



261812

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

por "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR COLORANTES AZOICOS QUE CONTIENEN METAL PESADO", a favor de la firma suiza J. R. GEIGY A.G., domiciliada en BASILEA (Suiza).

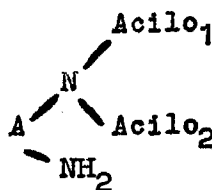
= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a colorantes azóicos que contienen metal pesado, a un procedimiento para su preparación, a su empleo para la tinción sólida de materiales orgánicos, y, como artículos industriales, al material teñido por medio de ellos.

5.

Se ha descubierto que se obtienen valiosos colorantes si se diazoa una amina de la fórmula general I



(I)



261812

en la que A representa un radical de la serie bencénica libre de grupos acuosolubilizantes, y

Acilo₁ y Acilo₂ representan radicales ácidos

que se derivan de ácidos oxigenados del azufre hexavalente

5. que contienen radicales orgánicos, y en la que los grupos amino y amido se hallan en posición orto unos respecto a otros, se combina el compuesto de diazónio con un componente azóico que copula en posición orto respecto a un grupo capacitado para formar complejo metálico, se desdobra a continuación en el producto de copulación un radical acilo del
10. grupo diacilamido en medio alcalino y se hace actuar sobre el producto de reacción un agente introductor de cromo o cobalto, eligiendo los componentes de manera que en el producto final no existan substituyentes que formen sales que se
15. disocien ácidamente en agua.

El radical A de los componentes diazóicos puede constar de varios núcleos bencénicos individuales. Estos se enlazan luego entre sí por enlace directo o mediante miembros de puente, como por ejemplo átomos de oxígeno o nitrógeno,

20. grupos de carbonilo, de carbonilamino, azóicos o de alkileno. Los propios grupos bencénicos pueden contener substituyentes no acuosolubilizantes, corrientes en los colorantes azóicos, como por ejemplo halógeno, grupos de acilamino inferior, alkilo inferior y alcoxi inferior. Componentes diazóicos preferidos que pueden emplearse conforme a este invento son aquellos cuyo radical A es un radical bencénico eventualmente substituído por grupos de alkilo y/o alcoxi inferior.
- 25.

Como radicales acilo del grupo diacilamido entran en consideración los radicales de ácidos sulfónicos orgánicos y

30. de ácidos sulfamínicos de aminas orgánicas secundarias. De pre-



261812

- ferencia de los radicales de ácidos sulfónicos alifáticos inferiores, por ejemplo del ácido metilsulfónico, clorometilsulfónico, etilsulfónico y propilsulfónico, y además de los radicales de ácidos arilsulfónicos monocíclicos, como por
5. ejemplo de los ácidos bencensulfónico, toluensulfónico y clorobencensulfónico, y en particular de ácidos bencensulfónicos cuyos núcleos bencénicos contienen por lo menos un substituyente sulfonilo acuosolubilizante pero que no se disocia ácidamente en agua, como por ejemplo el grupo metilsulfonilo,
10. clorometilsulfonilo o etilsulfonilo. En calidad de radicales acilo derivados de ácidos sulfamínicos cabe mencionar por ejemplo los radicales dimetilaminosulfonilo, dietilaminosulfonilo, dibutilaminosulfonilo, piperidinosulfonilo y morfolinosulfonilo.
15. Acilo₁ y acilo₂ pueden ser iguales o distintos, pero es ventajoso que sean iguales uno a otro.
- Los compuestos o-diacilamidoaminobencénicos empleables en virtud de este invento se obtienen por diacilación de los correspondientes o-nitroaminobencenos y reducción consecutiva del grupo nitro a grupo amino. Con tal objeto se
20. condensa la amina con 2 moles de un derivado reaccionable de un ácido sulfónico o respectivamente 1 mol de cada uno de dos derivados distintos de ácido sulfónico. La reacción se lleva a cabo convenientemente en presencia de una base nitrogenada terciaria y eventualmente en presencia de un disolvente orgánico; su realización más fácil es por tratamiento de la amina con el cloruro de ácido sulfónico o el bromuro de ácido sulfónico en bases piridínicas en exceso. La reducción del grupo nitro se efectúa, por ejemplo, en medio neutro
25. con hidrógeno excitado catalíticamente o en medio ligeramente
- 30.



261812

ácido según Bechamp.

5. La diazoación de las aminas de la fórmula general I se efectúa, o bien con nitrito alcalino en solución o suspensión de agua y ácido mineral, eventualmente en presencia de un ácido graso inferior o también de un disolvente orgánico polar, o bien en caso necesario en ácido sulfúrico concentrado, con ácido nitrosilsulfúrico.

