

EB/. =

MEMORIA DESCRIPTIVA

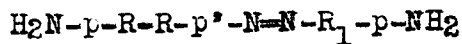
para una patente de invención, por veinte años, por = Procedimiento para la preparación de combinaciones sólidas y estables tetrazomono_ azoicas = a favor de la r.s. CHEMISCHE FABRIK VORMALS SANDOZ, resi_ dente en Basel - Suiza - Fabrikstrasse, 60.

=!|=!|=!|=!|=!|=!|=!|=!|=!|=!|=!

El presente procedimiento se refiere a la preparación de nuevas com_ binaciones estables tetrazomonoazoicas, que se prestan muy bien pa_ ra producir tonos negros sólidos sobre la fibra textil.

Se ha descubierto que tratando disoluciones tetrazoizas preparadas de colorantes monoazoicos de la fórmula general

5



en que R=R, representa un radical diarilo sustituido o no sustitui_ do y R₁, un núcleo bencidínico o naftalínico sustituido, con subs_ tancias orgánicas o inorgánicas adecuadas que con derivados tetra_



zomonoazoicos producen sales y combinaciones dobles cuya solubili-
dad es menor que la de sus sales clorhídricas, puede llegarse a com-
binaciones sólidas y estables tetrazomonoazoicas. Para llevar a la
práctica el procedimiento se prestan muy bien por ejemplo las sales
metálicas, como cloruro de cinc, cloruro de cadmio, cloruro de esta-
ño, de titanio ó ácidos como ácido bórico, borofluorhídrico, fluor-
hídrico, silicofluorhídrico, fluosulfónico y sus combinaciones do-
bles y también ácidos arilsulfónicos, como los naftalinadi y trisul-
fónicos, los ácidos clorobenzolsulfónicos, el nitrobenzolsulfónico,
el sulfanílico, los naftolsulfónicos, etc. Si estas substancias se
reunen con las disoluciones de las indicadas combinaciones monoa-
zoicas tetrazoadas, entonces se obtienen los derivados tetrazomonoa-
zoicos en forma de sus sales o combinaciones dobles. Después de la
filtración pueden secarse al vacío. De esta forma se obtienen produc-
tos estables, que se disuelven fácilmente en agua con color amarillo
a pardo. Agregando disoluciones alcalinas de arilidas del ácido
 β -oxinaftóico se precipitan colorantes negros insolubles en agua,
los cuales cuando se producen sobre la fibra, poseen propiedades ex-
celentes de solidez.

Las tetrazocombinaciones de los indicados colorantes diaminomonoozoi-
cos se preparan preferentemente de la siguiente manera:
Una molécula de la combinación p-p'-diaminodiarilo se tetraza en la
fórmula usual y se copula con una molécula de una amina de la serie
del benzol o de la naftalina, capaz de formar cuerpos p-aminoazoicos.
La diazomonoazocombinación así obtenida se vuelve luego a diazoar y
por adición de la cantidad necesaria de las anteriores substancias
se precipita de la disolución. También se puede partir de las p-amino-
diaril-p'-azoril-p-aminocombinaciones preparadas según la patente
inglesa n° 275147, las cuales se tetrazoan en la forma conocida y
las tetrazocombinaciones obtenidas se precipitan de su disolución
mediante las substancias arriba indicadas.

El presente procedimiento se refiere a la preparación de combinacio-
nes sólidas y estables tetrazomonoazoicas, hasta ahora desconocidas



DIC. 1930

y no descritas y que se prestan muy bien para la obtención de tonos negros sólidos.

45 Las disoluciones de combinaciones tetrazomonoazoicas, como se describen en el presente procedimiento, se han preparado ya frecuentemente en la obtención de colorantes poliazoicos, pero hasta la fecha no se han realizao ensayos para obtenerlas en forma sólida. No podía pre-
50 presente procedimiento es de gran importancia técnica.

Las nuevas tetrazocombinaciones sólidas pueden mezclarse con sales parcial o totalmente deshidratadas y con otros medios adecuados de disolución con lo que se hace posible ponerlas a disposición del consumidor en forma práctica para su uso y en la concentración que se quiera.

55

Ejemplo 1°.

