



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

(Case 1-10939/+A)

**PATENTE DE INVENCION**

10 ES	11 NUMERO	12 A 1
21	<b>466248</b>	
22	FECHA DE PRESENTACION	
	<b>23-1-78</b>	

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
<b>76632</b>	<b>24 Enero 1977</b>	<b>Luxemburgo</b>

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	52 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	<b>C09B/D06P</b>	

64 TITULO DE LA INVENCION

**"PROCEDIMIENTO PARA OBTENER COMPOSICIONES LIQUIDAS, CONCENTRADAS Y ESTABLES, DE COLORANTES COMPLEJOS DE METAL"**

71 SOLICITANTE (S)

**CIBA-GEIGY AG,**

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

**Basilea (Suiza)**

73 INVENTOR (ES)

**Heinz Abel, Dr. Paul Hugelshofer y Dr. Arthur Bühler,**

72 TITULAR (ES)

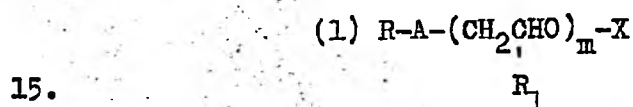
**Ciba-Geigy, AG,**

74 REPRESENTANTE

DESCRIPCIÓN

Objeto de este invento son preparaciones líquidas, concentradas y estables, de colorantes complejos metálicos, caracterizadas por contener

5. 1) colorantes complejos metálicos,
- 2) compuestos no iónicos de acción hidrotropa, uno a lo menos de los componentes 3) o 4), de los cuales
10. 3) es un producto de reacción de un ácido graso con 8 a 22 átomos de carbono y 1 a 2 moles de dietanolamina, mientras que
- 4) es un compuesto de la fórmula



en la que

20. R es un radical de hidrocarburo alifático con 8 a 22 átomos de carbono o un radical de hidrocarburo cicloalifático, aromático o alifáticoaromático con 10 a 22 átomos de carbono,

R<sub>1</sub> es hidrógeno o metilo,

A es -O- o  $-\overset{\text{O}}{\underset{\text{O}}{\text{C}}}-$ ,

5. X es el radical de ácido de un ácido inorgánico que contiene oxígeno, el radical de ácido de un ácido carboxílico polibásico o un radical carboxialquílico y

m es un número por valor de 1 a 50,

5) agua, un disolvente orgánico soluble en agua, con punto de ebullición de 80° C a lo menos, o una mezcla de una y otro y

10. 6) eventualmente, agentes de regulación usuales.

Objeto del invento son además un procedimiento para componer las preparaciones líquidas y el empleo de éstas para componer baños de fulardeo, baños tintóreos, pastas de estampar o soluciones para aspersión, que se utilizan de preferencia para teñir y 15. estampar materiales textiles y cuero. En el caso de los colorantes complejos metálicos se trata preferentemente de los que son difícilmente solubles en agua (solubilidad hasta 60 g/litro aproximadamente, 20. de preferencia hasta 30 g/litro aproximadamente) hasta insolubles.

En concepto de colorantes complejos metálicos entran en cuenta, por ejemplo, los complejos metálicos 1:1 o 1:2 de colorantes azoicos o azometí- 25. nicos o de ftalocianinas metalizadas, en particular ftalocianinas de cobre y de níquel. En el caso de los complejos metálicos 1:1 y 1:2 se trata preferen-

temente de complejos de níquel 1:1, complejos de cobre 1:1, complejos de cromo 1:1 o complejos, simétricos o asimétricos, de cobalto 1:2 o cromo 1:2, especialmente de colorantes o-carboxi-o'-hidroxi-,

5. o-hidroxi-o'-amínicos u o,o'-dihidroxi-azoicos del tipo bencen-azo-bencénico, naftalin-azo-naftalínico, bencen-azo-naftalínico, bencen-azo-pirazolónico, bencen-azo-piridónico o bencen-azo-acetoacetamídico, en los que estas agrupaciones pueden estar insubstituidas o también substituidas. Como substituyentes entran en cuenta, por ejemplo: carboxilo, ácido sulfónico, sulfonamida, eventualmente substituida, halógeno o nitro.

10.

En el caso de los colorantes puede tratarse

15. de colorantes monoazoicos, disazoicos o poliazoicos, los cuales pueden hallarse también en forma de sales de aminas, por ejemplo de rodamina B, isopropilamina, etc., o de alquilaminas metilramificadas, por ejemplo con 5 a 21 átomos de carbono ( $\int(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\int_{1-5}\text{CH}_2\text{NH}_2$ ).

20. Las ftalocianinas de cobre y de níquel utilizadas según este invento se derivan de las mezclas corrientes de diversos grados de sulfonación y contienen preferentemente 2 a 3 o también 4 grupos sulfatados de  $\beta$ - o  $\gamma$ -hidroxialquilamida de ácido sulfónico, pero

25. también pueden contener de paso algunos halógenos y algunos grupos sulfonamídicos y estos grupos sulfonamídicos pueden estar insubstituidos o substituidos en

el nitrógeno, por ejemplo por alquilo inferior, como metilo, etilo, propilo y butilo, o por grupos hidroxialquílicos inferiores, como 2-hidroxi-etilo, 2-hidroxi-propilo y 3-hidroxi-propilo.

5. Eventualmente, los colorantes pueden hallarse también en mezclas entre sí o en ocasiones con colorantes de otro tipo, por ejemplo con colorantes azoicos no metalizables.

10. Compuestos no iónicos de acción hidrotropa apropiados para componente 2) son, por ejemplo:

- los productos de reacción de peso molecular 2000 a 7000 aproximadamente, a base de

15. a<sub>1</sub>) alcoholes alifáticos monovalentes hasta hexavalentes con 1 a 6 átomos de carbono, monoalquil- o monoalquilol-monoaminas o polialquilenpoliaminas

y

20. a<sub>2</sub>) óxido de 1,2-propileno,
- los productos de reacción de óxidos de alquileo y un monoalcohol alifático, insoluble en agua, con 8 átomos de carbono a lo menos,
- los productos de reacción de óxidos de alquileo y aril- o alquil-fenoles,
25. - los productos de reacción de ácidos dicarboxílicos saturados, con 3 a 10 átomos de carbono, y óxido de 1,2-propileno o polipropilenglicoles,

- los productos de reacción de ácidos grasos con 10 a 18 átomos de carbono y óxido de 1,2-propileno o polipropilenglicoles,
  - los productos de reacción de ácidos grasos con 10 a 18 átomos de carbono, alcoholes trivalentes hasta hexavalentes y óxido de 1,2-propileno o bien
  - los productos de reacción de ácidos grasos con 10 a 18 átomos de carbono, polialquilenpoliaminas y óxido de 1,2-propileno.
- 5.
- 10.

Los productos de reacción de  $a_1$ ) y  $a_2$ ) pueden presentar pesos moleculares de 2000 a 6000 especialmente, y preferentemente de 2000 a 4000 aproximadamente. Estos productos de reacción se obtienen normalmente por adición de unos 30 a 120 moles de óxido de 1,2-propileno a 1 mol de un alcohol alifático monovalente hasta hexavalente con 1 a 6 átomos de carbono, de una monoalquil- o monoalquilol-monoamina o de una polialquilenpoliamina.

15.

Como ejemplos de alcoholes monovalentes hasta hexavalentes cabe señalar, por ejemplo, el alcohol metílico, el alcohol etílico, el alcohol propílico o el alcohol butílico, el etilenglicol, el di- y el tri-etilenglicol, el propilenglicol, el di-propilenglicol, el propan-1,3-diol, el butan-1,2-, -1,3-, -1,4- y -2,3-diol, la glicerina, el trimetilol-etano y -propano, el hexan-1,2,5- y -1,2,6-triol,

20.

25.

el 3-hidroximetilpentan-2,4-diol, la eritrita, la pentaeritrita, la dipentaeritrita, la mannita o la sorbita.

5. Se prefieren los alcoholes divalentes hasta hexavalentes con 2 a 6 átomos de carbono, como el etilenglicol, el propilenglicol, la glicerina, la pentaeritrita, la sorbita, el trimetilol-etano y el trimetilolpropano, y de ellos se prefiere especialmente el propilenglicol.

10. Las monoalquilaminas pueden contener de 1 a 18, especialmente de 1 a 6 y preferentemente de 2 a 4 átomos de carbono y son, por ejemplo, la etil-, propil-, octil-, decil-, dodecil-, hexadecil- u octadecil-amina.