10. En calidad de componentes azóicos cabe considerar en el procedimiento a que se refiere este invento los que se emplean ordinariamente en la preparación de colorantes azóicos que contienen metal pesado y están exentos de grupos sulfónicos. Estos son, en primer lugar, compuestos de hidroxibenceno, hidroxinaftalina, aminenaftalina o hidroxiquinolina que copulan acilacetoalkil- y -N-arilamidas en posición orto respecto a un grupo hidroxilo o amino, además ácidos berbúricos y 5-hidroxi- o 5-amino-pirazoles que copulan en posición 4. Los radicales aromáticos de estos componentes azóicos pueden contener aún, dentro del cuadro de la definición, los substituyentes usuales en los colorantes azóicos, a saber grupos alkilo, cicloalkilo, aralkilo y acilo, halógeno, 15. grupos cian y trifluorometilo, grupos alcoxi y ariloxi, grupos acilamino, alquilamino, aralquilamino y arilamino, grupos arilazo, grupos alkil- y arilcarbónilo y -sulfonilo, grupos sulfamídicos y grupos sulfamídicos substituídos orgánicamente en el nitrógeno, así como también, por último, grupos 20. carboxilo, siempre que estos participen en la metalización del colorante azóico.

25. Los componentes azóicos se combinan, en las condiciones usuales para estos compuestos, con los compuestos 30. o-diacilamido-diazónicos. A continuación se disocia en medio



261812

- alcalino uno de ambos grupos acilo en los respectivos productos de copulación. Con tal objeto se tratan los colorantes o-diacilaminoazóicos en medio acuoso u orgánicoacuoso con álcalis o carbonatos alcalinos diluídos, como por ejemplo hidróxido o carbonato lítico, potásico o sódico. En caso necesario se trabaja a temperatura elevada. Por lo general esta saponificación parcial procede muy rápidamente, la mayoría de las veces ya a temperatura ambiente. Muchas veces no es necesario efectuar la disociación de uno de los grupos acilos en una fase reaccional separada. Por ejemplo, si se emplean componentes azóicos que copulan en medio alcalino, la disociación puede desarrollarse en el mismo medio reaccional, eventualmente en simultaneidad con la copulación o inmediatamente después. También es con frecuencia posible realizar la saponificación parcial simultáneamente con la metalización, por ejemplo cuando esta última se realiza en medio alcalino.
- Para la metalización de los colorantes o-acilaminoazóicos se emplean los conocidos medios introductores de cromo o cobalto, en las condiciones que se acostumbra para la metalización de colorantes o,o'-dihidroxi- u o-hidroxi-o'-amino- o -carboxiazóicos. Es posible preparar compuestos de los llamados complejos de 1:2-cromo o cobalto tanto simétricos como asimétricos. Los simétricos se obtienen por tratamiento de los colorantes o-acilaminoazóicos con un medio o agente introductor de cromo o cobalto, en medio ligeramente ácido, neutro o alcalino, a temperatura de 60-140°, en caso necesario bajo presión. Los agentes introductores de metal pesado se emplean para ello en cantidades tales que por mol de colorante corresponda por lo menos 1/2 átomos-gramo de metal pesado. Los com-
5.
10.
15.
20.
25.
30.



261812

- puestos complejos de 1:2-cromo o cobalto asimétricos en relación con los colorantes de base se obtienen en condiciones semejantes empleando una mezcla de diversos colorantes metalizables, en cuyo caso uno por lo menos de dichos colorantes
5. debe ser un colorante o-acilaminoazóico preparado en conformidad con el invento. Los compuestos complejos asimétricos de metal pesado se obtienen en forma más pura si se adiciona 1 mol de un colorante metalizable a 1 mol de un llamado complejo 1:1 de metal pesado de otro colorante, en cuyo caso
10. un colorante de base debe ser un colorante o-acilaminoazóico.
- La elaboración final y aislamiento de los colorantes preparados en conformidad con este invento se realizan según los métodos usuales. Se obtienen, según el metal pesado y la índole de los componentes diazóicos y azóicos empleados, colorantes con metal pesado amarillos, anaranjados, rojos, pardos, azules o grises. Estos compuestos complejos de metal
15. pesado derivados de colorantes o-acilamino-o'-hidroxi- o -aminoazóicos son tan estables que se les puede emplear, como los derivados de los colorantes o,o'-dihidroxi-azóicos, para teñir
20. los materiales orgánicos más distintos. Los materiales insolubles en agua o difícilmente solubles en ella, pueden emplearse, por ejemplo, para teñir lacas, barnices o masas para hilar a base de acetilcelulosa. Los colorantes solubles en agua, sumamente valiosos, cuya solubilidad se favorece eventual-
25. mente por mezclas de medios dispersantes o humectantes anionactivos o no ionógenos, hallan empleo en la tinción y el estampado de material textil de origen natural o artificial que contiene grupos polipéptidos. Presentan buena afinidad para este material y se fijan completamente a él, la mayoría de
30. las veces ya en baño neutro o ligeramente ácido.



