



222790

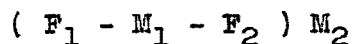
C E R T I F I C A D O
D E
A D I C I O N

por "MEJORAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE PRINCIPAL N^o 216.568",
por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE AZOCOLORANTES QUE
CONTIENEN METAL PESADO", a favor de J. R. GEIGY A.G., de na-
cionalidad suiza, domiciliada en BASILEA, (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

En la Memoria de patente española n^o 216.568 está
descrito un procedimiento para la preparación de monoazoco-
lorantes que contienen metal pesado en enlace complejo, los
cuales no contienen grupos ácidos de poder hidrodisolvente,
5. correspondientes al tipo



Al efecto significan

F_1 y F_2 dos o, o'-dioxiazocolorantes iguales o distintos de
la serie de las 5-pirazolonas,

10. M_1 un átomo de metal pesado coordinativamente hexava-

222700



lente, y

M₂ el equivalente de un catión, particularmente de un catión alcalino.

Mientras que como diazocomponentes del uno de estos

5. dos colorantes F₁ y F₂ entran en consideración cualesquier o-aminofenoles que, no obstante, no deben contener ningunos grupos ácidos de poder hidrodisolvente, el otro colorante tiene que estar preparado por empleo de un 6-nitro-2-amino-fenol que contiene en posición 4 un radical alcoílo de 4 a 5
10. átomos de carbono, de preferencia el radical butilo terciario, o el radical amilo terciario.

Al efecto, es favorable unir dos diazoniocompuestos distintos con la cantidad equimolecular de un componente de copulación único y metalizar la mezcla de colorantes así obtenida. Convenientemente se elige los dos diazocompuestos de

15. manera que uno que suministra colorantes metalizados difícilmente solubles es combinado con uno que suministra colorantes metalizados fácilmente solubles.

- Ahora bien, al desarrollar ulteriormente el objeto
20. de la invención se ha encontrado que a menudo se puede utilizar ventajosamente, en lugar de los 6-nitro-4-alcoil-2-aminofenoles con 4 o 5 átomos de carbono en el radical alcoílo, asimismo los que contienen un radical 4-alcoílo o cicloalcoílo con 6 a 8 átomos de carbono, a cuyo efecto se combina, ventajosamente, estos diazocomponentes de alcoilación
25. o cicloalcoilación superior con 6-nitro-4-alcoil-2-aminofenoles de alcoilación más baja, de preferencia con el 6-nitro-4-metil-2-aminofenol.

Como nuevos diazocomponentes entran en consideración:

30. 6-nitro-4-octil-2-amino-1-oxibenceno y 6-nitro-4-ciclohexil-

222790



-2-amino-1-oxibenceno. Como componentes de copulación se utiliza los mencionados en la solicitud antes citada. Las condiciones de copulación y de metalización corresponden ampliamente a las descritas en ella, pudiendo desprenderse más detenidamente del siguiente ejemplo. La tabla reproducida

5. más adelante contiene ulteriores complejos mixtos que son obtenibles según el mismo método.

En estos ejemplos que no limitan la invención de manera alguna, las temperaturas están indicadas en grados Celsius y por partes se entiende partes en peso, en tanto que no se observe otra cosa. Las partes en peso están en la misma proporción con respecto a las partes en volumen, como el kilogramo con respecto al litro.

10.

E J E M P L O.

15. Para la preparación del monoazocolorante I son disueltas 23.6 partes de 6-nitro-2-amino-4-ciclohexil-1-oxibenceno con 4 partes de hidróxido sódico en 200 partes de agua, adicionando 6.9 partes de nitrito sódico en 35 partes de agua y virtiendo a gotas la mezcla, a una temperatura que

20. no rebasa 5^o, a 25 partes en volumen de ácido clorhídrico concentrado y 100 partes de agua. De este modo se obtiene una suspensión verde amarillenta del cuerpo diazoico. Después de terminada la diazotación, la acidez de la suspensión diazoica es neutralizada mediante bicarbonato sódico hasta

25. que papel congo ya no vira al azul, después de lo cual es adicionada una solución de 25.8 partes de 1-fenil-3-metilpirazolona-3'-sulfamida y 7 partes de hidróxido sódico en 200 partes de agua. Seguidamente se hace subir la temperatura durante la noche a 20^o y entonces el colorante que acaba de formarse puede ser filtrado directamente. Es lavado bien

30.



222790

con solución al 5% de sal común.

La preparación del monoazocolorante II tiene lugar de la misma manera, diazotando 16.8 partes de 6-nitro-2-amino-4-metil-1-oxibenceno, copulándolas con 25.8 partes de 1-fenil-3-metil-5-pirazolona-3'-sulfamida.

5.