15. En el caso de las monoalquilolaminas se trata normalmente de las de 1 a 6, y preferentemente 2 a 4, átomos de carbono, como por ejemplo la etanol-, propanol-, isopropanol- o butanol-amina.

20. Las polialquilenpoliaminas corresponden preferentemente a la fórmula



en la que

25.  $r$  es igual a 0 o un número por valor de 1 a 3.

Los compuestos del componente 2) son en gran parte productos comerciales conocidos. En detalle

- cabe mencionar los productos de adición de óxido de 1,2-propileno a los alcoholes, monoaminas y poliaminas siguientes (se indica entre paréntesis el peso molecular medio preferido):
5. etilenglicol (2000), propilenglicol (2000) y (2700), glicerina (3000), (3100) y (4000), trimetilolpropano (2500), (3200), (4000) y (6300), etilendiamina (3600), monoisopropilamina (2300) y asimismo trimetilolpropano-óxido de 1,2-propileno-óxido de etileno (3700).
  10. Igualmente son aptos como componente 2) los productos de reacción de óxido de alquileo de monoalcoholes alifáticos insolubles en agua con 8 átomos de carbono por lo menos, como los productos de reacción de 1,2-óxido de propileno, por ejemplo los que contienen adicionados de 1 a 30 moles de óxido de 1,2-propileno, pero en particular los productos de reacción de óxido de etileno de estos alcoholes.
  15. Los alcoholes pueden contener preferentemente de 8 a 18 átomos de carbono, pueden estar saturados o insaturados, pueden ser ramificados o lineales y pueden utilizarse solos o en mezcla.
  20. Pueden emplearse alcoholes naturales, como el alcohol miristílico, el alcohol cetílico, el alcohol estearílico o el alcohol oleílico, o bien alcoholes sintéticos, como en particular el 2-etil-
  - 25.

hexanol y asimismo el trietilhexanol, el alcohol trimetilnonílico o los alfoles (nombre comercial de la Continental Oil Company). En el caso de los alfoles se trata de alcoholes primarios lineales.

5. Los números que siguen al nombre indican el número medio de carbonos del alcohol; así, por ejemplo, alfol (1218) es una mezcla de alcohol decílico, dodecílico, tetradecílico, hexadecílico y octadecílico. Otros representantes son alfol (810), (12), (16) y (18).

10. Los productos de reacción de óxido de etileno preferidos pueden representarse, por ejemplo, mediante la fórmula

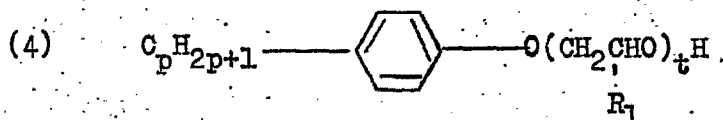


15. en la que  $R_3$  es un radical de hidrocarbano saturado o insaturado, de preferencia un radical alquílico, con 8 a 18 átomos de carbono y
20.  $s$  es un número por valor de 1 a 10.

Cuando  $s$  es un número por valor de 1 a 3, se trata normalmente de productos insolubles en agua, mientras que los productos de reacción con mayor número de unidades de óxido de etileno son solubles en agua.

Ejemplos de estos productos son los productos de reacción a base particularmente de 2-etilhexanol, así como de alcohol laurílico, tridecílico, hexadecílico y estearílico y óxido de etileno.

5. En calidad de componente 2) entran además en cuenta productos de reacción difícilmente solubles en agua a base de óxido de etileno y/o óxido de 1,2-propileno y alquilfenoles con 4 a 12 átomos de carbono en la porción alquímica. De preferencia estos
10. compuestos corresponden a la fórmula



en la que

15.  $\text{R}_1$  es hidrógeno o metilo,  
 $p$  es un número por valor de 4 a 12, preferentemente 8 a 9, y  
 $t$  es un número por valor de 1 a 60, en particular 1 a 30 y preferentemente 1 a 3.

20. En detalle cabe citar los productos de reacción de octil- y nonil-fenol siguientes: p-nonilfenol / 30 moles de óxido de propileno; p-octilfenol / 3 moles de óxido de etileno; p-nonilfenol / 60 moles de óxido de 1,2-propileno.

25. En calidad de aductos de arilfenol-óxido de alquílgeno entran en cuenta particularmente los aductos de o-fenilfenol-óxido de etileno. El número

de las unidades de óxido de etileno puede ser aproximadamente de 1 a 20, preferentemente de 2 a 10.

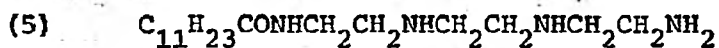
- Como componente 2) son asimismo aptos los productos de reacción de un ácido dicarboxílico saturado, con 3 a 10 y en particular 6 a 10 átomos de carbono, y óxido de 1,2-propileno o polipropilenglicoles. En calidad de ácidos dicarboxílicos entran en cuenta, por ejemplo, el ácido malónico, el succínico, el glutárico, el adípico, el pimélico, el su-  
bérico, el acelaico o el sebácico. Se prefieren el ácido adípico y el sebácico. El número de las unidades de óxido de 1,2-propileno en los productos de reacción puede ser aproximadamente de 2 a 40. Por último, es posible incluir también productos de reacción a base de ácidos grasos con 10 a 18 átomos de carbono y óxido de 1,2-propileno o polipropilenglicoles. Los ácidos grasos pueden ser saturados o insaturados, como por ejemplo el ácido cáprico, el láurico, el mirístico, el palmítico o el esteárico o el ácido decénico, el dodecénico, el tetradecénico, el hexadecénico, el oleico, el linólico, el linolénico o el ricinólico. El número de las unidades de óxido de 1,2-propileno en estos ésteres puede ser más o menos el mismo que en los productos de reacción que se han mencionado antes.

Otros productos de reacción que resultan apropiados como componente 2) se obtienen a partir de los ácidos grasos con 10 a 18 átomos de carbono

mencionados antes, alcoholes trivalentes hasta hexavalentes o polialquilenpoliaminas y óxido de 1,2-propileno.

5. Los alcoholes trivalentes hasta hexavalentes contienen de preferencia 3 a 6 átomos de carbono y son especialmente la glicerina, el trimetilolpropano, la pentaeritrita y la sorbita. Las polialquilenpoliaminas pueden representarse por la fórmula (2).

10. A título de ejemplos cabe mencionar el producto de reacción a base de laurilsorbita y óxido de 1,2-propileno (peso molecular, 2500) y el producto de reacción a base de la poliaminoamida de la fórmula



15. (ácido láurico / trietilentetramina) y óxido de 1,2-propileno (peso molecular, 2600).

20. Todos los compuestos y productos de reacción que se han indicado como componente 2) son conocidos, asequibles en parte en el comercio o sintetizables por métodos conocidos, familiares para el experto.

25. Los ácidos grasos aptos para la síntesis de los productos de reacción del componente 2), y eventualmente también los derivados de ácido graso, como por ejemplo los ésteres alquílicos de ácido graso, pueden ser saturados o insaturados y eventualmente

pueden estar substituídos. En detalle cabe citar los ácidos grasos siguientes: el ácido caprílico, el ácido cáprico, el ácido láurico, el ácido mirístico, el ácido palmítico, el ácido esteárico, el ácido aráguico, el ácido behénico, el ácido de grasa de coco de  $C_8-C_{18}$ , el ácido decénico, el ácido dodecénico, el ácido tetradecénico, el ácido hexadecénico, el ácido oleico, el ácido linólico, el ácido linoléxico, el ácido ricinólico, el ácido eicosénico, el ácido docosénico o el ácido clupanodónico.

Se pretieren los productos de reacción a base de ácido laúrico, ácido esteárico, ácido oleico y en particular ácido de grasa de coco y 1 a 2 moles, en particular 2 moles, de dietanolamina. Eventualmente pueden utilizarse también mezclas de los productos de reacción del componente 3).

