

18 MAR 1953 286 180

P.- 24.202

E. 122



MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

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

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de AZIENDE COLORI NAZIONALI AFFINI - ACNA S.p.
A., entidad italiana, establecida en 1/2 - Largo Guido
Donegani, Milán, Italia, por:

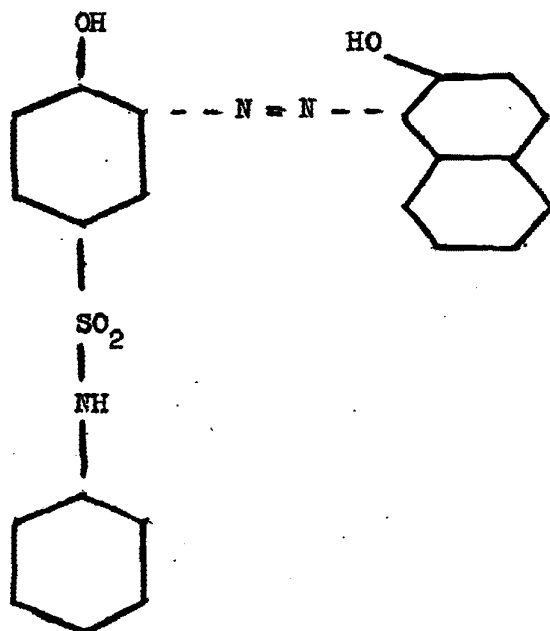
"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTES META-
LIZADOS"

5 El presente invento tiene por objeto nuevas compo-
siciones tintóreas, adecuadas particularmente para el te-
ñido de fibras de poliamida, que se obtienen por metaliza-
ción, particularmente por cobaltización, de mezclas de co-
lorantes monoazóicos conocidos.

Es sabido que el complejo de cobalto (con una rela-
ción Co: monoazoico 1:2)(IV), del monoazoico



181



(III)

5

10

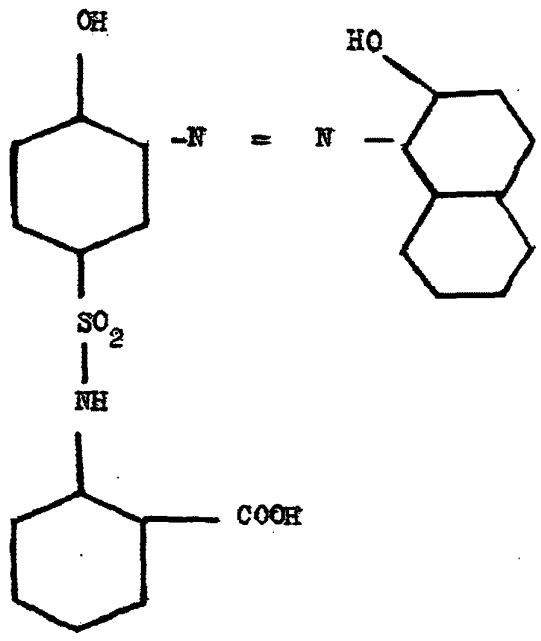
que, a su vez, se obtiene por copulación en medio alcali-
no del diazo del 2-amino-4-(N-fenil)-sulfamido-fenol (I)
sobre beta-naftol (II), es un colorante de tono rojo azu-
lado (Burdeos) cuyos tintes sobre fibras de poliamida, na-
turales o sintéticas, muestran muy buena solidez frente a
la humedad y a la luz.

20

Sin embargo, su empleo se encuentra desfavorable-
mente restringido por la solubilidad, que es muy deficien-
te, y la mala igualación, incluso en medio neutro. Dichas
características emminoran la posibilidad de utilizarlo, so-
lo o en mezcla, para tintes en baño neutro y ligeramente
ácido.

25

Es sabido también que el complejo de cobalto (con
la relación Co: monoazoico 1:2)(VII), del monoazoico



15

20

que se obtiene copulando en medio alcalino el diazo del 2-amino-4-(N-2'-carboxifenil)-sulfamido-fenol (V) sobre betanaftol (II), es un colorante rojo azulado (Burdeos) cuyos tintes sobre fibras poliamídicas muestran muy buena solidez frente a la humedad y a la luz, mientras que el colorante mismo presenta una solubilidad excepcional incluso por acidez acética.

25

Sin embargo, en la práctica, su empleo, como es sabido, tropieza con el inconveniente de su pobre afinidad en baño neutro, debido a la presencia del grupo carboxilo. Estas características dificultan su posibilidad de utilización, solo o en mezcla, para teñir en baño neutro o en baño ligeramente ácido. En realidad, el agotamiento del baño de teñido se alcanza únicamente cuando se llega a una fuerte acidez acética en el baño.