261812

Para los fines del teñido de materiales textiles son sumamente apropiados y por lo tanto preferidos los complejos de cromo y cobalto derivados de colorantes o-acilaminoazóicos, obtenibles conforme a este invento, cuyo grupo acilo se

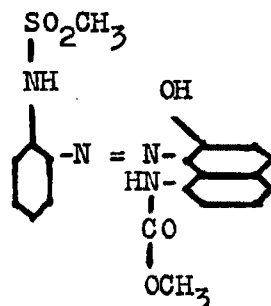
- 5. deriva de un ácido sulfónico alifático inferior. Otros colorantes valiosos son aquellos cuyo grupo acilo se deriva de un ácido arilsulfónico monocíclico, pues con ellos se obtienen tinturas sobre lana sumamente sólidas frente a la humedad y la acción de la luz. Por último, son excelentemente aptos para la tintorería de la lana y por lo tanto muy preferidos los colorantes acilaminoazóicos con contenido de cromo y cobalto que contienen un radical acilo, derivado de un ácido bencensulfónico, cuyo núcleo bencénico contiene por lo menos un sustituyente sulfonilo no ionógeno.

- 10.
- 15. Las tinturas producidas con los colorantes obtenidos conforme a este invento sobre material textil con contenido de grupos polipéptidos, y en particular sobre lana, son muy sólidas a la luz y a la frotación, sólidas al lavado, a la acción del agua marina, al decatizado y a los álcalis, y se distinguen también por su homogeneidad.
- 20.

Los Ejemplos que se dan a continuación tienen por objeto ilustrar el invento. En ellos, en tanto no se indique otra cosa, se entiende por "partes" partes en peso. Las temperaturas están registradas en grados Celsius. Las partes en peso se refiere a los volúmenes como los kilogramos a los litros.

- 25.

E J E M P L O 1.



Complejo de cromo



261812

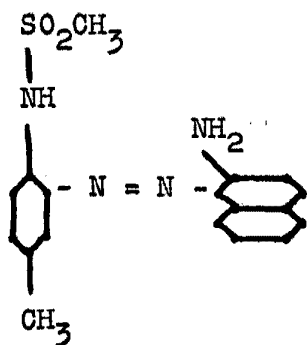
- 26,4 partes de N-di-(metilsulfonil)-amino-2-amino-benceno se disuelven en una mezcla de 50 partes de ácido acético glacial, 35 partes de ácido clorhídrico concentrado y 50 partes de agua caliente y se diazoan rápidamente a temperatura de 0-5° con 16,6 volúmenes de solución de nitrito sódico al 33,3%. La solución ácida del compuesto diazónico se añade, gota a gota y con agitación, a una solución de 22,2 partes de 1-carbometoxi-amino-7-hidroxinaftalina en 300 partes de agua y 4,2 partes de hidróxido sódico, en presencia de una cantidad tal de sosa calcinada que, después de agregado el compuesto diazónico, la suspensión de colorante tenga reacción debilmente fenolftaleinoalcalina. Terminada la copulación, se filtra y seca el colorante precipitado. Luego se le suspende en 250 volúmenes de éter monometílico de glicol y se le saponifica con 30 volúmenes de lejía de sosa 10 n a temperatura ambiente. El colorante rojo anaranjado entra entonces parcialmente en solución con viraje al violeta. Se agita seguidamente la suspensión de colorante, durante algunas horas, a temperatura ambiente. Luego se neutraliza la mezcla reaccional por adición de ácido acético. El colorante saponificado se calienta durante algunas horas en el refrigerador de reflujo con 220 partes de una solución de sodiocromosalicílico (correspondiente a 2,86 partes de cromo) hasta que se termina la metalización. El colorante cromado se precipita por adición de solución de cloruro sódico, se separa por filtración y se seca. Constituye un polvo oscuro, que tiñe la lana en baño neutro o ligeramente ácido con tonalidades grises homogéneas, de muchísima resistencia a la humedad y excelente solidez frente a la acción de la luz.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- Se obtiene un colorante semejante, pero algo más



261812

rojizo, si en lugar de 1-carbometoxiamino-7-hidroxi-naftalina se emplean 20,5 partes de 1-acetilamino-7-hidroxi-naftalina.