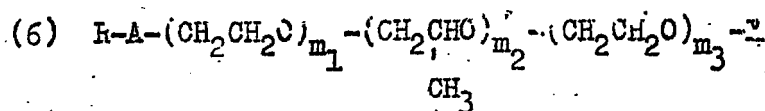
En el caso de los compuestos del componente 4) se trata de compuestos aniónicos. El radical R-A- en los compuestos de la fórmula (1) se deriva, por ejemplo, de alcoholes superiores, como el alcohol decílico, el laurílico, el tridecílico, el miristílico, el cetílico, el estearílico, el oleílico, el araquidílico o el behenílico; y asimismo de alcoholes alicíclicos, como el alcoholhidroabietílico; de ácidos grasos, como el ácido caprílico, el cáprico, el láurico, el mirístico, el palmítico, el esteárico, el aráguico, el behénico, el ácido de grasa de coco de  $C_8-C_{18}$ , el decénico, el dodecénico, el tetradecénico, el hexadecénico, el oleico, el linólico, el linoléxico, el eicosénico, el docosénico o el clupanodónico;

de alquilfenoles, como el butil-, hexil-, n-octil-, n-nonil-, p-terciocetil-, p-tercinonil, decil-, dodecil-, tetradecil- o hexadecil-fenol; o de arilfenoles, como los o- o p-fenilfenoles. Se prefieren los radicales con 10 a 18 átomos de carbono y en particular los que se derivan de alquilfenoles.

5. El radical de ácido X es normalmente el radical de ácido de un ácido mono- o di-carboxílico polibásico, especialmente de peso molecular bajo, como por ejemplo del ácido maleico, del malónico, del succínico o del sulfosuccínico; o un radical carboxialquílico, en particular un radical carboximetílico (derivado en especial del ácido cloroacético); y está unido por medio de un puente de éter o de éster con el radical  $R-A-(CH_2CHR_1O)_m-$ . Pero en particular X se deriva de ácidos polibásicos inorgánicos, como el ácido ortofosfórico y el ácido sulfúrico. El radical de ácido X se halla preferentemente en forma de sal, o sea, por ejemplo, como sal alcalinometálica, amónica o amínica. Ejemplos de tales sales son las de calcio, de sodio, de amonio, de trimetilamina, de etanolamina, de dietanolamina o de trietanolamina. En el caso de las unidades de óxido de alquileo  $-(CH_2CHR_1O)-$  en la fórmula (1), 10. se trata normalmente de unidades de óxido de etileno y de óxido de 1,2-propileno; estas últimas se hallan preferentemente en mezcla con unidades de óxido de etileno en los compuestos de la fórmula (1). 15. 20. 25.

La síntesis de estos compuestos se efectúa por métodos conocidos adicionando a dichos alcoholes, ácidos y alquifenoles óxido de etileno o, alternativamente y en cualquier orden de sucesión, óxido de etileno y óxido de 1,2-propileno, esterificando a continuación y convirtiendo eventualmente los ésteres en sus sales. Los compuestos del componente 4) son conocidos, por ejemplo, por la patente norteamericana 3.211.514. Se prefieren los compuestos de la fórmula

10. (1) que corresponden a las fórmulas



y en particular

15. (7)  $R-A-(CH_2CH_2O)_n-X$

donde

R, A y X tienen el mismo significado que se les ha atribuido antes,

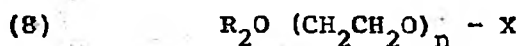
la suma de

20.  $m_1, m_2$  y  $m_3$  importa 2 a 20,

la relación de los grupos de óxido de etileno a los grupos de óxido de propileno en los compuestos de la fórmula (6) es de 1 : (1 a 2), preferentemente de 1 : 1, y

25. n es un número por valor de 1 a 9, preferentemente 1 a 5 o 1 a 4.

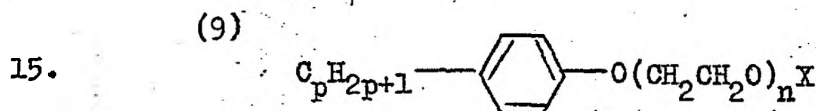
Tienen además interés especial los compuestos aniónicos de la fórmula



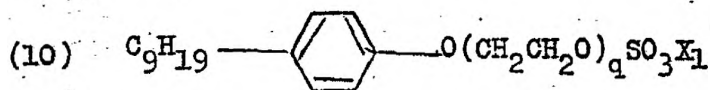
en la que

5.  $R_2$  es un radical de hidrocarburo saturado o insaturado, o fenilfenol o alquilfenilo con 4 a 12 átomos de carbono en la porción alifática y
10.  $X$  y  $n$  tienen el mismo significado que se les ha asignado antes.

De los compuestos que se derivan de aductos de alquilfenilo-óxido de etileno gozan además de especial preferencia los de las fórmulas



y



20. donde
- $p$  es un número por valor de 4 a 12,
- $q$  es un número por valor de 1 a 3,
- $X_1$  es  $H$ ,  $NH_4^+$  o un catión de metal alcalino
- y
25.  $X$  y  $n$  tienen el mismo significado que antes.

Se utiliza a lo menos un compuesto del componente 4), eventualmente una mezcla de los compuestos mencionados.

- Disolventes orgánicos solubles en agua, con punto de ebullición de 80° C por lo menos, que pueden emplearse solos o también en mezcla en concepto de componente 5) son, por ejemplo, los alcoholes polivalentes líquidos a la temperatura del ambiente, especialmente preferidos, o sus éteres y/o ésteres, como el etilenglicol, el propilenglicol, el di- y el trietilenglicol, la glicerina, el 2-metilpentandiol-2,4, el éter monometílico, monoetílico o monobutílico de etilenglicol, de propilenglicol o de dietilenglicol, el éter monobutílico de tricetilenglicol, el dipropilenglicol, el éter dietílico de glicerina-1,3, el acetato de éter monoetílico de dietilenglicol, el tioglicol, los polietilenglicoles y los poliésteres solubles en agua.
- 5.
- 10.
- 15.

- Disolventes preferidos son igualmente las cetonas y las hidroxicetonas, como la metiletiletetona, la acetilacetona, el alcohol diacetónico, monoalcoholes que presentan eventualmente grupos de éter, como el alcohol isopropílico, el 2-hidroximetiltetrahidropirano, el alcohol hidrofurfurílico, el glicerinoformal (5-oxi-1,3-dioxano), compuestos de fósforo, como los ésteres de ácido fosfórico y ácido fosfónico, por ejemplo el éter dimetílico de ácido metilfosfónico, y la N,N,N',N'-tetrametilurea.
- 20.
- 25.

Son aptos también los ácidos carboxílicos alifáticos de peso molecular bajo, como el ácido fórmico.

mico, el ácido acético, el ácido láctico, las carbonamidas alifáticas de peso molecular bajo, como la formamida, la N,N-dimetilformamida, la N,N-dimetilacetamida, la N,N-dimetilmetoxiacetamida, y las alcolnolaminas, como por ejemplo la etanolamina.

5.

Pueden emplearse además lactamas y lactonas, como la N-metilpirrolidona, la 1,5-dimetilpirrolidona, la  $\gamma$ -butirolactona, ésteres líquidos, como el lactato de etilo, el monoacetato de dietilenglicol y el butirato de etiloxilo; nitrilos, eventualmente provistos de grupos oxílicos, como el acetonitrilo y el  $\beta$ -hidroxipropionitrilo; compuestos sulfurosos como el sulfolano (= tetrametilensulfona), el sulfoleno (= 2,3- o 2,5-dihidrotiofen-S-dióxido) y sus derivados substituídos en posición  $\alpha$  y/o  $\beta$ , especialmente por grupos de alquilo o hidroxialquilo; el sulfóxido de dimetilo; amidas de ácido fosfórico como la triamida de ácido hexametilfosfórico y la bis-N,N-dimetilamida de ácido metilfosfónico; y asimismo heterociclos simples, como el tetrahidrofurano, la pirídina, el dioxano y el glicolformal (= 1,3-dioxolano).

10.

15.

20.

25.

Agentes reguladores usuales pueden ser, por ejemplo, sales inorgánicas, como el cloruro sódico, el sulfato sódico, el hidrosulfato sódico, el carbonato sódico o el mono-, di- y tri-fosfato sódico, lo mismo que el bencensulfonatosódico, los sulfonatos de lignina, los disulfonatos de dinaftilmetano o sus

derivados, el azúcar, la dextrina o la urea.

5. Las preparaciones líquidas concentradas a que se refiere este invento pueden contener como otros aditamentos más agentes auxiliares represores de la espuma, por ejemplo aceites de silicona, lo mismo que materias inhibidoras del desarrollo de los hongos y/o de las bacterias, además de ácidos o bases.