Los turtós de prensado de ambos colorantes son suspendidos juntamente en 2000 partes de agua y 20 partes de amoníaco al 25%, y mezclados a 80° con 200 partes de una solución de cromiato de disalicilato amónico, la cual contiene 3% en volumen de cromo. Se agita durante 6 a 8 horas a 95-100° y seguidamente se segrega la mezcla de colorantes cromada, por adición de 200 partes de sal común, se filtra, se lava con solución de sal común al 5%, y se seca.

10.

El colorante que contiene cromo, es un polvo que tira a azul, el cual se disuelve en agua dando color rojo, en ácido sulfúrico concentrado dando color pardo amarillento. Frente a los compuestos de cromo individuales de los colorantes I y II, el complejo mixto presenta una hidrosolubilidad aumentada y frente al complejo de cromo unitario a base de colorante II, una solidez a la luz esencialmente más buena. El complejo mixto tiñe la lana de baño neutro hasta ligeramente ácido en un matiz rojo que tira a azul, con muy buenas solideces.

15.

20.

Se obtiene complejos mixtos del todo similares, si se substituye en el ejemplo anterior los colorantes I y II por los colorantes indicados en la siguiente Tabla como I y II.

25.



222790

TABLA

Nº	Partes	Monoazocolorante I a base de:	Partes	Monoazocolorante II a base de:
1	50	6-nitro-4-ciclohexil-2-amino-1-oxibenceno y 1-fenil-3-metil-5-pirazolona-3'-sulfamida	44.6	6-nitro-4-metil-2-amino-1-oxibenceno y 4'-tolil-3-metil-5-pirazolona-3'-sulfamida
2	50	id.	43.2	6-nitro-4-metil-2-amino-1-oxibenceno y 1-fenil-3-metil-5-pirazolona-4'-sulfamida
3	50	id.	47.3	6-nitro-4-amil terc.-2-amino-1-oxibenceno y 1-fenil-3-metilpirazolona-3'-sulfamida
4	50	id.	44.6	6-nitro-4-metil-2-amino-1-oxibenceno y 1-fenil-3-metil-5-pirazolona-3'-sulfónico-metilamida
5	54.4	6-nitro-4-ciclohexil-2-amino-1-oxibenceno y 1-fenil-3-metil-5-pirazolona-3'-sulfetanolamida	51.8	6-nitro-4-butil terc-2-amino-1-oxibenceno y 1-fenil-3-metil-5-pirazolona-3'-sulfetanolamida
6	53	6-nitro-4-octil-2-amino-1-oxibenceno y 1-fenil-3-metil-5-pirazolona-3'-sulfamida	43.2	6-nitro-4-metil-2-amino-1-oxibenceno y 1-fenil-3-metil-5-pirazolona-3'-sulfamida
7	53	id.	51.8	6-nitro-4-butil terc-2-amino-1-oxibenceno y 1-fenil-3-metil-5-pirazolona-3'-sulfetanolamida
8	54.4	6-nitro-4-octil-2-amino-1-oxibenceno y 4'-tolil-3-metil-5-pirazolona-3'-sulfamida	44.6	6-nitro-4-metil-2-amino-1-oxibenceno y 4'-tolil-3-metil-5-pirazolona-3'-sulfamida



222700

Nº	Partes	Monoazocolorante I a base de:	Partes	Monoazocolorante II a base de
9	53	6-nitro-4-octil-2- -amino-1-oxibence- no y 1-fenil-3-metil-5- -pirazolona-4'- -sulfamida	44.6	6-nitro-4-metil-2- -amino-1-oxibenceno y 4'-tolil-3-metil-5- -pirazolona-3'-sul- famida
10	53	id.	43.1	6-nitro-4-metil-2- -amino-1-oxibenceno y 1-fenil-3-metil-5- -pirazolona-4'-me- tilsulfona

La invención en su esencialidad, puede ser desarro-
llada en otras formas de realización que difieran en detalle
de la indicada a título de ejemplo, a las cuales alcanzará
igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues llevarse
5. a la práctica con los medios y aparatos más adecuados, por
quedar todo ello comprendido en el espíritu de las reivindi-
caciones.

= . =

N O T A

Descrito el objeto de la invención se declara nuevas
las siguientes reivindicaciones, con prioridad suiza nº 7404
10. del 29 de Junio de 1954.

1. Mejoras en el objeto de la patente principal nº
216.568 por "Procedimiento para la preparación de azocoloran-
tes que contienen metal pesado", los cuales no contienen gru-
pos ácidos de poder hidrodisolvente, c a r a c t e r i z a -
15. das porque se trata un monoazocolorante correspondiente a la
fórmula general I en mezcla con un monoazocolorante que res-



222790

nol.

4. Mejoras en el objeto de la patente principal nº 216.568 por "Procedimiento para la preparación de azocolorantes que contienen metal pesado".

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

Barcelona, para Madrid, a 28 de Junio de 1955.

J. R. GEIGY A.G.

P. a.

JAIME ISERN

P. p.

tr:jpt
o/mp.