

287018

15 ABR. 1963



P.- 24.157

E. 130

287018

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

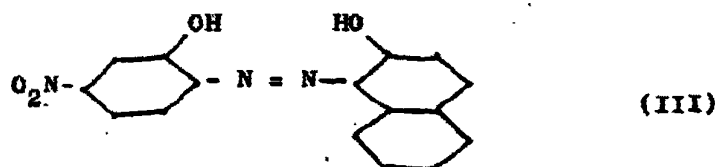
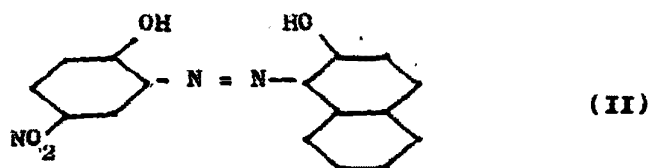
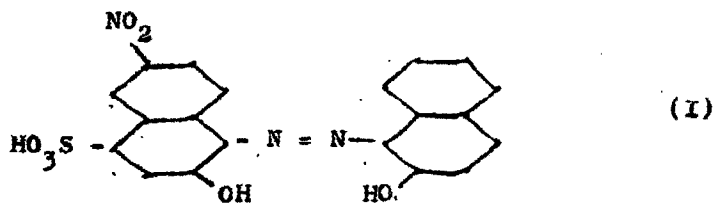
a nombre de AZIENDE COLORI NAZIONALI AFFINI ACNA S.p.A.  
entidad italiana, establecida en 1 - 2 Largo Guido Done-  
gani, Milán, Italia.

por:

" UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLO-  
RANTE AZOICO METALIZADO CON TONO NEGRO "

-----

El presente invento tiene por objeto un  
nuevo colorante azoico metalizado con tono negro, que es  
particularmente adecuado para teñir fibras poliamídicas  
sintéticas o naturales, especialmente lana y nailon. De  
modo más preciso, se refiere a un nuevo complejo ternario  
5     mixto de cromo de los siguientes colorantes mono-  
azoicos.



Los tres colorantes monoazoicos están contenidos en el complejo en las relaciones de 50% de (I), 25-28% de (II) y 25-22% de (III), siendo dichas relaciones molares.

El colorante complejo arriba definido se prepara en la práctica haciendo reaccionar en medio no acuoso, preferiblemente en fase anhidra constituida por una mezcla de urea-etilenoglicol (o un derivado del mismo), a temperaturas de 125-130°C., durante un tiempo comprendido entre 90 y 120 minutos, el producto de metalización con cromo del compuesto (I) (en cuyo producto el azoico y el Cr están presentes en una relación de 1:1) junto con mezclas que contienen 50-56 moles % del azoico (II) y 50-44 moles % del azoico (III), respectivamente. Por cada mol de azoico metalizado (I), se emplea un mol de mezcla de compuestos azoicos (II) y (III).

237018



La fase anhidra comprende, preferiblemente, 20-40 gr. de etilenoglicol y 80-120 gr. de urea por cada 0,1 gramo moles de mezcla de compuestos azoicos. En lugar de etilenoglicol, puede usarse el éster monometílico o el éster monoetilico del mismo.

El producto complejo que de ello se deriva es un colorante unitario, de tono negro adecuado para teñir lana y fibras poliamídicas sintéticas en baño neutro o débilmente ácido, presentando una solidez muy elevada frente a los tratamientos en húmedo y frente a la luz, y dotado de gran solubilidad todavía a pH ligeramente ácido, lo cual permite que se puede emplear convenientemente además en teñido continuo.

Se ha encontrado también que, al mismo tiempo que se mantiene inalterada la cantidad del compuesto metalizado I, cuando se aumenta la cantidad de compuesto III con respecto al compuesto II, siempre dentro de ciertos límites, es decir, en la práctica cuando el porcentaje molar de compuesto III en la mezcla de compuestos azoicos II y III sube de 44 a 50%, el tono del tinte pasa de negro rojizo a negro azulado.

El invento que constituye el objeto de la presente solicitud es sorprendente, ya que se ha encontrado que se obtiene un colorante con las características arriba mencionadas únicamente cuando se opera como se ha descrito arriba, en dos fases distintas: a) metalización con cromo, en la relación 1:1, del azoico I; b) formación del colorante complejo ternario por reacción del complejo de cromo 1:1 del azoico I con los azoicos II y III en fase anhidra.

287018



Cuando, por ejemplo, se deja que la metalización de la mezcla de los tres compuestos monoazoicos tenga lugar en una sola fase en las relaciones indicadas, se obtiene un producto con características tan notablemente aminoradas que rebaja su posibilidad de empleo práctico.

Análogos, cuando se deja que la preparación se verifique en las dos fases a) y b) y en las relaciones deseadas, pero empleando un medio acuoso en vez de un medio anhidro, se obtiene un colorante con tono mucho más negro rojizo, que presentan características de tinción peores que las del colorante obtenido en fase anhidra, principalmente en lo que se refiere a la afinidad en baño neutro o ácido, la pureza de tono y la reserva de rayón. Estas características negativas excluyen su posibilidad de empleo.

Se ha encontrado también que es imposible obtener un colorante que tenga buenas características cuando se preparan mezclas de complejos de cromo binarios de monoazoicos I y II, I y III, respectivamente.

A continuación se indican algunos ejemplos a fines ilustrativos del invento objeto de la presente solicitud, sobreentendiéndose que estos ejemplos no deben considerarse en modo alguno como limitativos de su alcance.

