

Case E123+E.124+E125

28 SEP. 1963



1963

288868

288868

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

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

formulada el 8 de Junio de 1963, con el nº 288.868

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

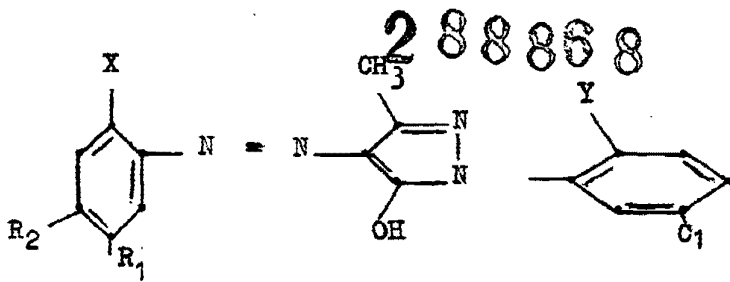
a nombre de AZIENDE COLORI NAZIONALI AFFINI ACNA S.p.A., entidad italiana, establecida en 1/2, Largo Guido Donegani, Milán, Italia, por:

"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN COLORANTE METALIZADO"

El presente invento se refiere a un nuevo tipo de colorantes metalizados y a un procedimiento para la obtención de dichos compuestos.

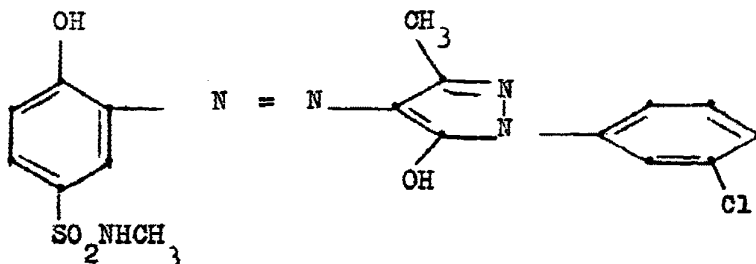
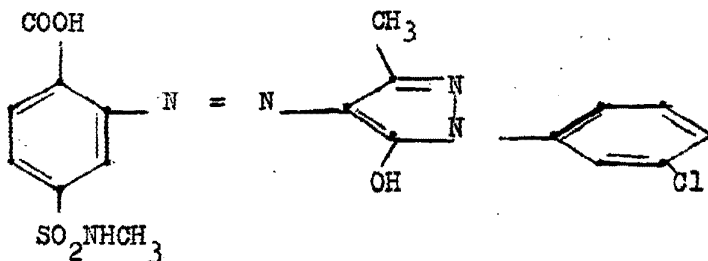
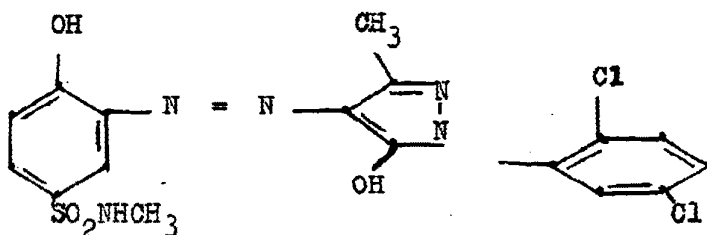
Más particularmente, el presente invento se refiere a un procedimiento realizado en fase anhidra por el cual se obtienen, partiendo de colorantes azóicos, colorantes metalizados, particularmente valiosos para teñir en baño neutro fibras poliamídicas naturales o sintéticas.

Los colorantes del presente invento derivan de compuestos azóicos comprendidos en la fórmula general (1)



donde X es -OH o -COOH, Y es H o Cl, R₁ y R₂, diferentes entre sí, siendo cada uno un hidrógeno, Cl o SO₂NHR (siendo R un átomo de H o un radical alcohilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono).