E J E M P L O 2.



Complejo de cobalto

5. 27,8 partes de N-di-(metilsulfonil)-amino-4-metil-2-aminobenceno se diazoan como se ha indicado en el Ejemplo 1 y se destruyen los vestigios de ácido nitroso excedente por medio de ácido sulfamínico. Luego se neutraliza en la solución del compuesto diazónico el ácido mineral con acetato sódico hasta que el papel rojo congo no tome ya color azul.
10. Se mezcla el compuesto diazónico con una solución caliente de 15 partes de 2-aminonaftalina en 250 partes de agua y 100 partes de ácido acético a 30-35°. Terminada la formación de colorante, se diluye con agua, se separa por filtración el colorante precipitado, se le lava con agua fría y se le seca.
15. Luego se calienta el colorante en baño maría con 250 volúmenes de formamida, 15 partes de acetato de cobalto (correspondientes a 3,54 partes de cobalto) y 8,4 partes de hidróxido sódico (como solución 10 n), hasta que se termine la formación del complejo. La masa oscura de fusión se mezcla con solución de cloruro sódico al 20% y se agita la mezcla hasta que esté precipitado el colorante cobaltoso. Se separa éste por filtración, se le lava con solución diluida
- 20.

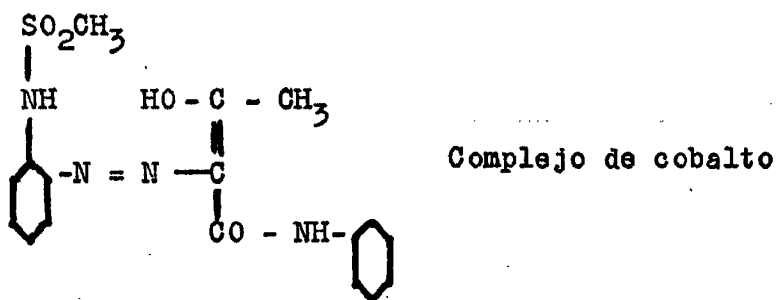


261812

de cloruro sódico y se le seca. Después de secado, el colorante aparece como un polvo negro. Tíñe la lana, en baño neutro o ligeramente ácido, con tonalidades grises que tiran al rojo, de buenas propiedades de solidez.

5. Si en el Ejemplo que precede se reemplaza el N-di-(metilsulfonil)-amino-4-metil-2-aminobenceno por 29,4 partes de N-di-(metilsulfonil)-amino-4-metoxi-2-aminobenceno o 26,4 partes de N-di-(metilsulfonil)-amino-2-aminobenceno, se obtienen colorantes de propiedades semejantes.

10. E J E M P L O 3.



- 26,4 partes de N-di-(metilsulfonil)-amino-2-aminobenceno se diazoan, tal como se ha descrito en el Ejemplo 1, y se copulan con 18,1 partes de anilida del ácido acetoacético. Terminada la copulación, se precipita completamente el colorante, en parte ya precipitado, por adición de sal común.
15. Después de filtrar, se suspende el colorante, para saponificarlo, en 250 volúmenes de éter monometílico de glicol, se le mezcla con tanta lejía sódica 10 n como sea necesaria para garantizar la reacción fuertemente alcalina hasta el final de la saponificación y se agita durante algunas horas a 25-30°.
20. Luego se diluye con agua fría el colorante saponificado y se le precipita con ácido acético. Seguidamente se le separa por filtración y se le seca. Para metalizarlo, se le calienta



261812

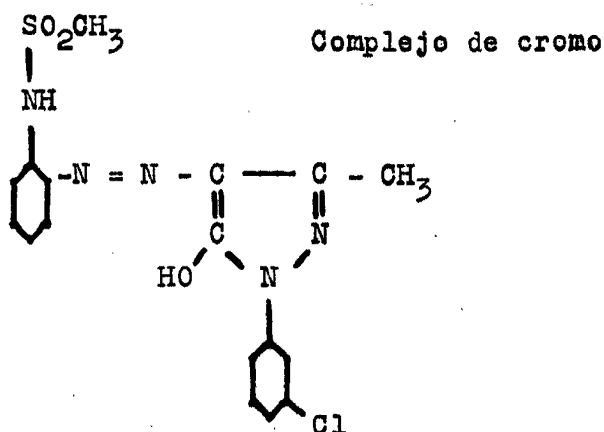
5. en baño maría en 250 partes de formamida con 15 partes de acetato de cobalto (correspondientes a 3,54 partes de cobalto), hasta terminar la formación de complejo. La masa de fusión de color pardoamarillento se mezcla a continuación con solución al 20% de sal común y se agita hasta que está precipitado el colorante cobaltoso. Se separa éste por filtración, se le lava con solución diluida de cloruro sódico y se le seca. Después de secado el colorante se presenta como un polvo de color pardoamarillento. Tíñe la lana, en baño neutro o ligeramente ácido, con tonos amarillos de solidez generalmente buena.