10. Estas preparaciones líquidas se componen mezclando los colorantes completos metálicos, que de preferencia son difícilmente solubles en agua hasta insolubles, con los componentes 2) y 3), 2) y 4) o 2), 3) y 4), por cualquier orden de sucesión, en agua, en un disolvente orgánico soluble en agua o en mezclas respectivas, eventualmente en presencia de agentes reguladores usuales y de otros aditamentos. Preferentemente se procede calentando la mezcla reaccional, con agitación, a la temperatura ambiente de 15 a 30° C o a temperaturas hasta 130° C (por ejemplo, a 20. temperaturas de 40 a 130° C, preferentemente de 40 a 80° C), según la naturaleza del disolvente empleado, y dejando enfriar a continuación hasta la temperatura del ambiente. En el caso de las preparaciones líquidas se trata normalmente de soluciones genuinas o coloidales.

25.

Las preparaciones líquidas que contienen disolventes orgánicos presentan más convenientemente la composición siguiente:

- 10 a 60 %, preferentemente 10 a 20 %, en peso, del componente 1),
- 5 a 25 %, preferentemente 5 a 20 %, en peso, del componente 2),
5. 4 a 20 %, preferentemente 5 a 20 %, en peso, del componente 3) y/o 4) y
- 20 a 80 %, preferentemente 30 a 70 %, en peso, del componente 5), el cual es un disolvente orgánico soluble en agua
10. (o una mezcla de disolventes de esta índole) con punto de ebullición de 80° C por lo menos o una mezcla de agua y estos disolventes.

- La relación ponderal del componente 2) respecto al componente 3) o 4) o respecto a ambos componentes puede ser preferentemente de 2:1 a 1:3 más o menos, mientras que la relación de los componentes 3) y 4) entre sí — siempre que se incluyan juntos — puede ser de 4:1 a 1:2 y preferentemente de 2:1 a 1:1.
- 15.
- 20.

Una preparación líquida de colorante a la que se da preferencia contiene, por ejemplo:

- 20 partes del colorante C.I. Acid Yellow 118,
- 6 partes del producto de adición de o-fenil-fenol y 8 moles de óxido de etileno,
25. 6 partes del producto de reacción de ácido de grasa de coco y 2 moles de dietanolamina (contiene 1,5 % de aceite de silicona emulsionado, como antiespumante),

24 partes de éter monoetílico de etilenglicol,  
32 partes de dietilenglicol y  
12 partes de agua.

5. Los porcentajes se refieren al total de la preparación y la suma de los ingredientes debe importar el 100 %.

10. Estas preparaciones tienen buena estabilidad en almacenamiento, es decir, se mantienen en estado apto para el uso durante algunos meses por lo menos, a temperaturas de -20 a +60° C, preferentemente de -10 a +40° C. Para componer baños de fulardeo, baños tintóreos, pastas de estampar y soluciones para aspersion se pueden diluir estas preparaciones tanto con agua como con disolventes orgánicos sin que el colorante difícilmente soluble en agua hasta insoluble se precipite y sin que se produzcan otras deshomogeneidades. Con dichos baños de fulardeo, baños tintóreos, pastas de estampar y soluciones para aspersion pueden teñirse o estamparse de manera conocida materiales textiles, por ejemplo, de fibra natural o sintética o bien cuero.

15.

20.

25. Muy apropiadas son las preparaciones líquidas de colorante, concentradas y estables, a que se refiere este invento para teñir por aspersion el cuero, por cuanto son miscibles tanto con el agua (por ejemplo, 1 parte de solución concentrada de colorante - 4 a 9 partes de agua) como con los di-

- solventes orgánicos, por ejemplo glicoles eterificados y nitrolacas (por ejemplo, constituidas por 15 % de nitrocelulosa, 10 % de resina sintética, 5 % de plastificante, 20 % de disolvente de punto de ebullición bajo — metanol, acetona —, 45 % de disolvente de punto de ebullición mediano — benceno — y 5 % de disolvente de punto de ebullición alto — glicoles —; Römpp's Chemie Lexikon, 7<sup>a</sup> edición, 1974) sin que se presente cambio en el estado de distribución (de la solución) del colorante.
- 5.
- 10.

- Estas mezclas deben permanecer como se ha dicho varios meses, pero particularmente un período de unos 3 a 14 días, estables, o sea sin mostrar, por ejemplo, ninguna precipitación, cristalización o aglomeración del colorante. Tampoco deben formar las mezclas durante este tiempo ningún sistema polifásico. La homogeneidad de tales mezclas debe mantenerse perfecta durante dicho espacio de tiempo. Una precipitación del colorante en la mezcla resultaría muy perjudicial en la aplicación (por ejemplo, en la aplicación por rociadura), lo que se manifiesta, por ejemplo, en el atascamiento de las boquillas aspersoras o en el bronceado del colorante sobre la superficie del cuero.
- 15.
- 20.

- 25.
- Siempre que las preparaciones líquidas conformes a este invento carezcan de disolventes orgánicos, resultan apropiadas normalmente tan sólo

para componer baños de fulardeo acuosos, baños tintóreos acuosos y pastas de estampar acuosas; pero pueden utilizarse también para componer baños tintóreos orgánicos o pastas de estampar orgánicas. Su constitución puede indicarse preferentemente así:

5.

10 a 30 %, de preferencia 10 a 20 %, en peso, del componente 1),

10 a 70 %, preferentemente 20 a 70 % o 10 50 %, en peso, del componente 2),

10.

5 a 50 %, preferentemente 10 a 50 % y en especial 5 a 25 %, en peso, del componente 3) y/o 4) y

5 % en peso, a lo menos, de agua,

refiriéndose los porcentajes en peso al total de la preparación y debiendo importar 100 % la suma de los ingredientes.

15.

También estas preparaciones acuosas concentradas son muy estables y se pueden diluir con agua como se quiera para componer, por ejemplo, baños tintóreos y baños de fulardeo.

20.

En los ejemplos que siguen, las partes son partes en peso y los porcentajes son porcentajes en peso. A continuación se exponen en primer término productos de reacción que son apropiados para los componentes 2), 3) y 4)..

25.

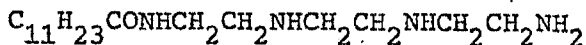
Componente 2):

- B<sub>1</sub> Producto de reacción de etilenglicol-óxido de  
1,2-propileno  
Peso molecular 2000
5. B<sub>2</sub> Producto de reacción de propilenglicol-óxido de  
1,2-propileno  
Peso molecular 2000
- B<sub>3</sub> Producto de reacción de propilenglicol-óxido de  
1,2-propileno  
10. B<sub>3</sub> Peso molecular 2700
- B<sub>4</sub> Producto de reacción de glicerina-óxido de  
1,2-propileno  
Peso molecular 3000
15. B<sub>5</sub> Producto de reacción de glicerina-óxido de  
1,2-propileno  
Peso molecular 3100
- B<sub>6</sub> Producto de reacción de glicerina-óxido de  
1,2-propileno  
Peso molecular 4000
20. B<sub>7</sub> Producto de reacción de trimetilolpropano-óxido  
de 1,2-propileno  
Peso molecular 2500.
- B<sub>8</sub> Producto de reacción de trimetilolpropano-óxido  
de 1,2-propileno  
25. B<sub>8</sub> Peso molecular 3200
- B<sub>9</sub> Producto de reacción de trimetilolpropano-óxido  
de 1,2-propileno  
Peso molecular 4000

5. B<sub>10</sub> Producto de reacción de trimetilolpropano-óxido de 1,2-propileno  
Peso molecular 6300
- B<sub>11</sub> Producto de reacción de etilendiamina-óxido de 1,2-propileno  
Peso molecular 3600
10. B<sub>12</sub> Producto de reacción de monoisopropanolamina-  
-óxido de 1,2-propileno  
Peso molecular 2300
- B<sub>13</sub> Producto de reacción de metanol (o 1-metoxi-2-  
-propanol)-óxido de 1,2-propileno  
Peso molecular 2750
15. B<sub>14</sub> Producto de reacción de butanol-óxido de 1,2-pro-  
pileno  
Peso molecular 3000
- B<sub>15</sub> Producto de reacción de sorbita-óxido de 1,2-pro-  
pileno  
Peso molecular 2650
20. B<sub>16</sub> Producto de reacción de pentaeritrita-óxido de  
1,2-propileno  
Peso molecular 3000
- B<sub>17</sub> Producto de reacción de metiletanolamina-óxido  
de 1,2-propileno  
Peso molecular 3000
25. B<sub>18</sub> Producto de reacción de hexilamina-óxido de  
1,2-propileno  
Peso molecular 3000