30

Resulta sorprendente haber encontrado ahora que, metalizando con un compuesto de Co mezclas de monoazoicos

286180



(III) y (VI) en la relación molar comprendida entre 60-85% del primero y 40-15% del segundo, pero, preferiblemente, con relación molar 75 y 25%, respectivamente, se obtienen nuevos complejos, con relación Co: monoazoicos 1:2 (VIII), de tono rojo azulado (Burdeos), que están dotados de características tales de solubilidad, afinidad para fibras poliamídicas y de igualación que les permite ser utilizados ventajosamente, solos o en mezcla con colorantes que tiñen en baño neutro o ligeramente ácido, dichas características son particularmente exigidas de un colorante de tono Burdeos, puesto que su empleo principal se encuentra en las mezclas.

La solidez de los tintes, tanto a la humedad como a la luz, son excelentes.

La metalización se realiza preferiblemente en fase anhidra, de acuerdo con las indicaciones descritas en la solicitud de Patente italiana número 20262, depositada el 7-2-1962, de la Solicitante, por tratamiento de la mezcla de monoazoicos, previamente secada, con una mezcla de compuestos orgánicos, tal como etilenglicol (o sus éteres), formamida, dimetilformamida, y urea en estado de fusión. Se emplea preferiblemente una mezcla de urea y etilenglicol.

Como agentes de metalización se emplean sales de cobalto (acetatos, sulfatos, cloruros, etc.) en relación molar 1:2 con respecto a los monoazoicos; la temperatura se mantiene entre 100 y 140°C, preferiblemente a 115°C. La metalización dura entre 30 y 100 minutos.

Cuando se ha terminado la metalización, se descarga la masa fundida en agua o se diluye con agua, eventual

283180



mente con adición de álcalis (NaOH , Na_2CO_3 etc) y el colorante acabado se separa y se seca según métodos conocidos.

La metalización de mezclas de monoazoicos (III) y (VI) puede realizarse también en fase acuosa con sales de cobalto o con complejos o ácidos orgánicos hidroxilados del cobalto, a temperaturas de 50-90°C., preferiblemente, 70°C, durante 5-8 horas; sin embargo, no se obtienen resultados tan satisfactorios como cuando se aplica la metalización anhidra. En realidad, cuando se obtiene por metalización en fase acuosa, el colorante acabado contiene impurezas y su concentración es menor.

Los resultados obtenibles de acuerdo con el presente invento, es decir, cuando se metaliza una mezcla de ambos monoazoicos (III) y (VI), no se pueden conseguir de ningún modo cuando se metalizan ambos monoazoicos por separado y se emplea la mezcla mecánica de los dos complejos así obtenidos, incluso si varían ampliamente sus relaciones molares.

El teñido de materiales de poliamida con los nuevos colorantes que constituyen el objeto del presente invento se realiza en baño acuoso que contenga compuestos adecuados para mantener el baño neutro o ligeramente ácido, por ejemplo, acetato amónico.

El material textil se sumerge en el baño de teñido, que se mantiene a unos 50-60°C., mientras se aumenta posteriormente la temperatura hasta llegar al punto de ebullición.

Pueden añadirse convenientemente compuestos auxiliares conocidos al baño de teñido. A continuación se dan varios ejemplos con carácter ilustrativo pero no limitativo.

283180



del invento.

Ejemplo 1

5 Se metalizan 0,75 gr. mol. de compuesto (III) y
0,25 gr. mol. de compuesto (VI) con 0,51 gr. mol. de ace-
tato de cobalto en 1000 gr. de urea y 300 ml. de etileno-
glicol a 115°C. durante 1,5 horas. La masa se descarga en
5.000 ml. de agua, se ajusta el pH a 4, luego se realiza
10 una salificación de 10%, y el producto se filtra y se se-
ca a 80°C. El colorante obtenido (VIII) tiñe la lana y
las fibras poliamídicas sintéticas con tono Burdeos azula-
do, los tejidos presentan muy buena solidez particularmen-
te frente a la humedad (potting) y a la luz. El colorante
es perfectamente adecuado para empleo en mezcla con colo-
15 rantes que tifen desde baño neutro o ligeramente ácido, a
diferencia de los complejos metálicos de los monoazoicos
(III) y (VI) individuales y a su mezcla mecánica.

Ejemplo 2

20 El monoazoico en pasta, obtenido por copulación
en medio alcalino del diazo procedente de la mezcla de ba-
ses [0,075 gr. mol de 2-amino-4-(N-fenil)-sulfamido-fe-
nol + 0,025 gr. mol de 2-amino-4-(N-2'-carboxifenil) sul-
famido-fenol] sobre betanaftol, y separación ácida poste-
25 rior, se trata con 200 ml. de agua caliente durante 30 mi-
nutos para homogeneizar la masa; luego se lleva la tempe-
ratura a 60°C y se añaden 0,055 gr. mol de Co en forma de
sulfato de Co cristalizado, disueltos en 50 ml. de agua,
y 27 gr. de acetato sódico cristalizado. El volumen se lle-
30 va a 500 ml. con agua, luego se calienta a 70°C durante 5

286180



horas. Se diluye con 400 ml. de agua, se filtra y se seca a 85°C.

