

3 JUL. 1963



289591

MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
CERTIFICADO D E ADICION
e n
E S P A Ñ A

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

" MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE PRINCIPAL " nº 284.907 solicitada el 7-2-63, por: "Un procedimiento para la preparación de un colorante complejo metalizado".

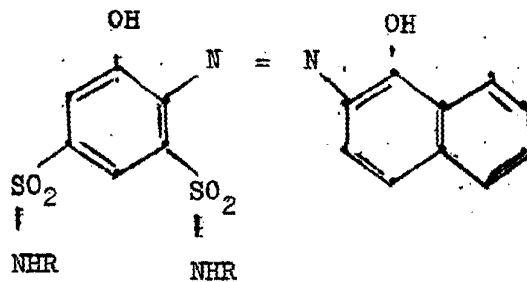
El presente invento, que es la primera patente de adición a la solicitud de patente principal española nº 284.907, que tiene por título "Un procedimiento para la preparación de un colorante complejo metalizado", se refiere a una nueva clase de colorantes metalizados, que tienen tono azul, particularmente adecuados para teñir materiales poliamídicos naturales y sintéticos. El presente invento se refiere además a un procedimiento para obtener dichos colorantes metalizados.

En la solicitud de patente principal se han reivindicado los colorantes metalizados que derivan de compuestos



azoicos del tipo.

5.



donde R es un radical alcoholo de bajo peso molecular.

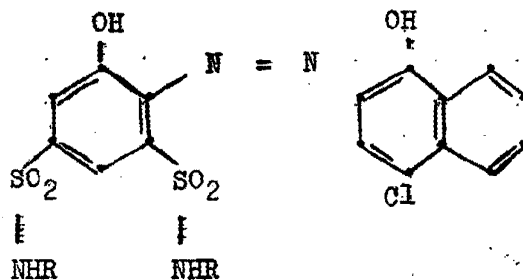
10

La solicitante ha encontrado ahora que, cuando se utiliza como agente de copulación un derivado de 1-naftol que tiene en la posición 4 un átomo de cloro, se obtienen colorantes monoazoicos que, por metalización, dan colorantes particularmente valiosos para teñir en baño neutro materiales poliamídicos naturales y sintéticos.

15

Por consiguiente un objeto del presente invento lo constituyen los colorantes metalizados que derivan del compuesto monoazoico comprendido en la fórmula general

20

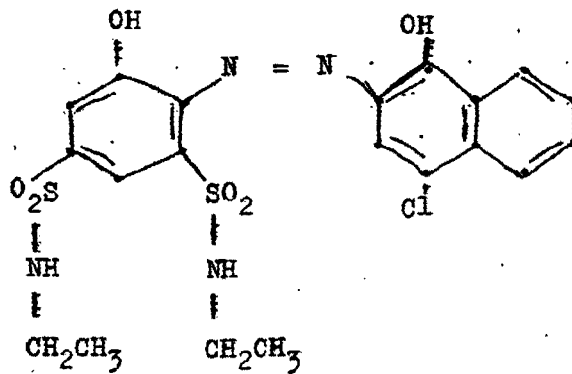


25

donde R es un radical alcoholo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono.

Particularmente, el complejo de cobalto (relación de Co: monoazoico 1:2) del monoazoico

289591



10 es un colorante que tñe con un tono rojizo azul brillante (azul marino) y que posee características extraordinarias de pureza, afinidad en baño neutro para fibras poliamídicas naturales y sintéticas y buenos efectos de reserva (rayón acetato y algodón). Las propiedades de solidez en húmedo son igualmente buenas y muy satisfactorias.

15 Otro objeto del presente invento es el procedimiento para obtener los colorantes arriba mencionados.

20 De acuerdo con dicho procedimiento, los compuestos monoazoicos (obtenidos por copulación del diazo de las bases disulfamídicas sobre el 1,4-cloro-naftol), previamente secados, se tratan, en fase anhidra, con una mezcla de compuestos orgánicos tal como urea-dimetilformamida, urea-etilenglicol y el agente metalizante deseado (por ejemplo una sal de cobalto, tal como su acetato o su sulfato, etc.), aproximadamente en una catidad estequiométrica.

25 La temperatura de reacción para la metalización se mantiene entre 100 y 140°C.

30 El tiempo de metalización es muy breve, generalmente entre 30 y 100 minutos. Al final de la metalización, la masa fundida se vierte en agua o se diluye con agua, con o sin adición de un álcali caústico, y el colorante acabado se separa y se seca de acuerdo con los métodos conocidos.



Aunque la metalización se realiza preferiblemente en fase anhidra, puede hacerse también en fase acuosa, en presencia de sal de cobalto o complejos de cobalto de hidroxiaácidos orgánicos, a una temperatura de 70-90°C, preferiblemente a 80°C, durante 2-3 horas, pero los resultados no son tan buenos como cuando se realiza la metalización en fase anhidra. En realidad, cuando se metaliza en fase acuosa, el colorante acabado tiene una menor solubilidad y su concentración es más baja.

Los siguientes ejemplos ilustrarán el presente invento pero sin limitarle.