- B<sub>19</sub> Producto de reacción de trietanolamina-óxido de 1,2-propileno  
Peso molecular 3650
5. B<sub>20</sub> Producto de reacción de trietilentetramina-óxido de 1,2-propileno  
Peso molecular 3050
- B<sub>21</sub> Producto de reacción de dipropilentriamina-óxido de 1,2-propileno  
Peso molecular 3500
10. B<sub>22</sub> Producto de adición de 30 moles de óxido de propileno y 1 mol de nonilfenol
- B<sub>23</sub> Producto de reacción de 3 moles de óxido de etileno y 1 mol de nonilfenol
- B<sub>24</sub> Producto de reacción de 2 moles de óxido de etileno y 1 mol de nonilfenol
15. B<sub>25</sub> Producto de reacción de 1 mol de óxido de etileno y 1 mol de 2-etilhexanol
- B<sub>26</sub> Producto de reacción de 3 moles de óxido de etileno y 1 mol de alcohol estearílico
20. B<sub>27</sub> Producto de reacción de 1 mol de óxido de etileno y 1 mol de b utilfenol
- B<sub>28</sub> Producto de reacción de 10 moles de óxido de propileno y 1 mol de dodecilfenol
- B<sub>29</sub> Producto de reacción de 5 moles de óxido de etileno y 1 mol de 2-etilhexanol
25. B<sub>30</sub> Producto de reacción de 8 moles de óxido de etileno y 1 mol de o-fenilfenol

- B<sub>31</sub> Producto de reacción de 3 moles de óxido de etileno y 1 mol de alcohol tridecílico
- B<sub>32</sub> Producto de reacción de 3 moles de óxido de etileno y 1 mol de alcohol hexadecílico
5. B<sub>33</sub> Producto de reacción de 2 moles de óxido de etileno y 1 mol de alcohol laurílico
- B<sub>34</sub> Producto de reacción de 10 moles de óxido de etileno y 1 mol de 2-etilhexanol
10. B<sub>35</sub> Producto de reacción de óxido de 1,2-propileno y 1 mol de alcohol olefílico (de peso molecular 2000)
- B<sub>36</sub> Producto de reacción de 60 moles de óxido de 1,2-propileno y 1 mol de p-nonilfenol (de peso molecular 3700)
15. B<sub>37</sub> Producto de reacción de 1 mol de polipropilenglicol (de peso molecular 2000) y 1 mol de ácido oleico
- B<sub>38</sub> Producto de reacción de 2 moles de polipropilenglicol (de peso molecular 1000) y 1 mol de ácido adípico
20. B<sub>39</sub> Producto de reacción de óxido de 1,2-propileno y 1 mol de éster laurilsorbitánico (de peso molecular 2500)
- B<sub>40</sub> Producto de reacción de óxido de propileno y 1 mol de una poliaminoamida de la fórmula
- 25.



(de peso molecular 2600)

- B<sub>41</sub> Producto de reacción de 1 mol de tributilfenol y 5 moles de óxido de etileno
- B<sub>42</sub> Producto de reacción de 1 mol de nonilfenol y 6 moles de óxido de etileno
5. B<sub>43</sub> Producto de reacción de 1 mol de octilfenol y 4 moles de óxido de etileno

Componente 3):

- C<sub>1</sub> Producto de reacción de ácido de grasa de coco y 2 moles de dietanolamina
10. C<sub>2</sub> Producto de reacción de ácido esteárico y 2 moles de dietanolamina
- C<sub>3</sub> Producto de reacción de ácido oleico y 2 moles de dietanolamina
- C<sub>4</sub> Producto de reacción de éster metílico de ácido láurico y 1 a 2 moles de dietanolamina
- 15.

Compuestos aniónicos (Componente 4):

- D<sub>1</sub> Sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del producto de adición de 2 moles de óxido de etileno y 1 mol de p-tercinonilfenol
- 20.. D<sub>2</sub> Sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del producto de adición de 3 moles de óxido de etileno y 1 mol de alcohol tridecílico
- D<sub>3</sub> Sal sódica del éster ácido de ácido maleico del producto de adición de 2 moles de óxido de etileno y 1 mol de p-nonilfenol
- 25.

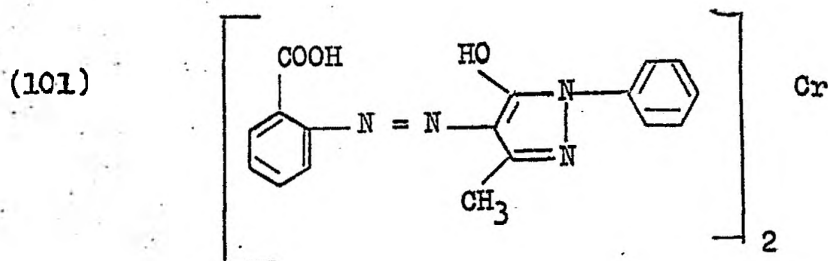
- D<sub>4</sub> Sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del producto de adición de 3 moles de óxido de etileno y 1 mol de p-butilfenol
5. D<sub>5</sub> Sal amónica del éster ácido de ácido fosfórico del producto de adición de 2 moles de óxido de etileno y 1 mol de p-nonilfenol
- D<sub>6</sub> Sal sódica del éster carboximetílico del producto de adición de 4 moles de óxido de etileno y 1 mol de p-octilfenol
10. D<sub>7</sub> Sal sódica del éster de ácido di-sulfosuccínico del producto de adición de 4 moles de óxido de etileno y 1 mol de p-octilfenol
- D<sub>8</sub> Sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico de ácido de grasa de coco-diglicol
15. D<sub>9</sub> Sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del producto de adición de 1 mol de óxido de etileno y 1 mol de alcohol estearílico
- D<sub>10</sub> Sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del producto de adición de 9 moles de óxido de etileno y 1 mol de p-nonilfenol
20. D<sub>11</sub> Sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del producto de adición de 6 moles de óxido de etileno y 1 mol de p-nonilfenol
- D<sub>12</sub> Sal sódica del monoéster de ácido sulfosuccínico del producto de adición de 2 moles de óxido de etileno y 1 mol de p-nonilfenol
- 25.

- D<sub>13</sub> Sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del producto de adición de 1 mol de óxido de propileno y 1 mol de óxido de etileno a 1 mol de nonilfenol
5. D<sub>14</sub> Sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del producto de adición de 10 moles de óxido de propileno y 10 moles de óxido de etileno a 1 mol de nonilfenol
10. D<sub>15</sub> Sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del producto de adición de 6 moles de óxido de etileno y 1 mol de dodecilfenol
- D<sub>16</sub> Sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del producto de adición de 6 moles de óxido de etileno y 1 mol de pentadecilfenol
15. D<sub>17</sub> Sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del producto de adición de 5 moles de óxido de etileno y 1 mol de tributilfenol
- D<sub>18</sub> Sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del producto de adición de 3 moles de óxido de etileno y 1 mol de alfol (2022)
20. D<sub>19</sub> Sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del producto de adición de 2 moles de óxido de etileno y 1 mol de alcohol hidroabietílico
25. D<sub>20</sub> Sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del producto de adición de 2 moles de óxido de etileno y 1 mol de octilfenol

- D<sub>21</sub> Sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del producto de adición de 50 moles de óxido de etileno y 1 mol de nonilfenol
5. D<sub>22</sub> Sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del producto de adición de 35 moles de óxido de etileno y 1 mol de nonilfenol
- D<sub>23</sub> Sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del producto de adición de 15 moles de óxido de propileno y 1 mol de nonilfenol
10. D<sub>24</sub> Sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del producto de adición de 8 moles de óxido de etileno y 1 mol de o-fenilfenol
- D<sub>25</sub> Sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del producto de adición de 1 mol de óxido de etileno y 1 mol de 2-etilhexanol
15. D<sub>26</sub> Sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del producto de adición de 2 moles de óxido de etileno a 1 mol de ácido de grasa de coco
- D<sub>27</sub> Sal amónica del éster ácido de ácido sulfúrico del producto de adición de 2 moles de óxido de propileno a 1 mol de ácido de grasa de coco.
- 20.

