

10359

Memoria descriptiva que se acompaña á la solicitud de Patente de Invención por VEINTE años á favor de I. G. F a r b e n i n - d u s t r i e A k t i e n g e s e l l s c h a f t, residente en Frankfurt a.M. (Alemania) por "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR COLORANTES DE TINA DE LA SERIE DE LA 1.2.2'.1'-ANTRAQUINONACINA" presentada en el Ministerio de Economía Nacional.

1936



Se ha descubierto que se llega á colorantes que tienen de azul con visos verdes cuando se hacen actuar el formaldehído ó medios que lo ceden sobre la 1.2.2'.1'-antraquinonacina. Según las condiciones del trabajo se obtienen así los nuevos colorantes bien en forma de las azinas ó parcialmente ó totalmente como H-dihidroazinas. Se originan azinas principalmente cuando se conservan condiciones más suaves, por ejemplo temperaturas relativamente bajas, ó cuando se emplean pequeñas cantidades de formaldehído ó de medios que lo cedan, mientras que en condiciones más enérgicas por ejemplo á temperaturas más elevadas ó cuando se emplean cantidades mayores de formaldehído se forman en parte ó exclusivamente las H-dihidroazinas. Naturalmente que la azina primeramente originada se puede transformar después en la correspondiente H-dihidroazina por tratamiento por un medio reductor en la misma ó en operación separada. La preparación de las antraquinonazinas empleadas como material de partida puede unirse en una sola operación con la de los

productos definitivos.

Así se tiene la posibilidad de llegar á productos de condensación puros partiendo de la N-dihidro-1.2.2'.1'-antraquinonazina impura del comercio, por ejemplo tratando ésta en ácido sulfúrico con peróxido de manganeso y haciendo actuar en la misma operación el formaldehído sobre la 1.2.2'.1'-antraquinonazina pura así obtenida.) En caso necesario se pueden purificar en la misma ó en operación separada los productos de la reacción, por ejemplo precipitando sus disoluciones en sulfúrico concentrado con una cantidad limitada de agua. Además se los puede someter a un ulterior tratamiento como oxidación, deshidrogenación ó halogenación ó á varias de estas operaciones simultánea ó sucesivamente.

EJEMPLO 1.

Una disolución de 10 partes de 1.2.2'.1'-antraquinonazina pura obtenida por oxidación de N-dihidro-1.2.2'.1'-antraquinonazina pura con ácido nítrico en sulfúrico concentrado y precipitación del sulfato por ácido acético cristalizabile, ^{en 200 partes de ácido sulfúrico de 66° Bé} mezcla con 1 partes de paraformaldehído y la mezcla de reacción se agita durante 10 horas á unos 35°. El colorante que como azina se separa al verter en agua tinte la lana de tina azul en colores azules de viso más verde que el material de partida.

EJEMPLO 2.

10 partes de la azina empleada en el ejemplo 1 como material de partida se disuelven en 200 partes de ácido sulfúrico de 66° Bé. Se incorporan á la disolución 2 partes de paraformaldehído, se calienta la mezcla de reacción á unos 60° C y á esta temperatura se agita durante 3 horas. Al verter en agua de hielo se separa el nuevo colorante como azina en forma de granos verdes. Tinte el algodón de tina azul en forma análoga al colorante obtenido en el ejemplo 1.

Si una pasta de pronte. 5% del producto así obtenido se calienta durante 20 horas á unos 250° C, se obtiene un colorante que tinte al algodón de tina azul con visos verdes con un azul de visos considerablemente más verdes que el colorante obtenido en el ejemplo 1.



EJEMPLO 3

10 partes de 1.2.2'.1'-antraquinonazina, preparada por oxidación
50 cuidadosa de N-dihidro-1.2.2'.1'-antraquinonazina impura con ácido
nitríco en sulfúrico concentrado y vertiendo la disolución en
agua, se disuelven en 100 partes de ácido sulfúrico de 66° Bé. La
disolución se mezcla luego con 2 partes de paraformaldehído y la
mezcla de reacción se agita durante unas 10 horas á 50-55° C. Des-
55 pués de enfriar se precipita el nuevo colorante vertiendo en agua,
en forma de grumos verdes de visos azules (probablemente una mez-
cla de azina y de N-dihidroazina). Tíñe el algodón de tina azul
con visos más verdes que el colorante del ejemplo 1.

10 partes del producto así obtenido se suspenden en 200 par-
60 tes de nitrobenzol. Después de agregar 20 partes de cloruro de sul-
furilo se agita la mezcla de reacción durante 2 horas á unos 90° C.
Después de enfriar se agregan 200 partes de benzol, se sifona el co-
lorante halogenado separado y se lo lava con benzol. Tíñe el algo-
dón de tina azul en tonos de visos más rojizos y puros que el ma-
65 terial de partida.

EJEMPLO 4.

10 partes de N-dihidro-1.2.2'.1'-antraquinonazina industrial pura
se disuelven en 105 partes de ácido sulfúrico de 90% y agregando
manganesa se convierten en 1.2.2'.1'-antraquinonazina pura. Luego
la mezcla de reacción se trata con 100 partes de oleum al 10% se
70 agregan 6 partes de paraformaldehído y se agita durante 10 horas
á 50-60° C. Vertiendo en agua se separa el nuevo colorante en for-
ma de grumos verdeazulados. Tíñe el algodón de tina azul en tonos
azules de visos más verdes que el material de partida.

EJEMPLO 5.

Una disolución de 10 partes de 3-cloro-1.2.2'.1'-antraquinonazina
75 en 100 partes de ácido sulfúrico de 96% se tratan con 2,5 partes
de paraformaldehído y se agita la mezcla de reacción durante 10 ho-
ras á unos 60° C. Vertiendo en agua se separa el nuevo colorante en
forma de grumos verdeazulados. Tíñe el algodón de tina azul en to-
nos azules de visos más verdes que el material de partida.



30

65

70

75