36,8 kg. de bencidina se tetrazoan en la forma conocida con 100 kg. de ácido clorhídrico al 30 % y 27,6 kg. de nitrito. En la disolución obtenida se introduce agitando bien una disolución de 35,9 kg. de
60 α -naftilamina clorhídrica en unos 1200 litros de agua a una temperatura de 0-5°, manteniendose en movimiento hasta que se termina la formación del producto intermedio. A la suspensión de este producto se agregan otros 25 kg. de ácido clorhídrico al 30 %, se enfría a 0°, introduciendo hielo e inmediatamente se introduce una
65 disolución de 15 kg. de nitrito sódico por debajo de la superficie del líquido. Después de dos a tres horas de agitar se termina el diazoado y se obtiene una disolución casi clara de la tetrazocombi-
70 nación. El volumen del líquido es de unos 4000 litros. Se filtra la disolución de pequeñas cantidades de impurezas y agregando una disolución concentrada de 60 kg. de cloruro de cinc y 100 kg. de cloruro sódico se precipita la sal doble de cloruro de cinc de la tetrazocombinación casi cuantitativamente como precipitado pardo, cristalino bien filtrable.

Después de un reposo de varias horas se filtra el precipitado y se



80

seca al vacío a 45-50° C. Se obtiene un polvo pardo obscuro, bien soluble en agua y que con preferencia con un diluyente adecuado, por ejemplo sulfato de aluminio cristalizado, se prepara en la concentración usual en el comercio y al mismo tiempo se hace más estable. La tetrazocombinación se combina con las arilidas del ácido β -oxilnaftoico sobre la fibra dando tintes negros sólidos.

Ejemplo 2°.

85

En la disolución de la tetrazocombinación obtenida según el ejemplo 1°, se introducen agitando 100 partes de naftalinatrisulfonato sódico y se precipita el naftalinatrisulfonato de la tetrazocombinación como precipitado cristalino pardo amarillo. Agregando cloruro de sodio se completa la precipitación. Se filtra y se seca al vacío a 40 - 50 ° C.

90

Si en estos ejemplos se reemplaza la bencidina por cantidades equivalentes de tolidina o dianisidina, la α -naftilamina por otras aminas copulables de la serie del benzol y de la naftalina, como el éter aminonaftólico o las cresidinas, entonces la marcha del trabajo es la misma.

Ejemplo 3°.

95

A la tetrazocombinación preparada con 48,8 kg. de dianisidina, 100 kg. de ácido clorhídrico al 30 % y 27,6 kg. de nitrito en la forma usual se incorpora una disolución debilmente clorhídrica de 27,4 kg. de éter 3-amino-4-cresolmético en unos 1000 litros de agua y se agita a temperatura baja hasta que se termina la formación del producto intermedio. Después de agregar 25 kg. de ácido clorhídrico al 30 % y enfriar a 0 ° se sigue diazoando añadiendo una disolución de 15 kg. de nitrito por bajo de la superficie del líquido. Después de agitar 2 á 3, horas se termina la formación de la tetrazocombinación y se origina una disolución profundamente pardoamarilla. Se separa de las impurezas por filtración y del filtrado se precipita con cloruro de cinc en exceso y sal común la

100

105



DIC. 1930

sal doble de cloruro de cinc de la tetrazocombinación como precipitado cristalino pardo. Después de sifonar se seca al vacío a 45-50°, obteniéndose un polvo pardo oscuro de gran estabilidad y suficiente solubilidad para la tintorería.

110 Ejemplo 4°.

45,6 kg. de mononitrobencidina se disuelve en caliente con 1000 litros de agua y 50 kg. de ácido clorhídrico al 30 % y después de enfriar a 0°, se tetrazoa en la forma usual con una disolución de 27,6 kg. de nitrito. A la tetrazodisolución se incorpora lentamente una disolución de 35,9 kg. de α -naftilamina clorhídrica en unos 1500 litros de agua a 0-5° y agitando se continua hasta que no puede comprobarse más α naftilamina inalterada. Entonces se agregan otros 25 kg. de ácido clorhídrico al 30 % y a 0-5° se introduce la disolución de 15 kg. de nitrito por bajo de la superficie del líquido, formándose en el decurso de unas horas una disolución amarilla oscura de la tetrazocombinación. Se separan por filtración las pequeñas cantidades de impurezas sólidas y del filtrado se precipita con exceso el cloruro de cinc la nitrotetrazocombinación como precipitado cristalino amarillo pardo, la cual se exprime y se saca al vacío a 45-50°. Se obtiene un polvo amarillo pardo de buena estabilidad y solubilidad.

N O T A.

Descrito suficientemente el presente invento lo que se declara como de novedad é invención propia, son las siguientes reivindicaciones:

- 130 1. - Un procedimiento para la preparación de combinaciones sólidas y estables tetrazomonoazoicas, caracterizado porque se precipitan y desecan en forma adecuada con sales metálicas adecuadas o ácidos arilsulfónicos las disoluciones de derivados tetrazomonoazoicos de la fórmula general