10.

Si en el Ejemplo anterior se reemplaza la anilida de ácido acetoacético por 21,6 partes de 3-cloroanilida del ácido acetoacético o 2-cloroanilida del ácido acetoacético, se obtienen colorantes de propiedades semejantes.

15.

E J E M P L O 4.



20. 26,4 partes de N-di-(metilsulfonil)-amino-2-aminobenceno se diazoan en la forma descrita en el Ejemplo 1. El compuesto diazónico así obtenido se asocia gota a gota con una solución de 21,3 partes de 1-(3'-clorofenil)-3-metil-5-pirazolona en 300 partes de agua y 4,2 partes de hidróxido sódico,

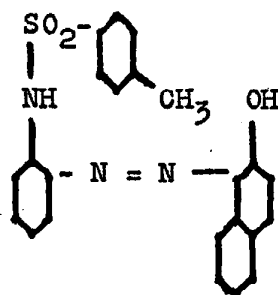


261812

- con adición simultánea de tanta lejía sódica como sea necesaria para que, después de la introducción del componente diazónico, la mezcla reacción tenga reacción débilmente fenol-ftaleinoalcalina. Mediante adición de hidróxido sódico y calentamiento de la mezcla reaccional amarilla durante algunas horas a 70-75°, se desdobra un grupo acilo. El colorante anaranjado, precipitado en su mayor parte, se precipita cuantitativamente mediante adición de ácido clorhídrico, después de neutralizar la lejía sódica excedente, se separa por filtración y tal cual, en una mezcla de 100 volúmenes de éter monometílico de glicol y 100 partes de agua, se mantiene a temperatura de ebullición en el refrigerador de reflujo con 220 volúmenes de una solución de sodiocromosalicílico (correspondiente a 2,86 partes de cromo) hasta que se termina la metalización. El colorante cromado se precipita por adición de cloruro sódico y seguidamente se separa por filtración y se seca. Constituye un polvo de color rojoanaranjado, que tinte la lana, en bajo neutro o ligeramente ácido, con tonalidades anaranjadas homogéneas y sólidas a la luz. Las tinturas son muy resistentes a la acción de la luz.

Si en el Ejemplo anterior se reemplaza la 1-(3'-clorofenil)-3-metil-5-pirazolona por 17,8 partes de 1-fenil-3-metil-5-pirazolona, se obtiene un colorante de propiedades semejantes.

E J E M P L O 5.



Complejo de cromo.



261812

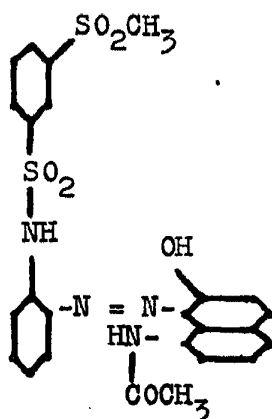
- 41,6 partes de N-di-(p-toluensulfonil)-amino-2-aminobenceno se mezclan, por agitación, en 300 volúmenes de ácido acético glacial y se disuelven bien con 35 partes de ácido clorhídrico concentrado. Por adición de nitrito sódico se diazoa a temperatura ambiente y a continuación se neutraliza el ácido mineral excedente mediante la adición de acetato sódico.
- 5.
- Seguidamente se añaden al compuesto diazónico 14,7 partes de 2-hidroxinaftalina en 100 volúmenes de ácido acético glacial. La formación de colorante se completa por calentamiento a 50° durante 2 horas. Se separa por filtración el colorante anaranjado y se le lava con agua fría. Para saponificar, se suspende el colorante obtenido en 300 volúmenes de alcohol etílico y se le mezcla a 70-80° con la cantidad necesaria de lejía de sosa 10 n. Al cabo de 6 horas de agitación a temperatura de ebullición, se precipita el colorante por dilución con agua fría, se le separa por filtración, se le lava con agua y se le seca. El producto saponificado se disuelve en gran parte en 300 volúmenes de formamida con 10 volúmenes de lejía de sosa 10 n, se mezcla con 12 partes de acetato de cromo (correspondientes a 2,86 partes de cromo) y se mantiene a 95-105° hasta que se termina la formación del complejo. Por dilución con solución saturada de cloruro sódico se precipita el colorante cromado y seguidamente se le aísla. Después de secar, el colorante aparece como un polvo oscuro, que tinte la lana con tonos burdeos sólidos que tiran a violeta.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- Si en el ejemplo anterior se reemplaza el N-di-(p-toluensulfonil)-amino-2-aminobenceno por 38,8 partes de N-di-(bencensulfonil)-amino-2-aminobenceno, se obtiene un coloran-



te semejante.

