino-1-oxibenzolcompuestos diazotados, cuyo radical alkuido contiene 4 hasta 8 átomos de carbono y que puede ser, asimismo, cicloalifático, con amida del ácido 1-oxinaftalin-3,6-disulfónico en medio alcalino, para formar colorantes de la fórmula general,

10.



15.

después de lo cual se hace, eventualmente, reaccionar medios que ceden cromo bajo tales condiciones que 2 moléculas de colorante entran en enlace complejo con un átomo de cromo.

20.

2ª.- Procedimiento para la producción de sólidas coloraciones conteniendo cromo sobre lana y fibras similares a lana, en baño tintóreo neutro hasta ligeramente ácido, caracterizado porque se utiliza a este efecto, los monoazocolorantes obtenibles conforme a la reivindicación 1ª.

25.

3ª.- Procedimiento para la preparación de monoazocolorantes cromables.

Según se describe y reivindica en la presente memoria desde



criptiva, que consta de ocho 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.

5.

p.a.

208508