Ejemplo 1

Se depositan 20 partes del colorante de la fórmula



5. en forma de género seco y, agitando, se añaden 24 partes de éter monoetílico de etilenglicol, 32 partes de dietilenglicol, 6 partes del producto de adición B<sub>30</sub>, 6 partes del producto de reacción C<sub>1</sub> (que contiene 1,5 % de aceite de silicona emulsionado, como antiespumante) y 12 partes de agua. Se calienta la mezcla hasta 50 - 60° C y se la agita durante 2 horas a esta temperatura. Después de excluir la calefacción, se deja enfriar la mezcla en agitación. La solución resultante no contiene porciones indisueltas. Se
- 10.
15. obtienen 98,5 partes de una solución de colorante que en la prueba de almacenamiento (almacenamiento a temperaturas de -20° C hasta +60° C) se revela muy estable.
20. La solución de colorante así obtenida es también muy estable en mezclas con agua, con disolventes orgánicos y con mezclas de agua y disolventes; el colorante no se precipita. Se ensayaron las mezclas siguientes:
25. a) 1 parte de solución de colorante y 4 a 9 partes de agua
- b) 1 parte de solución de colorante, 2 partes de éter monoetílico de etilenglicol y 2 partes de isopropanol

c) 5 partes de solución de colorante y 95 partes de nitrolaca

d) 5 partes de solución de colorante, 20 partes de agua y 75 partes de nitroemulsión.

5. En ninguna de estas mezclas se precipitó el colorante.

Estas mezclas son aptas para teñir el cuero, por ejemplo. De las soluciones de colorante sin los productos de condensación que se han mencionado el colorante se precipita sin embargo al cabo de breve tiempo, cuando se añade agua.

En lugar del colorante bruto seco, pueden utilizarse también tortas de prensa del colorante bruto, húmedas, con 62,5 % a lo menos de materia seca.

15. Se consiguen asimismo preparaciones estables de colorante si se mezclan los componentes siguientes:

- 1) 18 partes del colorante de la fórmula (101),  
32 partes de dietilenglicol,  
21 partes de D<sub>1</sub> (al 40 %, acuoso),  
21 partes de B<sub>30</sub>,  
8 partes de agua

20. y una pequeña cantidad (menos del 0,05 %) de aceite de silicona emulsionado (antiespumante)

25.

- 2) 18 partes del colorante de la fórmula (101),  
24 partes de éter monoetílico de etilenglicol,

- 33 partes de dietilenglicol,  
10,5 partes de D<sub>1</sub> (al 40 %, acuoso),  
10,5 partes de B<sub>30</sub>,  
4 partes de agua y  
5. una pequeña cantidad (menos del 0,05 %) de aceite de silicona emulsionado (anti-espumante).

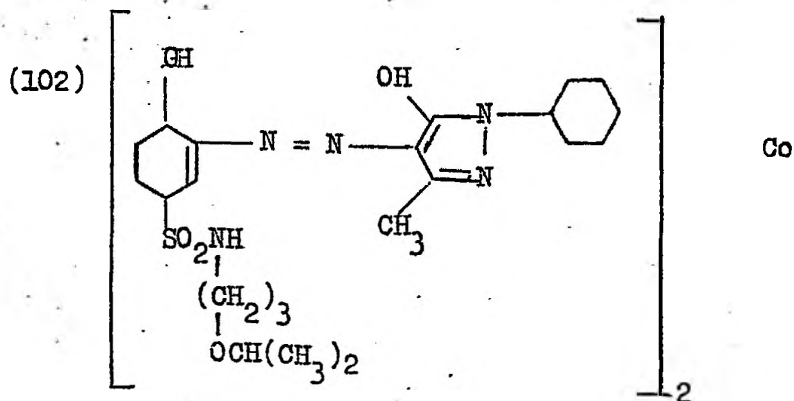
En lugar de B<sub>30</sub> y D<sub>1</sub> puede utilizarse también uno de los demás componentes B y D.

10.

Ejemplo 2

- A temperatura de 50 a 60° C se introducen en una mezcla de 32 partes de éter monoetílico de etilenglicol, 16 partes de dietilenglicol, 16 partes del producto de adición B<sub>30</sub> y 16 partes del producto de reacción C<sub>1</sub> (que contiene 1,8 % de aceite de silicona emulsionado, como antiespumante, y 2,1 % de ácido acético) 20 partes de sal de rodamina B del colorante de la fórmula
- 15.

20.



25.

y se agita durante 2 horas a dicha temperatura. Se excluye luego la calefacción y se agita por 3 horas más. La solución resultante (98,5 partes) no contiene porciones indisueltas. Es flúida y muy homogénea.

5.

Si se diluye con agua esta solución (4 a 9 partes de agua por 1 parte de solución de colorante), se origina una solución límpida, que aun después de 20 días de almacenamiento a la temperatura del ambiente no contiene nada de colorante precipitado.

10.

Es asimismo muy estable esta solución de colorante si se la mezcla de la manera siguiente:

a) 1 parte de solución de colorante, 2 partes de éter monoetílico de etilenglicol y 2 partes de agua

15.

b) 1 parte de solución de colorante, 2 partes de éter monoetílico de etilenglicol y 2 partes de isopropanol

c) 5 partes de solución de colorante y 95 partes de nitrolaca.

20.

### Ejemplo 3

Si en el Ejemplo 2 se incluyen 32 partes de tetrametilurea en vez de 32 partes de éter monoetílico de etilenglicol, se obtiene una solución del colorante con propiedades muy semejantes.

25.

En todas las mezclas citadas en el Ejemplo 2 la solución de colorante es muy estable; suplementariamente es también muy estable en una nitroemulsión, por ejemplo en la mezcla siguiente:

5.           5 partes de solución de colorante,  
          20 partes de agua y  
          75 partes de nitroemulsión (la "nitroemulsión"  
          es una mezcla de nitrolaca, emulgente y agua).

Ejemplo 4

10.           En una tina de aspadera de 4000 litros de capacidad se humectan a 50° C 100 kg de tejido de sarga de lana. Se añaden luego al baño 4000 g de sulfato amónico y 1000 g de la preparación referida en el Ejemplo 3. Se calienta el baño en 40 minutos hasta la temperatura de ebullición y se tiñe durante una hora a dicha temperatura. A continuación se enjuaga el tejido, se le escurre y se le seca.
- 15.

Resulta una tintura roja sólida e igual del tejido de lana.

20.           Se obtiene asimismo una tintura igual y al mismo tiempo buen rendimiento del color con la preparación siguiente de colorante:

- 20 partes del colorante de la fórmula (102),  
          32 partes de tetrametilurea,  
25.           16 partes de dietilenglicol,  
          8 partes de B<sub>30</sub>'

8 partes de C<sub>1</sub> (contiene 1,8 % de aceite de  
silicona emulsionado y 2,1 % de  
ácido acético) y  
16 partes de agua.

5.                    Ejemplo 5 (Ejemplo de comparación)

Si se introducen a temperatura de 50 a  
60° C en una mezcla de 53,3 partes de éter monoetil-  
lico de etilenglicol y 26,7 partes de dietilenglicol  
20 partes del colorante empleado en el Ejemplo 2, se  
10.                    agita durante 2 1/2 horas a dicha temperatura y a  
continuación se agita durante 2 horas más sin cale-  
facción, se deja reposar por 12 horas y luego se  
agita todavía 1 hora a la temperatura del ambiente,  
se comprueba, al pasar la solución por un tamiz DIN  
15.                    80 (de 75 µm de luz de mallas), alrededor de 5 %  
(respecto al peso de la solución) de residuo cris-  
talino en el tamiz. En el transcurso de pocos días  
puede observarse en la solución tamizada un desarrollo  
claro de cristales de colorante. Si se procede con  
20.                    esta solución a la prueba de dilución (1 parte de  
solución de colorante por 4 partes de agua), se  
origina inmediatamente una precipitación de colorante  
intensa y de copos groseros.

25.                    Este ejemplo demuestra que en ausencia  
de los componentes 2) y 3) no se puede componer ni  
siquiera una solución al 20 % de este colorante en

- los disolventes empleados que sea estable. La solución es además inestable cuando se la diluye con agua. Si se emplea tetrametilurea en vez de éter monoetílico de etilenglicol como disolvente, se
5. obtiene una solución estable de colorante, pero de la cual el colorante se precipita prácticamente por completo cuando se la diluye con agua.