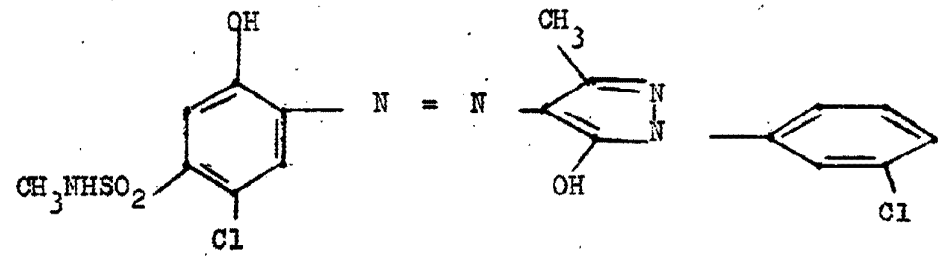
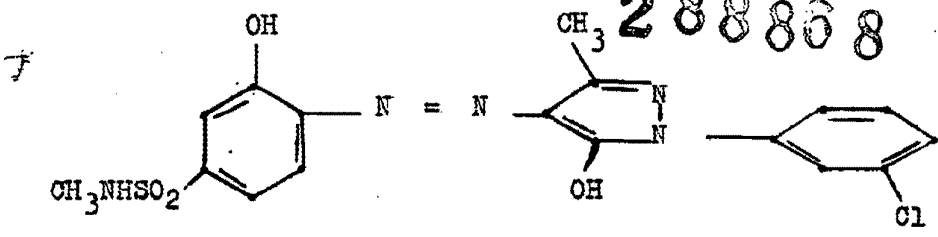
10 Los compuestos que derivan del siguiente monoazoico son particularmente adecuados debido a sus características tintóreas y a la solidez de los tintes obtenidos:





2888868

2888



15

De acuerdo con el procedimiento del presente invento, los colorantes monoazoicos, previamente secados, se tratan con una mezcla de compuestos orgánicos, tales como etileno-

glicol (o ésteres de dicho glicol), formamida, dimetilforma-

mida y especialmente urea en estado fundido.

20

Como agentes de metalización se emplean sales de cromo (acetatos, sulfatos, etc.), generalmente en cantidades cerca de las estequiométricas; la temperatura de la reacción de metalización se mantiene entre 110 y 140° C.; la duración para alcanzar la metalización completa es muy breve, generalmente comprendida entre 30 y 120 minutos. Al final de la metalización, se vierte la masa fundida en agua o se diluye con

agua eventualmente con adición de álcalis (NaOH, Na₂CO₃, etc.)

y el colorante acabado se separa por métodos conocidos.

25

El procedimiento del presente invento presenta las siguientes ventajas en comparación con el procedimiento de metalización conocido realizado en fase acuosa:

30

- a) Mayor velocidad (la metalización en medio acuoso

288858



7
dura de 5 a 8 horas mientras que, trabajando de acuerdo con el presente invento en medio anhidro, se consigue una metalización cien por cien completa en un tiempo comprendido entre 15 y 120 minutos).

5
b) Capacidad de producción (para producir un kg. de colorante que tenga un poder tintóreo de cien por cien, se necesita un reactor con una capacidad de 1,2 l., mientras que, trabajando de acuerdo con las técnicas conocidas, se necesita un reactor que tenga una capacidad mayor de 6 l. para conseguir los mismos resultados.

10
c) Los colorantes obtenidos en medio anhidro tienen, en comparación con los obtenidos en medio acuoso, una concentración mayor, (aproximadamente doble), una mayor pureza y una mejor solubilidad. El teñido de los materiales poliamídicos se realiza en un baño acuoso que contenga los compuestos de fórmula general (1), junto con compuestos capaces de mantener un pH neutro o ligeramente ácido, tal como el acetato amónico.

15
El material se introduce en el baño tintóreo mantenido a 50-60° C., aproximadamente, y luego se aumenta la temperatura hasta llegar a la ebullición.

20
Convenientemente, pueden añadirse aditivos, tal como por ejemplo los productos de condensación de amidas o aminas alifáticas con óxido de etileno.

25
Los siguientes ejemplos se dan para ilustrar el invento pero no le limitan.

EJEMPLO 1

30
Se cargan 45,6 gr. del monoazoico secado 100 por cien

288858



7
5
5 (peso molecular 455,9), obtenido por copulación en medio alcalino del diazo del 4-N-metil-sufamido-2-aminofenol sobre 1-(2,5-dicloro-fenil)-3-metil-5-pirazolona y separación sucesiva en medio ácido, a 100° C., sobre una mezcla constituida por 100 gr. de urea, 40 ml. de etilenoglicol y 0,051 -átomos gr. de cromo (en forma de acetato de cromo).

Se calienta el conjunto a 125° C. y se mantiene dicha temperatura durante 2,5 horas para completar la metalización.

10 Se vierte la masa en 700 ml. de agua y 50 ml. de NaOH (36 ° Bé), se filtra el conjunto y se precipita el colorante acidificando y salificando a 5 %.

Se calienta la masa a 75° C., se filtra a 45° C. y se lava con una salmuera al 5 %.

15 Después de secar a 80° C., se obtiene un polvo dotado de una elevada concentración tintórea, buena solubilidad y que tiñe la lana y las fibras poliamídicas en un baño neutro o ligeramente ácido en rojo-naranja con buena solidez en húmedo y a la luz.