EJEMPLO I

Una mezcla íntima, constituida por

0,5 gr. moles de monoazoico I metalizado 1:1 con cromo.

0,28 gr. moles de monoazoico II

0,22 gr. moles de monoazoico III

se carga en 1000 gr. de urea y 250 ml. de etilenoglicol.



Se calienta hasta 125°C. y se mantiene esta temperatura durante 1,5-2 horas, con el fin de completar la formación del compuesto complejo mixto. La masa de reacción se descarga sobre 5000 ml. de agua, se filtra, al mismo tiempo que se añade diatomita, luego se calienta a 75°C., se salifica a 15%, se filtra, se lava con salmuera al 10% y se seca a 80°C.

El colorante obtenido tiñe la lana y las fibras poliamídicas sintéticas de negro rojizo con muy buena solidez a la luz y a la humectación, en baño neutro o ligeramente ácido.

Cuando se prepara el mismo colorante, pero realizando la metalización en fase acuosa de acuerdo con el procedimiento que se describe más adelante, se obtiene un producto de características netamente peores:

En 700 ml. de agua se cargan, a 80°C:

0,05 gr. moles de monoazoico I metalizado 1:1 con Cr.

0,028 gr. moles de monoazoico II

0,022 gr. moles de monoazoico III

Se ajusta el pH a 10-10,5 mediante adición de sosa cáustica de 36°Bé. La mezcla se lleva a ebullición y se mantiene así durante 4 horas para completar la formación del complejo mixto. Después de diluir con agua hasta un litro, se filtra mientras se añade diatomita, se acidifica hasta reacción ligeramente ácida al rojo congo, se calienta a 75°C, se salifica a 15%, luego se filtra y se seca a 80°C. El colorante obtenido tiñe la lana y las fibras poliamídicas en tono negro turbio muy rojizo. Presenta características de pureza, afinidad (en baño neutro



o ácido) y reserva de rayón que son netamente peores que las que presenta el colorante preparado por metalización en fase anhidra, y son tales que excluyen cualquier empleo práctico del mismo.

5  
5

E J E M P L O 2

Se hacen reaccionar

0,5 gr. moles del monoazoico I metalizado (1:1) con Cr.

0,25 gr. moles de mozoazoico II

0,25 gr. moles de monoazoico III

10

en medio anhidro y en las condiciones que se han descrito en el Ejemplo 1.

El colorante obtenido presenta un tono que es netamente más azulado que el anterior, mientras que el resto de las características y la aplicabilidad permanecen inalteradas.

15

E J E M P L O 3

Se obtienen también colorantes negros con muy buenas características, repitiendo los Ejemplos 1-2 pero empleando, en lugar de etilenoglicol, su éter monometílico (250 ml.), permaneciendo inalteradas las cantidades restantes y las modalidades operativas.

20

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Italia el 18 de Abril de 1962, bajo el número 7640/62, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

25

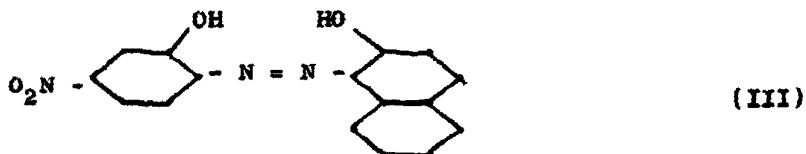
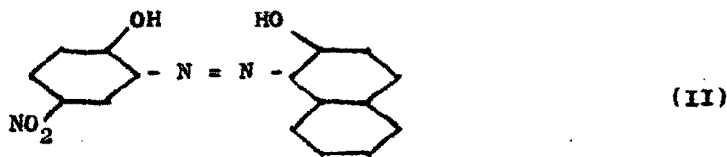
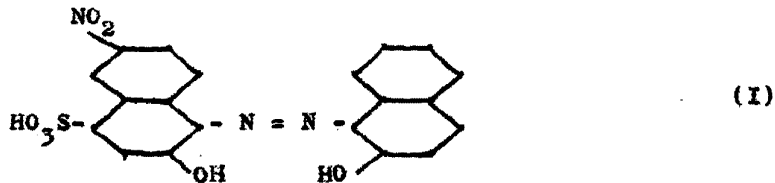
287018



- N O T A -

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

1.- Un procedimiento para la preparación del colorante azoico metalizado con tono negro, constituido por el complejo mixto ternario de cromo de los compuestos monoazoicos siguientes:



estando presentes dichos compuestos monoazoicos en el complejo en las relaciones molares de 50% (I), 25-28% (II) y 25-22% (III), que comprende hacer reaccionar, en medio acuoso, el producto de metalización con cromo, en la relación 1:1 de monoazoico (I) con una mezcla de compuestos monoazoicos constituida por 50-56% molar del monoazoico (II) y 50-44% molar, respectivamente, del monoazoico (III).



15

2.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende realizar la reacción en medio anhidro, constituido por mezcla de urea-etilenoglicol o un derivado del mismo.

5 : 3.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 y 2, en el que la reacción se realiza a temperaturas comprendidas entre 110<sup>o</sup> y 140<sup>o</sup>C, preferiblemente a 125-130<sup>o</sup>C.

10 4.- UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COLORANTE AZOICO METALIZADO CON TONO NEGRO.

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

Esta Memoria consta de ocho hojas escritas por una sola de sus caras.

Madrid, 15 ABR. 1963

P. A.

Alberto de Eizabens  
Por Poderes

287018