Ejemplo 6

10. Se mezclan entre sí a la temperatura del ambiente, con agitación, 20 partes de cuproftalocianintetraisopropoxilsulfamida y 80 partes de una mezcla de 80 partes de B<sub>29</sub> y 20 partes de D<sub>1</sub> (al 40 %, acuoso). Se origina una preparación de colorante
15. líquida y concentrada, estable y homogénea.
20. En un aparato de laboratorio para teñir se tiñen cada vez 100 g de un tejido de lana, de seda natural, de material de fibra de poliamida y de material de fibra de poliacrilonitrilo, procediendo así: Se introduce el tejido, puesto sobre un portamaterial, en un baño calentado a 60° C que contiene 3000 g de agua, 3 g de ácido acético y 10 g de la preparación de colorante. Se calienta luego el baño en 30 minutos hasta la temperatura de ebullición y
25. se le deja durante 1 hora a esta temperatura. Después del enfriamiento del baño, se retiran de éste los tejidos, se los enjuaga y se los seca.

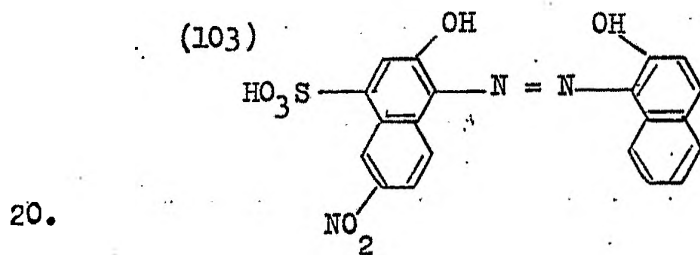
Se obtienen tinturas iguales de color turquí en los tejidos utilizados. Si estos tejidos se tiñen con el mismo colorante pero sin la mezcla de agentes auxiliares que se ha indicado antes, los tejidos aparecen solamente manchados de motas y no se obtiene ninguna tintura aprovechable.

Con dicho colorante puede teñirse también con resultados igualmente buenos en presencia de la mezcla siguiente de agentes auxiliares:

10. 75 partes de B<sub>30</sub> y  
25 partes de D<sub>1</sub> (al 40 %, acuoso).

Ejemplo 7

Se mezclan entre sí a la temperatura del ambiente, con agitación, 20 partes del complejo de cromo 1:1 del colorante de la fórmula



y 80 partes de una mezcla de 25 partes de B<sub>30</sub>, 25 partes de C<sub>1</sub> y 50 partes de agua. Se obtiene una preparación de colorante concentrada y muy homogénea.

En un aparato de laboratorio para teñir se humectan 100 g de tejido de lana en 3000 g de agua de 50° C. Con movimiento constante del material, se

- añaden al baño 1,5 g de ácido sulfúrico y 20 g de la preparación de colorante, se lleva el baño en 45 minutos hasta la temperatura de ebullición y a continuación se le deja a esta temperatura por 30 minutos. Se vuelven a añadir al baño 2 g de ácido sulfúrico y se tiñe durante 30 minutos más a temperatura de ebullición. Después del enfriamiento del baño, se enjuaga el tejido como es corriente y a continuación se le seca. Resulta una tintura azul igualada del tejido de lana.
- 5.
- 10.

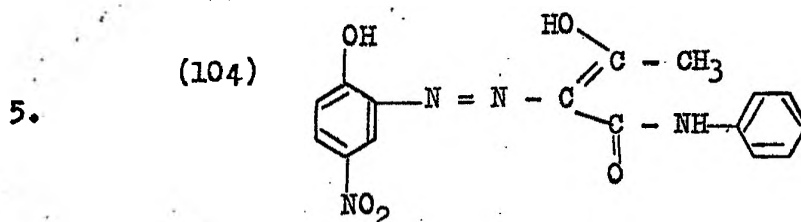
Si se tiñe sin dicha preparación de agentes auxiliares, resulta una tintura negroviolada que broncea fuertemente.

- Son igualmente aptas las mezclas siguientes de agentes auxiliares:
- 15.

- a) 42,67 partes de B<sub>30</sub>,  
42,67 partes de D<sub>1</sub> (al 40 %, acuoso),  
14,23 partes de agua y  
0,43 partes de aceite de silicona emulsionado  
(antiespumante)
- 20.
- b) 32 partes de B<sub>3</sub>,  
32 partes de D<sub>1</sub> (al 40 %, acuoso) y  
36 partes de agua
- c) 25 partes de B<sub>30</sub>
25. 50 partes de D<sub>21</sub> (al 50 %, acuoso) y  
25 partes de agua.

Ejemplo 8

Se depositan como género seco 18 partes del complejo de cobalto 1:2 del colorante de la fórmula

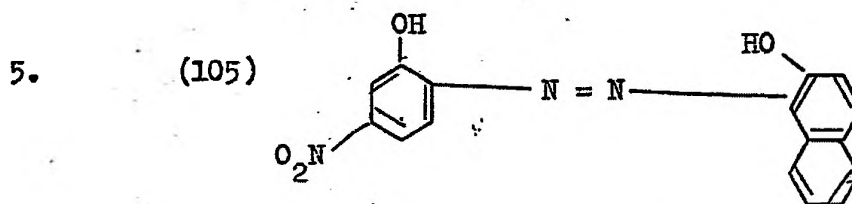


10. y se añaden con agitación 25 partes de tetrametilurea, 32 partes de dietilenglicol, 5 partes del producto de adición B<sub>29</sub>, 6,7 partes del producto de reacción C<sub>1</sub> (que contiene 1,5 % de aceite de silicona emulsionado, como antiespumante), 3,3 partes del producto de reacción C<sub>2</sub> y 20 partes de agua. Se calienta la mezcla hasta temperatura de 15. 60 a 70° C y se la mantiene a esta temperatura durante 2 horas, con agitación. A continuación se deja enfriar la mezcla hasta la temperatura del ambiente.

20. La solución resultante no contiene porciones indisueltas. Si se trata 1 parte de esta solución con 4 partes de agua, la solución se mantiene estable por varios días, sin que el colorante se precipite. Si se reemplazan los productos de reacción B<sub>29</sub>, C<sub>1</sub> y C<sub>2</sub> y el agua por tetrametilurea, el colorante se precipita ya al cabo de pocas horas 25. en la prueba de dilución con agua.

Ejemplo 9

Se depositan como género seco 13 partes de la sal isopropilamínica del complejo de cobalto 1:2 del colorante de la fórmula



10. y se añaden con agitación 15 partes de butirolactona, 15 partes de éter monoetílico de etilenglicol, 12 partes de dietilenglicol, 22,5 partes del producto de adición B<sub>29</sub>, 5 partes del producto de reacción C<sub>1</sub> y 17,5 partes de agua. Se calienta la mezcla hasta temperatura de 50 a 60° C y se la mantiene durante 15. 2 horas a esta temperatura con agitación; a continuación, sin más calentamiento (la solución se enfría prácticamente hasta la temperatura del ambiente), se agita por 3 horas todavía.

20. Se obtiene una solución homogénea, que no contiene ninguna porción de colorante sin disolver.

Si se diluye 1 parte de esta solución con 4 partes de agua, tampoco se precipita de la solución nada de colorante aun al cabo de algunos días.

25. Si en la solución que se ha descrito se reemplazan el B<sub>29</sub>, el C<sub>1</sub> y el agua por butirolactona, en la prueba de dilución con agua el colorante se

precipita al cabo de breve tiempo. Se obtienen también soluciones estables de propiedades igualmente buenas si se utiliza el producto de reacción B<sub>30</sub> en lugar del B<sub>29</sub>.

5.

Ejemplo 10

Se depositan en forma de género seco 13 partes del colorante de la fórmula (105), se mezcla con 20 partes de butirolactona, 15 partes de éter monoetílico de etilenglicol, 12 partes de dietilenglicol, 15 partes de B<sub>29</sub>, 5 partes de C<sub>1</sub>, 7 partes de D<sub>1</sub> y 13 partes de agua y luego se trata tal como se ha descrito en el Ejemplo 9.

10.

La solución así preparada no contiene porciones indisueltas y es homogénea.

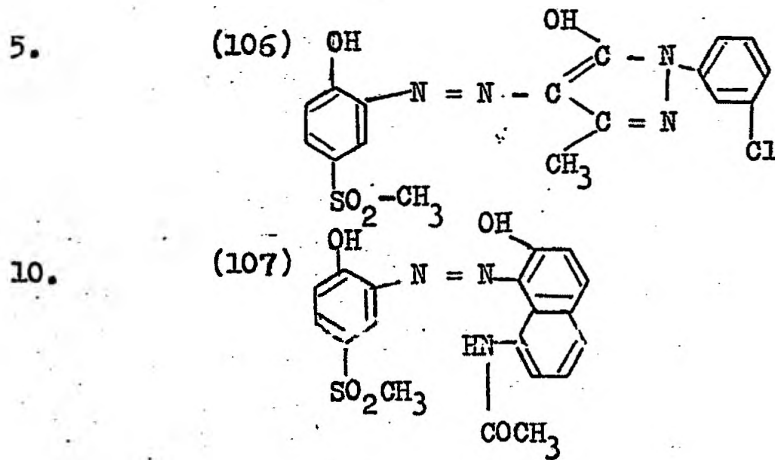
15.