20 EJEMPLO 2

Se consiguen buenos resultados análogos a los obtenidos en el Ejemplo 1 cuando se utiliza monoetiléter del etilenoglicol (60 ml.) en lugar del etilenoglicol, manteniendo el resto de las condiciones inalteradas.

25 EJEMPLO 3

30 Se cargan 42,1 gr. de monoazoico secado 100 por cien (peso molecular 421,5), obtenido por copulación en medio al-



calino del diazo del 4-N-metil-sulfamido-2-aminofenol sobre
1-(meta-clorofenil)-3-metil-5-pirazolona y separación suce-
siva en medio ácido, a 100° C., en una mezcla constituida
por 100 gr. de urea, 20 ml. de etilenoglicol y 0,051 átomos-
gramo de cromo (como acetato de cromo).

Se calienta el conjunto a 125° C. y se mantiene esta
temperatura durante 2,5 horas para completar la metalización.

Se vierte la masa en 700 ml. de agua y 50 ml. de NaOH
(36° Bé), se filtra el conjunto y el colorante se precipita
por acidificación y salificación a 5 %. Se calienta la masa
a 75° C., se filtra a 45° C. y se lava con una salmuera al
5 %.

Después de secar a 100° C., se obtiene un polvo rojo
que tiene una elevada concentración de tinte y solubilidad,
que tinte la lana y las fibras poliamídicas en tono naranja-
rojo, dotado de buena pureza, de un baño neutro o ligeramen-
te ácido. La solidez a la luz y a la humedad son muy buenas.

EJEMPLO 4

La metalización resulta igualmente favorable, y se
obtiene un colorante de análogas características satisfac-
torias, cuando se emplea el monoetiléter del etilenoglicol
(20 ml.) en lugar del etilenoglicol según se ha descrito en
el Ejemplo 3.

El resto de las condiciones descritas en el Ejemplo
3 se mantienen inalteradas.

EJEMPLO 5

Se diazotan directamente 20,22 gr. de 5-N-metilsulfa-

288868

28



7
mido-2-aminofenol (peso molecular 202,2) y luego se copulan
en medio alcalino sobre 1-metacloro fenil-3-metil-5-pirazolo-
na. El compuesto monoazoico así obtenido, separado por acidi-
ficación y secado, se carga a 100° C., sobre una mezcla cons-
tituida por 100 gr. de urea, 40 ml. de etilenoglicol y 0,051
átomos-gramo de cromo (en forma de acetato de cromo). Se ca-
lienta el conjunto a 130° C. y se mantiene esta temperatura
durante 2 horas para completar la metalización.

5
10
15
La masa se descarga en 500 ml. de agua y 50 ml. de
NaOH, se filtra y se precipita el colorante por salificación
a 5 % y acidificando ligeramente. Se calienta el conjunto a
80° C., se filtra a 60° C., y se lava con una salmuera al 5%.
Después de secar, se obtiene un polvo oscuro que tiene un
elevado poder tintóreo y gran solubilidad, y que tiñe la la-
na y las fibras poliamídicas en un baño neutro o débilmente
ácido en tono rojo brillante, con buena pureza. La solidez
a la luz y a la humedad son muy satisfactorias.

EJEMPLO 6

20
25
La metalización descrita en el Ejemplo 5 transcurre
del mismo modo satisfactorio y el colorante obtenido tiene
tan buenas características como cuando, en lugar de etileno-
glicol, se emplea su monoetiléter (40 ml.), manteniendo las
otras condiciones descritas en el Ejemplo 5 sin modificar.

EJEMPLO 7

30
Se cargan 44,9 gr. del monoazoico secado 100 por cien
(peso molecular 449,8), obtenido por copulación en medio al-
calino del diazo del ácido 2-amino-benceno-4-N-metilsulfami-
docarboxílico sobre 1-(metaclorofenil)-3-metil-5-pirazolona



5 y separación sucesiva por acidificación, a 100° C., sobre
la mezcla constituida por 100 gr. de urea, 60 ml. de etile-
noglicol y 0,051 átomos-gramo de cromo (en forma de acetato
de cromo). Se calienta el conjunto a 135° C. y se mantiene
esta temperatura durante 2 horas para completar la metali-
zación. Se vierte la masa en 500 ml. de agua y 40 ml. de NaOH
de 36° Bé., se filtra y se precipita el colorante salifican-
do a 5 % y acidificando; se calienta a 74° C., se filtra y
se lava con salmuera al 2 %. Después de secar a 80° C., se
10 obtiene un polvo pardo que tiene alta concentración tintó-
rea y solubilidad, que tiñe de amarillo-verde la lana y las
fibras poliamídicas en un baño neutro o débilmente ácido. El
color es uniforme y posee buena solidez a la luz y a la hume-
dad.