Ejemplo 3

5 El mismo monoazoico en pasta obtenido de acuerdo con el ejemplo precedente a partir de 0,1 gr. mol en mezcla de bases, pero separado en medio alcalino por salificación, se trata agitando, con 250 ml. de agua a la que se han añadido 2,5 gr. de ácido acético concentrado, y luego
10 se trata con una solución de 12 gr. de cloruro de cobalto cristalizado (con 24% de Co) en 50 ml. de agua. Después de añadir 27,5 gr. de acetato sódico cristalizado, se lleva el volumen a 500 ml. con agua, luego se calienta durante 5 horas a 65°C. Cuando se ha completado la cobaltización,
15 se diluye otra vez con agua, y el colorante obtenido se filtra y se seca.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Italia, con fecha 21 de marzo de 1962 y bajo el número 5506/62, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.
20

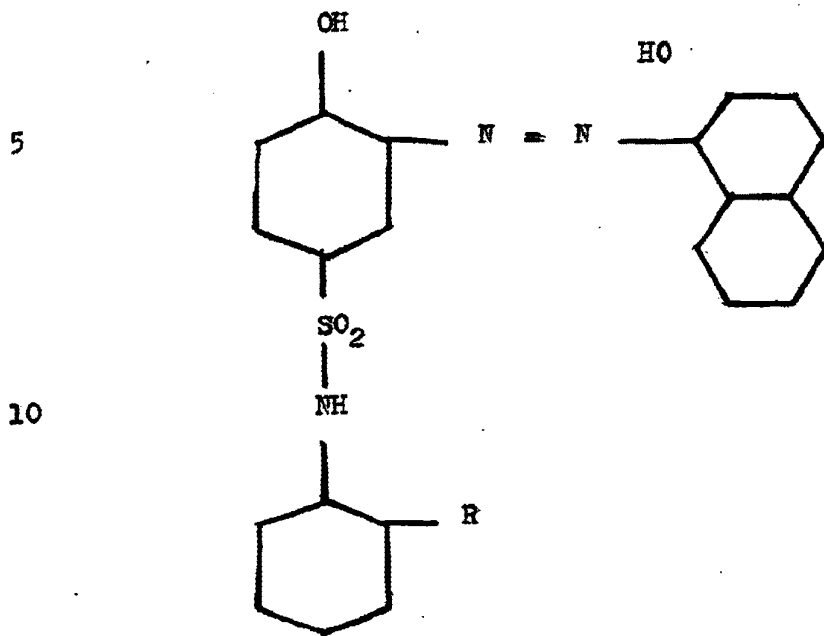
N O T A

25 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

30 1º.- Un procedimiento para la preparación de colorantes metalizados, que comprende metalizar con un compues



to de cobalto una mezcla de los dos monoazoicos comprendidos en la fórmula general:



donde -R es, en un caso, -H(III) y, en el otro, -COOH(VI).

20 2a.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende metalizar una mezcla de ambos monoazoicos que comprende de 60 a 85%, preferiblemente 75%, en moles del monoazoico (III) y de 40 a 15%, preferiblemente 25%, en moles del monoazoico (VI).

3a.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que se emplea el compuesto de cobalto en relación molar 1:2 con respecto a los monoazoicos.

25 4a.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la metalización se realiza en fase anhidra.

5a.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 y 4, caracterizado porque la metalización en fase anhidra se deja que se produzca en una mezcla de

286180



urea y etilenoglicol, a temperatura de 100-140°C, preferiblemente 115°C, durante 30-100 minutos.

5 6a.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1, 4 y 5, caracterizado porque se emplea como compuesto de cobalto una sal del mismo, seleccionada del grupo que comprende acetato, cloruro y sulfato.

7a.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la metalización se realiza en fase acuosa.

10 8a.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 y 7, caracterizado porque la metalización en fase acuosa se deja que se produzca a temperatura de 50-90°C, preferiblemente, 70°C. durante 5-8 horas.

15 9a.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 y 7, caracterizado porque el compuesto de cobalto se selecciona del grupo que comprende las sales inorgánicas de Co. sales orgánicas de Co y, complejos de Co con ácidos orgánicos hidroxilados.

20 10a.- Un procedimiento para la preparación de colorantes metalizados.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

18 MAR. 1963

P.A. ✓
Alberto de Elizalde
Por Poder

286180