Si se reemplazan B<sub>29</sub>, C<sub>1</sub> y D<sub>1</sub>, lo mismo que el agua, por una cantidad equivalente de una mezcla de dichos disolventes, la solución del colorante es igualmente homogénea inmediatamente después de la preparación; pero al cabo de breve tiempo (alrededor de un día) el colorante empieza a cristalizar. En la prueba de dilución con agua (1 parte de solución de colorante y 4 partes de agua) esta solución se comporta claramente peor que la solución que contiene B<sub>29</sub>, C<sub>1</sub> y D<sub>1</sub>.

20.

Ejemplo 11

Se depositan como género seco 13 partes de la sal sódica del complejo de cromo 1:2 a base de los colorantes de las fórmulas



(relación molar de 106:107 = 0,8:0,2)

15. se mezcla con 20 partes de butirolactona, 15 partes de éter monoetílico de etilenglicol, 12 partes de dietilenglicol, 15 partes de B<sub>29</sub>, 5 partes de C<sub>1</sub>, 5 partes de D<sub>1</sub> y 15 partes de agua y se trata tal como se ha descrito en el Ejemplo 9. Se obtiene
20. una solución homogénea del colorante. Si se somete esta solución a la prueba de dilución con agua (1 parte de solución y 4 partes de agua), la mezcla se mantiene estable durante varios días, sin que se observen precipitaciones visibles.
25. Si se reemplazan B<sub>29</sub>, C<sub>1</sub> y D<sub>1</sub>, lo mismo que el agua, por una mezcla de disolventes (butirolactona / éter monoetílico de etilenglicol / dieti-

lenglicol), se obtiene igualmente una solución homogénea, pero de la cual cristaliza el colorante al cabo ya de pocos días.

Si esta última solución se diluye con agua en la proporción de 1:4, se forma un sedimento manifiesto al cabo ya de pocos días.

5.

En lugar de los componentes B<sub>29</sub>, C<sub>1</sub> y D<sub>1</sub> pueden utilizarse también los demás componentes B, C y D que se han citado.

= . =

10.

N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones.

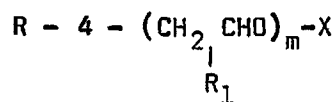
15.

1. Procedimiento para obtener composiciones líquidas, concentradas y estables, de colorantes complejos de metal, caracterizado por combinarse en cualquier orden de sucesión los siguientes componentes:

20.

1) colorantes complejos de metal, en proporción de a lo menos un 10%, de preferencia 10 a 60%, en peso respecto al peso total de la combinación, con preferentemente de 5 a 25% en peso, referido al total de la combinación, de un componente 2) formado por compuestos no iónicos de acción hidrotropa y preferentemente 4 a 20% en peso respecto al total de la combinación, de uno a lo menos de los componentes 3) ó 4), de los cuales 3) es un producto de reacción de un ácido graso con 8 a 22 átomos de carbono y 1 a 2 moles de dietanolamina, mientras que 4) es un compuesto de la fórmula

25.



466248

en la que

5. R es un radical de hidrocarburo alifático con 8 a 22 átomos de carbono o un radical de hidrocarburo cicloalifático, aromático o alifáticoaromático con 10 a 22 átomos de carbono
- R<sub>1</sub> es hidrógeno o metilo,
- A es -O- o -C-O,
- O
10. X es el radical de ácido de un ácido inorgánico que contiene oxígeno, el radical de ácido de un ácido carboxílico polibásico o un radical carboxialquílico y
- m es un número por valor de 1 a 50,
- en, preferentemente 20 a 80% en peso, respectó al total de la combinación de componente 5), formado por agua, un disolvente orgánico soluble en agua, con punto de ebullición de 15. 80°C a lo menos, o una mezcla de una y otro. y 6) eventualmente, agentes de regulación usuales, en cuya realización se trata la composición formada a una temperatura entre la ambiente y 70°C mientras se somete a agitación hasta obtener 20. una disolución total que se mantiene una vez alcanzada de nuevo la temperatura ambiente.

25. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en su realización participan colorantes complejos de metal difícilmente solubles en agua hasta insolubles, y en especial con colorantes complejos metálicos 1:1 ó 1:2 de colorantes azoicos o azometínicos o ftalocianinas metalizadas.

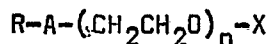
3. Procedimiento según la reivindicación 1,

caracterizado en que como componente 5) se selecciona un disolvente orgánico soluble en agua, con punto de ebullición de 80°C a lo menos, o una mezcla de agua y este disolvente.

4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que para su realización se seleccionan como compuesto no ionicos y de acción hidrótrópica del componente 2) los productos de reacción con peso molecular de 2000 a 7000 aproximadamente, a base de
5. a<sub>1</sub>) alcoholes alifáticos monovalentes hasta hexavalentes con 1 a 6 átomos de carbono, monoalquil- o monoalquilol-monoaminas o polialquilenpoliaminas y
10. a<sub>2</sub>) óxido de 1,2-propileno, productos de reacción de óxidos de alquileno y monoalcoholes alifáticos, insolubles en agua, con 8 átomos de carbono a lo menos, productos de reacción de óxidos de alquileno y aril- o alquil-fenoles, productos de reacción de ácidos dicarboxílicos saturados, con 3 a 10 átomos de carbono, y óxido de 1,2-propileno o polipropilenglicoles, productos de reacción de ácidos grasos con 10 a 18 átomos de carbono
15. y óxido de 1,2-propileno o polipropilenglicoles, productos de reacción de ácidos grasos con 10 a 18 átomos de carbono, alcoholes trivalentes hasta hexavalentes y óxido de 1,2-propileno o productos de reacción de ácidos grasos con 10 a 18 átomos de carbono, polialquilenpoliaminas y óxido de 1,2-propileno.
- 20.
- 25.

5. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que para su realización se selecciona como componente 3) un producto de reacción de ácido de grasa de coco, ácido láurico, ácido oleico o ácido esteárico y 2 moles de dietanolamina.

6. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que para su realización se selecciona como componente 4) un compuesto de la fórmula



10. en la que

R, A y X tienen el mismo significado que en la reivindicación 1 y

n es un número por valor de 1 a 9, preferentemente por valor de 1 a 4.

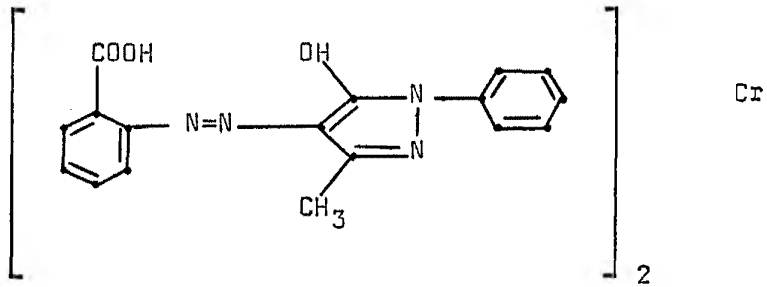
15. 7. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que los compuestos del componente 4) se hallan en forma de sales alcalinometálicas, amónicas o amínicas.

20. 8. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que para su realización se selecciona como componente 5) agua, un alcohol polivalente líquido a la temperatura del ambiente o su éter y/o éster, la tetrametilurea o una mezcla de agua y estos disolventes.

25. 9. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en una realización preferencial del mismo se combinan

1) 20 partes del colorante de la fórmula

5.



10.

- 2) 6 partes del producto de adición de 8 moles de óxido de etileno a o-fenilfenol,
- 3) 6 partes del producto de reacción de ácido de grasa de coco y 2 moles de dietanolamina,
- 5) 24 partes de éter monoetílico de etilenglicol, 32 partes de dietilenglicol y 12 partes de agua.

15.

10. Procedimiento para obtener composiciones líquidas, concentradas y estables, de colorantes complejos de metal.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 49 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 23 Enero 1978

p.a.

p. p.

JAIMÉ ISERNI

847997