EJEMPLO 8

15 Se obtienen análogos resultados favorables cuando, en
lugar de etilenoglicol según se ha indicado en el Ejemplo 7,
20 se emplean 60ml. del monoetiléter de etilenoglicol, manteniend-
do las demás condiciones descritas en el Ejemplo 7 sin modi-
ficar.

EJEMPLO 9

25 Se diazotan inversamente 22,25 gr. de 4-cloro-5-sulfa-
mido-2-aminofenol (peso molecular 222,5) y se copulan sobre
1-metaclorofenil-3-metil-5-pirazolona en medio alcalino. El
monoazoico así obtenido, separado por acidificación y secado,
30 se carga a 100° C. sobre una mezcla constituida por 100 gr.

288868



I de urea, 45 ml. de etilenoglicol y 0,051 átomos-gramo de cromo (en forma de acetato de cromo). Se calienta el conjunto a 130° C. y se mantiene constante esta temperatura durante 2 horas para completar la metalización.

5 Se enfría el conjunto a 100° C., se diluye con 100 ml. de salmuera saturada y se vierte en 500 ml. de agua y 50 ml. de NaOH de 36° Bé. La masa se filtra y el colorante se precipita por salificación a 10 % y añadiendo 40 gr. de NaHCO₃. Se calienta el conjunto a 68° C., se filtra a 50° C., y se
10 lava con una salmuera al 5%. Después de secar a 70° C., se obtiene un polvo oscuro rojo que tiene una elevada concentración tintórea y solidez, que tiñe la lana y las fibras poliamídicas en un tono rojo-azul de buena pureza, en baño neutro o débilmente ácido. La solidez a la luz y a la humedad son
15 muy buenas.

EJEMPLO 10

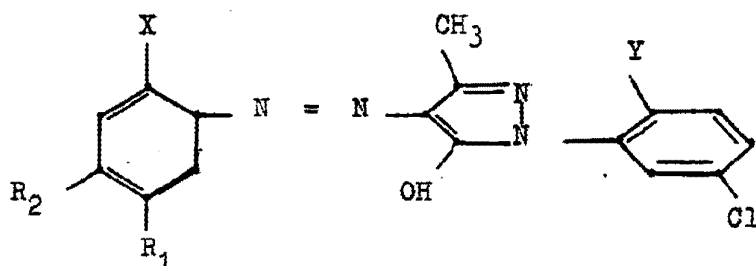
20 La metalización descrita en el Ejemplo 9 transcurre de modo igualmente satisfactorio y se obtienen colorantes con características tan buenas cuando, en lugar de etilenoglicol, se emplea su monoetiléter (45 ml.), mientras se mantienen inalteradas las restantes condiciones operatorias des-
25 critas en el Ejemplo 9.



NOTA 288868

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:

1.- Procedimiento para la preparación de un colorante metalizado, caracterizado por el hecho de que se trata un compuesto monoazoico de la fórmula general



(donde X es OH o -COOH, Y es H o Cl, R₁ y R₂ diferentes entre sí, representan H, Cl o SO₂NHR, siendo R un átomo de H o un radical alcohilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono) previamente secado, en fase anhidra, con una mezcla que contiene una sal de cromo, en una cantidad prácticamente estequiométrica, urea y un compuesto seleccionado del grupo constituido por etilenoglicol y el monoéter del etilenoglicol.

2.- Procedimiento para la preparación de un colorante metalizado de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el tratamiento de metalización se realiza a una temperatura comprendida entre 110 y 140° C.

3.- Un procedimiento para la preparación de un colorante metalizado de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que la masa fundida obtenida al final de la metalización se vierte en agua, eventualmente alcalinizada y después se separa el

288868

28 SEP



colorante acabado por acidificación y filtración.

4.- Procedimiento para la preparación de un colorante metalizado de acuerdo con las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado por el hecho de que la masa fundida obtenida al final de la metalización se diluye con agua, eventualmente alcalinizada, y después se separa el colorante acabado por acidificación y filtración.

5.- Procedimiento para la preparación de un colorante metalizado de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que la sal de cromo empleada para la metalización es el acetato de cromo.

6.- Procedimiento para la preparación de un colorante metalizado.

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

Esta Memoria consta de once hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

P. A.

28 SEP. 1963

Albano de Eizaburu
Por Poder