EJEMPLO 6.

261812



Complejo de cromo

- 54,4 partes de N-di-(3'-metilsulfonilbencensulfonil)-amino-2-aminobenceno se introducen, con buena agitación y a 0-10°, en 74 partes de ácido nitrosilsulfúrico al 18,3%.
5. La pasta de color pardoclaro se disuelve luego en agua helada con buena agitación. La solución límpida del compuesto diazónico se combina luego, según los datos del Ejemplo 4, con una solución de 20,5 partes de 1-acetil-amino-7-hidroxi-naftalina en 200 partes de agua y 4,2 partes de hidróxido sódico, con adición simultánea de tanta lejía sódica que, después de la introducción del componente diazónico, la mezcla reaccional tenga reacción débilmente fenolftaleinoalcalina.
10. El colorante precipita en forma prácticamente cuantitativa. Una vez terminada la formación del colorante, se le separa por filtración y se le lava con agua fría. Para saponificar el colorante rojo así obtenido, se le suspende en 300 volúmenes de una mezcla de agua y éter monometílico de glicol en la proporción 1:1, se le da punto de alcalinidad mimosa por adición de la cantidad necesaria de lejía de sosa
15. 20. 10 n y se agita la mezcla, con reacción mimosoalcalina, du-



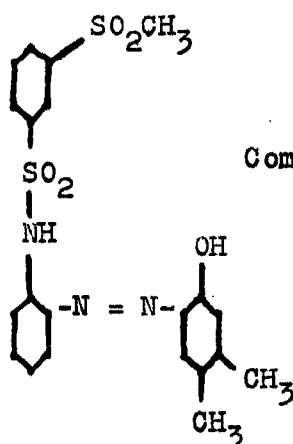
261812

5. rante algunas horas a 25-30°. El colorante saponificado es de color violeta y precipita cuantitativamente. Después de secado, se le suspende en 250 volúmenes de formamida y se le calienta a 105-110° durante algunas horas con 12 partes de acetato de cromo (correspondientes a 2,86 partes de cromo) hasta que esté terminada la formación del complejo. El colorante cromado se precipita por adición de solución de cloruro sódico y seguidamente se le separa por filtración y se le seca. Constituye un polvo oscuro, que tinte la lana, en baño neutro o ligeramente ácido, con tonalidades grises muy sólidas a la humedad y de excelente resistencia a la acción de la luz.
- 10.

15. Si en el Ejemplo anterior se reemplaza la 1-acetilamino-7-hidroxi-naftalina por 22,2 partes de 1-carbometoxi-amino-7-hidroxi-naftalina, se obtiene un colorante de propiedades semejantes.

E J E M P L O 7.

20.