EJEMPLO 1

Se diazotan indirectamente 32,5 gr. de 3.5-bis-N-etil-sulfamido-2-amino-fenol, a 0-5°C., vertiendo la solución de su sal sódica a la que se han añadido 6,9 gr. de NaNO₂, sobre ácido clorhídrico diluido. Se neutraliza el conjunto al rojo congo empleando una solución al 20% de carbonato sódico; se vierte la solución sobre una solución alcalina constituida por 18,7 gr. de 4-cloro-1-naftol (= 105% sobre el valor teórico). La temperatura se mantiene entre 0-5°C. (volumen aproximado, 1.500 ml.; pH, aproximadamente 9,5). Una vez terminada la copulación, se separa el monoazoico por filtración y se seca a 80°C.

El monoazoico secado se vierte a 100°C. sobre la mezcla constituida por 100 gr. de urea, 50 ml. de dimetilformamida y 0,05 gr. mol de acetato de cobalto. Se calienta el conjunto a 120°C. y se mantiene a esta temperatura durante 1,5 horas para completar la metalización. La masa fundida se vierte sobre 1.000 ml. de agua a la que se habían añadido previamente 50 ml. de NaOH de 36° Bé. El colorante se precipita de la solu-

289591



ción obtenida salificando a 10% y rebajando el valor del pH mediante adición de 45 gr. de bicarbonato sódico y luego se separa por filtración a 65°C.

5 Después de secar a 80°C., se obtiene un polvo azul oscuro, que tiñe las fibras poliamídicas naturales y sintéticas de color azul rojizo (azul marino) que tiene mejores características y solidez a la humedad y a la luz que las obtenidas cuando se emplea un colorante preparado en una fase no anhidra.

10

EJEMPLO 2

5 Se introduce 0,1 gr. mol. de monoazoico, preparado como se ha descrito en el Ejemplo 1, en forma de pasta, en un matraz de 3 bocas que contiene 1.000 ml. de agua y 50 ml. de hidróxido sódico. Se agita el conjunto hasta que se consigue di-
15 solución completa; se acidifica la solución hasta rojo congo neto añadiendo lentamente y gota a gota HCl de 21° Bé.; se agita la solución durante una hora y luego se calienta a 70°C; se añaden 0,05 gr. mol. de cloruro de cobalto (en una solución al
20 6 %); luego se añade gota a gota NaOH hasta que aparece un ligero cambio de color en presencia de fenolftaleína.

Se calienta la solución a 80-85° C. y se mantiene a esta temperatura durante unas 2 horas para completar la metalización. La masa se descarga sobre 1.000 ml. de agua fría, se
25 salifica al 10 % con NaCl, se filtra y se lava con una salmuera a concentración de 10 %. La torta que se separa se seca a 80 °C.

Se obtiene un polvo azul oscuro que tiñe la lana y las fibras poliamídicas en baño neutro o ligeramente ácido, con
30 mejores propiedades de solidez en general, particularmente me-

28959191



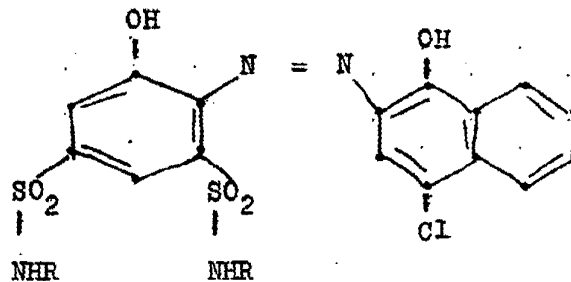
por solidez a la luz, que la que se obtiene con el colorante preparado en una fase no anhidra.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Italia, con fecha 6 de Julio de 1962, bajo el nº 13.450/62, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de certificado de Adición son los siguientes:

1.- Mejoras introducidas en el objeto de la Patente principal nº 284.907, o sea en un procedimiento para la preparación de colorante complejo metalizado de acuerdo con la fórmula



según las cuales el compuesto monoazoico, obtenido por copulaci3n del diazo de las bases sulfamídicas sobre el 1,4-cloro naftol, se seca y luego se trata con el agente metalizante de seado, preferiblemente en presencia de una mezcla constituida por urea y un compuesto seleccionado del grupo constituido por dimetilformamida y etilenoglicol.

2.- Mejoras de acuerdo con la reivindicaci3n 1, según

289591



las cuales se usa como agente metalizante una sal de cobalto en cantidad estequiométrica.

3.- Mejoras de acuerdo con la reivindicación 2, según las cuales se usa el cloruro de cobalto.

5 4.- Mejoras de acuerdo con la reivindicación 6, según las cuales se usa el acetado de cobalto.

5.- Mejoras de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 4, según las cuales la reacción de metalización se realiza en fase anhidra.

10 6.- Mejoras de acuerdo con la reivindicación 5, según las cuales la reacción de metalización se realiza a una temperatura comprendida entre 100 y 140°C.

15 7.- Mejoras de acuerdo con la reivindicación 1, según las cuales la reacción de metalización se realiza en fase acuosa.

8.- Mejoras de acuerdo con la reivindicación 7, según las cuales la reacción de metalización se realiza a una temperatura comprendida entre 70 y 90°C, preferiblemente a 80°C.

20 9.- Mejoras de acuerdo con las reivindicaciones 7 u 8, según las cuales la reacción de metalización se realiza empleando sales de cobalto o complejos de cobalto de hidroxidácidos orgánicos.

10.- MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE PRINCIPAL " nº 284.907.

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

289591



La presente Memoria consta de ocho hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

3 JUL 1963

~~Ministerio de Electricidad~~
~~Plaza de España~~
[Handwritten signature]

289591

PPR.