



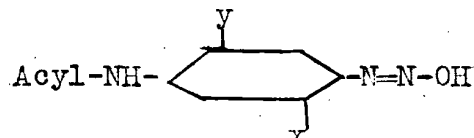
P A T E N T E
D E
I N V E N C I Ò N

a favor de la SOCIEDAD PARA LA INDUSTRIA QUÍMICA EN BASI-
LEA, domiciliada en Basilea (Suiza), por «PROCEDIMIENTO
PARA LA OBTENCIÓN DE NUEVOS PREPARADOS DIAZOICOS».-

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

Los compuestos diazoicos de la fórmula general



5 en la cual x é y son halogen-,alquil-o alcóxigrupos, y en
la cual el resto acilico contiene un núcleo aromático,
han adquirido importancia en la preparación de tonalidades
sólidas sobre la fibra. El diazoado de las aminas, que
conducen a estos compuestos diazoicos, no es siempre una
10 operación facil, de forma que es conveniente facilitar el



trabajo a las tintorerías o estamperías es decir laborato-
rios de estampados, poniendo a su disposición, no ya la
base de diazoado, sino preparados diazoivos. Estos prepa-
rados diazoicos se obtienen, como se sabe, por separación
15 de los compuestos diazoicos de sus soluciones por medio de
sales metálicas, con las cuales forman compuestos comple-
jos, o por medio de ácidos sulfónicos aromáticos.

Ahora se ha descubierto que las sales de áci-
dos minerales de los respectivos compuestos diazoicos pue-
den obtenerse fácilmente en estado de excelente pureza y
20 rendimiento, tratando simplemente con sal común. Bien que
los nuevos productos hayan sido precipitados sin la ayu-
da de estabilizadores, estando luego presentes en forma
concentrada, resisten, de un modo sorprendente, al choque
25 y al calor.

Ejemplo.1

64 partes de peso de 4-(1'-metil)-fenoxiacet-
tilamino-2.5-dimetoxi-1-aminobenzol se pulverizan finamen-
te y se remueven bien con 1000 partes de volumen de agua
30 a la temperatura ambiente del cuarto. Se agregan 15 partes
de peso de nitrito sódico. En el espacio de $\frac{1}{2}$ hora se in-
troducen a continuación, y goteando, 60 partes de volu-
men de ácido clorhídrico de 30%. Con la disolución de la
amina se produce el diazoado. La solución diazoica fil-
trada se mezcla con 100 g de sal común. El hidrocioruro
35 del 4-(1'-metil)-fenoxiacetilamino-2.5-dimetoxi-1-diazo-
benzol se separa en forma de cristales amarillos, filtrán-
dose y secándose a 40°. También puede mezclarse antes
del secado, es decir todavía en estado humedo con los ma-
40 teriales auxiliares o adicionales tintóreos acostumbrados



o con medios de dilución adecuados. Los cristales amarillos del hidrocioruro son muy facilmente solubles en agua, con reaccion neutra.

Ejemplo 2.

45 66 partes de peso de 4-(1'-metil)-fenoxiacetilamino-2.5-dietoxi-1-aminobenzol son diazoadas como en el ejemplo 1. El hidrocioruro de la base diazoada que se separa con un poco de sal comun, en forma de cristales ligeramente amarillos, se filtra, y eventualmente disuelve en agua tibia, separando por filtracion un posible resto fangoso. Al adicionar un poco de sal comun a la solucion filtrada, se separa el hidrocioruro diazonico con buen rendimiento.

De un modo similar se procede, por ejemplo, con el fenoxiacetilamino-2.5-dimetoxi o dietoxi-1-aminobenzol, el 4-(1'- ó -2'-, ó -3'-clor)-fenoxiacetilamino-2.5-dimetoxi ó dietoxi-1-aminobenzol.

Ejemplo 3.