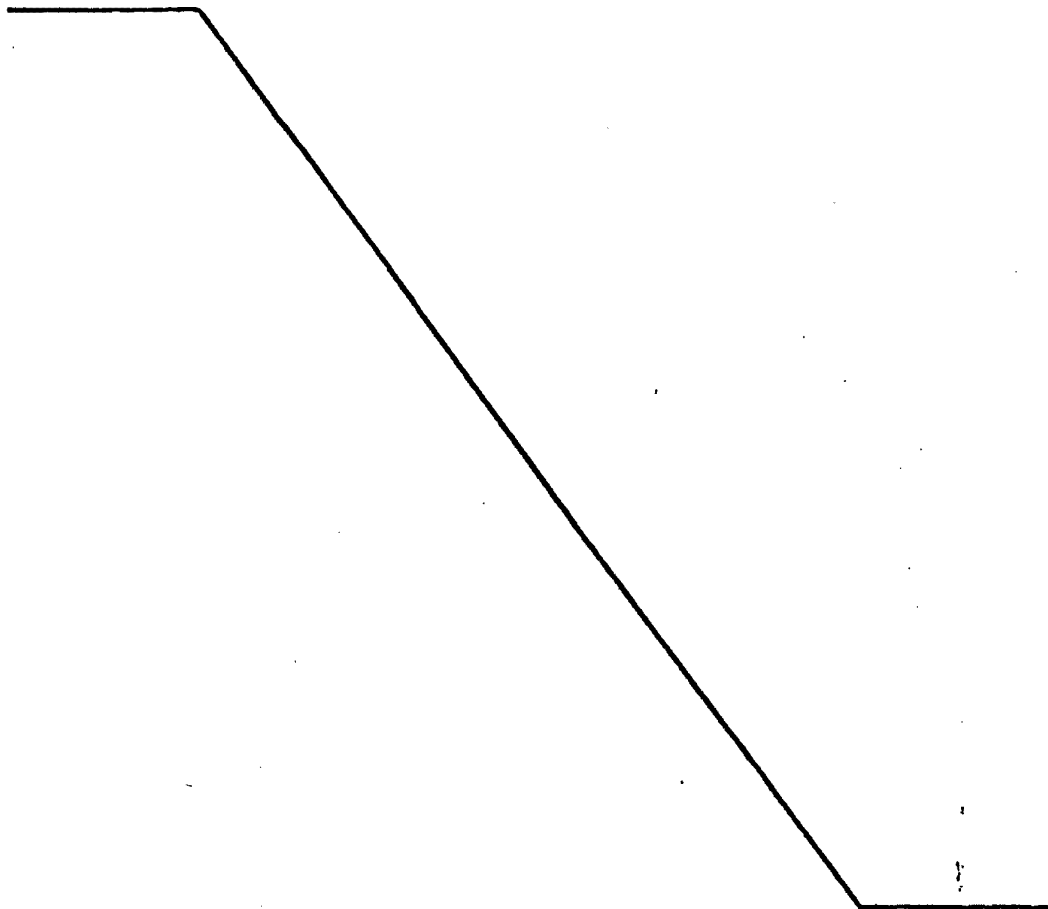
Complejo de cobalto

25. 54,4 partes de N-di-(3'-metil-sulfonilbencensulfonil)-amino-2-aminobenceno se diazoan en la forma descrita en el Ejemplo 6 y se copulan con 12,5 partes de 3,4-dimetil-1-hidroxibenceno. El colorante así obtenido se calienta en baño maria con 250 volúmenes de formamida, 15 partes de acetato de



261812

5. cobalto (correspondientes 3,54 partes de cobalto) y 30 volúmenes de lejía de sosa 10 n, hasta que se termina la formación del compuesto. Luego se mezcla la masa oscura de fusión con solución saturada de sal común y se agita hasta que esté precipitado el colorante cobaltoso. Este se separa por filtración, se lava con solución diluída de cloruro sódico y se seca. Una vez secado, aparece como un polvo oscuro, que tinte la lana, en baño neutro o ligeramente ácido, con tonalidades sólidas de color pardo.
10. Empleando cantidades equivalentes de los componentes reseñados en la Tabla que sigue, se preparan, según el procedimiento descrito en los Ejemplos que anteceden, otros colorantes conformes a este invento:





261812

T A B L A

Nº	Componente diazótico	Componente de copulación	Me- tal	Tono sobre lana
1	1-N-di-(metilsulfo- nil)-amino-2-amino- benceno	2-hidroxinaftalina	Cr	violeta
2	"	"	Co	burdeos tirando a pardo
3	"	1-(3'-clorofenil)-3- metil-5-pirazolona	Co	amarillo que tira a pardo
4	"	3,4-dimetil-1-hidro- xibenceno	Co	pardo
5	"	"	Cr	pardo ti- rando a violeta
6	"	dimetilamida del áci- do 1-hidroxinaftalin- -3-sulfónico	Cr	violeta
7	"	2,4-dihidroquinolina	Co	pardo
8	"	"	Cr	rojo ti- rando a pardo
9	"	1-acetilamino-7-hidro- xinaftalina	Co	corinto
10	"	1-propionilamino-7- hidroxinaftalina	Cr	gris
11	"	"	Co	corinto
12	"	1-carbetoxiamino-7- hidroxinaftalina	Cr	gris
13	"	1-carbopropoxiami- no-7-hidroxinaftalina	Cr	gris
14	"	1-etoxiacetilamino-7- hidroxinaftalina	Cr	gris
15	"	1-carbobutoxiamino- 7-hidroxinaftalina	Cr	gris
16	"	1-metoxietilcarba- mino-7-hidroxinafta- lina	Cr	gris



261812

17	1-N-di-(metilsulfo- nil)-amino-2-amino- benceno	1-carbometoxiamino- 6-hidroxi-naftalina	Cr	violeta
18	"	"	Co	pardo tiran- do a violeta
19	"	5,6,7,8-tetrahidro- 2-hidroxi-naftalina	Co	pardo
20	"	5,6,7,8-tetrahidro- 2-hidroxi-naftalina	Cr	pardo tiran- do a rojo
21	"	1-metilsulfonilami- no-7-hidroxi-nafta- lina	Cr	gris
22	"	"	Co	corinto
23	"	p-ciclohexilfenol	Co	pardo
24	"	"	Cr	pardo tiran- do a violado
25	"	1-fenil-3-metil-5- aminopirazol	Co	pardo tiran- do a amarillo
26	"	2-(2'-carboxifenil)- aminonaftalina	Cr	verde
27	1-N-di-(metilsul- fonil)-amino-4-me- til-2-aminobenceno	1-carbometoxiamino- 7-hidroxi-naftalina	Cr	gris
28	"	1-acetilamino-7- hidroxinaftalina	Cr	gris
29	1-N-di-(metilsul- fonilamino)-4-me- toxi-2-aminobenceno	1-carbometoxiamino- 7-hidroxi-naftalina	Cr	gris
30	"	1-acetilamino-7- hidroxinaftalina	Cr	gris
31	"	"	Co	corinto
32	1-N-di-(metilsul- fonilamino)-4-clo- ro-2-aminobenceno	1-metilsulfonil- amino-7-hidroxi- naftalina	Cr	gris
33	"	"	Co	gris-violeta
34	1-N-(di-p-toluen- sulfonilamino)-2- aminobenceno	1-acetilamino-7- hidroxinaftalina	Cr	gris
35	"	"	Co	corinto
36	"	1-carbometoxiamino- 7-hidroxi-naftalina	Cr	gris
37	"	2-hidroxi-naftalina	Co	burdeos tiran- do a pardo



261812			
38	1-N-di-(3'-metilsul- fonilbencensulfonil)- amino-2-aminobenzen	1-carboetoxiamino- 7-hidroxi-naftalina	Cr gris
39	"	1-metilsulfonil- amino-7-hidroxi- naftalina	Cr gris

E J E M P L O 8.

Se disuelven en 4000 partes de agua 4 partes del colorante cromado a que se refiere el Ejemplo 1, y se introducen en el baño tintóreo, a 40-50°, 100 partes de lana bien humectada. Se calienta hasta ebullición en el curso de media hora, se mantiene hirviendo durante 3/4 de hora, se enjuaga la lana con agua fría y se la seca. La tintura gris obtenida muestra propiedades de resistencia a la humedad generalmente buenas y una solidez muy buena frente a la acción de la luz.

La invención, dentro de su esencialidad, puede ser desarrollada 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, realizarse con los medios y aparatos más adecuados, por quedar todo ello comprendido dentro del espíritu de las reivindicaciones.

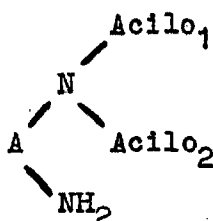


261812

N O T A

Descrito el objeto de la invención se declara nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones con prioridad suiza nº 79 310 del 12 de Octubre de 1959:

5. 1. Procedimiento para preparar colorantes azóicos que contienen metal pesado, caracterizado por el hecho de que se diazoa una amina de la fórmula general I



(I)

en la que A representa un radical de la serie bencénica libre de grupos acuosolubilizantes, y

10. Acilo₁ y Acilo₂ representan radicales ácidos que se derivan de ácidos oxigenados del azufre hexavalente que contienen radicales orgánicos, y en la que el grupo amino y el grupo amido se hallan en posición orto uno respecto a otro; se combina el compuesto diazónico con un componente azoico copulable en posición orto respecto a un grupo capacitado para la formación de complejo metálico, se desdobla a continuación en medio alcalino un radical acilo del grupo diacilamido en el producto de copulación y se hace actuar sobre el producto de reacción un agente introductor de cromo o cobalto, eligiendo los componentes de manera que en el producto final no exista ningún sustituyente formador de sales
- 15.
- 20.



261812

que se disocian ácidamente en agua.

5. 2. Procedimiento en conformidad con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de emplearse las aminas de la fórmula general I en que los grupos acilo se derivan de ácidos sulfónicos alifáticos inferiores.

3. Procedimiento en conformidad con la reivindicación 1, caracterizado por emplearse las aminas de la fórmula general I en que los grupos acilo se derivan de ácidos arilsulfónicos monocíclicos.

10. 4. Procedimiento en conformidad con las reivindicaciones 1 y 3, caracterizado por emplearse las aminas de la fórmula general I en que los grupos acilo se derivan de los ácidos bencensulfónicos cuyos núcleos bencénicos contienen, por lo menos, un substituyente sulfonilo que no se disocia ácidamente en agua.

15. 5. Procedimiento para preparar colorantes azóicos que contienen metal pesado.

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

Madrid, a 11 de Octubre de 1960.

J. R. GEIGY A.G.

P. a.

JAVIER IBARRI LIZALLES
F.P.

tr: sb

rm.