25,6 partes de 1-amino-2-metoxi-5-metil-4-benzoil-aminobenzol en 200 partes de volumen de agua y 30 partes de volumen de acido clorhidrico de 30% son diazoadas con 20 partes de volumen de una solucion de nitrito sodico de 40% a 5 - 10°. La solucion diazoica filtrada se mezcla con 50 partes de peso de sal comun. El hidrocioruro del 1-diazo-2-metoxi-5-metil-4-benzoilaminobenzol se separa despues de algun tiempo con buen rendimiento en forma de cristales incoloros. Estos ultimos se filtran y secan a 40 - 50°; son solubles en agua con extraordinaria facilidad.

De un modo analgo, se procede, por ejemplo,



con el 1-amino-2.5-dimetoxi ó dietoxi-4-benzoilaminobenzol, el 1-amino-2-metoxi-5-clor-4-benzoilaminobenzol, el 1-amino-2-clor-5-metoxi-4-benzoilaminobenzol, etc.

Ejemplo 4.

75 28,1 partes de 1-amino-2.5-diclor-4-benzoilaminobenzol en 200 partes de volumen de agua y 75 partes de volumen de ácido clorhídrico de 30% son diazoados con 20 partes de volumen de una solución de nitrito sódico de 40% a 30 - 35°. La solución diazoica filtrada se mezcla
80 con 50 partes de peso de sal común. El hidrocioruro del 1-diazo-2.5-diclor-4-benzoilaminobenzol se cristaliza rápidamente formando cristales ligeramente amarillos. Estos últimos se filtran y secan a 40 - 50°, son muy fácilmente solubles en agua.

85

Ejemplo 5.

27.6 partes de 1-amino-2-metoxi-5-clor-4-benzoilaminobenzol se pulverizan finamente y se mezclan removiendo bien con 300 partes de volumen de agua y 50 partes de peso de ácido sulfúrico de 21% a la temperatura
90 ambiente del cuarto. Se agregan 7,5 partes de nitrito sódico disueltas en 20 partes de volumen de agua. El sulfato del compuesto diazoico se cristaliza rápidamente en finas agujas de color blanco, se filtra y eventualmente disuelve en agua, separándose por filtración cualquier posible res-
95 to fangoso. Al adicionar al filtrato sulfato sódico, se separa el sulfato diazonico con rendimiento casi cuantitativo.

Ejemplo 6.

28,4 partes de 4-(2'-metil)-fenoxilacetilamino
100 -2.5-dimetil-1-aminobenzol se pulverizan finamente y se

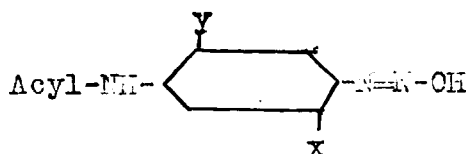


▲ diazoan como en el ejemplo 1. El hidrocioruro que con un poco de sal común, se separa en forma de agujas blancas, se filtra y eventualmente disuelve en agua para separar por filtración cualquier posible resto fangoso. Al adicionar-
105 se un poco de sal común a la solución filtrada se separa el hidrocioruro diazonico con muy buen rendimiento.

N O T A

Es objeto de esta patente de invención que se solicita "Procedimiento para la obtención de nuevos preparados diazoicos", que se caracteriza y define por las reivindicaciones siguientes, que constituyen su novedad y sobre las cuales ha de recaer la propiedad y explotación exclusiva:-
110

1. Procedimiento para la obtención de preparados diazoicos, caracterizado porque sale de mineral acidas de los compuestos diazoicos de la fórmula general
115



en la cual x é y son halogen-alquil- o alcoxigrupos y en
120 la cual el resto acilico contiene un núcleo aromático, son tratados con sal común en sus soluciones acuosas.

2. Procedimiento para la obtención de nuevos preparados diazoicos.

La presente memoria consta de seis hojas fo-



liadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 24 Septiembre de 1934.-

SOCIEDAD PARA LA INDUSTRIA
QUÍMICA EN BASILEA.-

P. a.

JAIME ISERN MIRALLÉS
P. P.