



143171

C/L.

MEMORIA DESCRIPTIVA

para un certificado de adición, por: " Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal número 143.136 " a favor de la r. s. I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, residente en Frankfurt Main (Alemania).-

=====
=:==:==:==:==:==:==:==:==:==:==

El objeto de la patente principal es un procedimiento para la obtención de productos de condensación a modo de amidas de áoi- dos sulfónicos aromáticos, en el cual se originan combinaciones polisulfonarilamídicas de constitución seriada, las cuales contie-
5 nen al menos 5 núcleos aromáticos, 4 grupos sulfonamido y 2 grupos sulfo.

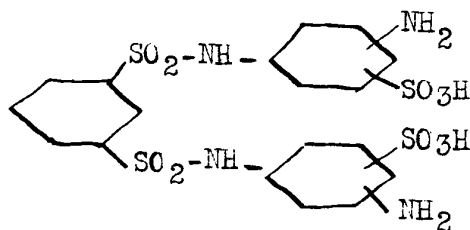
Se ha descubierto que estas combinaciones pueden también obtenerse por un método algo distinto, tratando los halogenuros aromáticos del ácido bisulfónico con un exceso de diaminocombina-
10 ciones aromáticas conteniendo grupos sulfo y acilando los grupos amino que quedan libres, con radicales del ácido arilsulfónico o



1940

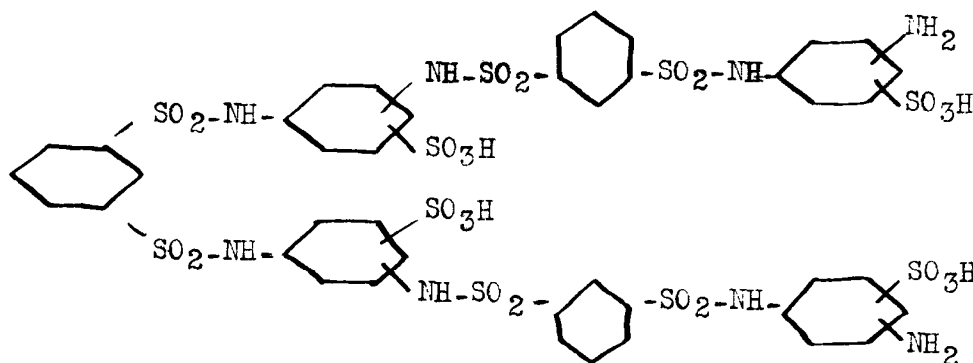
carboxílico.

La transformación que aquí se verifica procede de tal manera que primeramente dos moléculas de la diaminocombinación cada una con un grupo amino se reúnen con una molécula del halogenuro del ácido sulfónico formando amida, en una combinación trinuclear el tipo:



10

Según la magnitud del exceso de la diaminocombinación existe la posibilidad de que por reacción de los grupos amino todavía libres del producto de condensación con otras moléculas de las combinaciones reaccionables del ácido di-sulfónico y nueva formación de amida se formen en los grupos sulfo reaccionables combinaciones todavía de más núcleos, por ejemplo la de la fórmula:



20

En estas circunstancias no pueden hacerse indicaciones precisas sobre la relación proporcional de los ácidos diaminopolisulfonari-lamidasulfónicos existentes en la mezcla de reacción al final de dicha condensación y de diversa longitud en sus cadenas. Este conocimiento tampoco se necesita para la ulterior realización del proceso, el cual consiste en que la mezcla de los ácidos aminosulfónicos polinucleares por reacción con la cantidad necesaria de un halogenuro adecuado de ácido arilsulfónico o carboxílico, se convierte en productos que ya no poseen grupos amino libres. Si en los productos se contuviesen todavía grupos nitro libres, en-

25

30



tonces éstos se reducirán y se acilarán también por reacción con los indicados halogenuros de ácido.

De los ácidos disulfónicos, cuyos halogenuros convienen como material de partida para el procedimiento, señalaremos a título de ejemplo los de la serie del benzol, del difenilo o de la naftalina, por ejemplo los ácidos benzoldisulfónicos, los ácidos benzoldisulfónicos sustituidos, el ácido naftalina-1.5- o 2.6-disulfónico, el difenildisulfónico y similares. Por otro lado las diaminocombinaciones utilizables para el procedimiento pueden por ejemplo pertenecer a la serie del benzol o del difenilo. Entre éstas se citarán como más adecuadas las diaminocombinaciones de composición simétrica, por ejemplo el ácido 2,6-tolilenodiamina-4-sulfónico y el bencidina -2.2'-disulfónico. También pueden emplearse las diaminocombinaciones de constitución asimétrica, por ejemplo el ácido 1,3-fenilenodiamino-4-sulfónico, el 2.4-tolileno diamina-5-sulfónico, el 1.4-fenilenodiamina-2-sulfónico, y también los ácidos bencidina- y tolidina-monosulfónico o los ácidos diarilenodiaminasulfónico con enlace de los dos núcleos arilo mediante un puente (por ejemplo el ácido 4.4'-diaminostilbenodisulfónico, el 4.4'-diaminodibencildisulfónico) o los ácidos aminoaril sulfonarilamidasulfónicos (por ejemplo el bis-(3'-aminobenzol-1'-sulfonil)-2.6-tolilenodiamina-4-sulfónico). Para la acilación de los grupos aminos libres al final del proceso se prestan cualesquiera halogenuros aromáticos del ácido sulfónico o carboxílico, por ejemplo los de la serie del benzol y de la naftalina. En muchos casos se ha comprobado ser conveniente emplear aquellos productos que mediante dos o varios átomos de halógeno están sustituidos preferentemente en la posición meta o en la meta y para en un grupo halogenuro de ácido.

La condensación de los halogenuros de ácido con las aminocombinaciones se efectúa por los métodos conocidos, preferentemente en medio acuoso y en presencia de medios que fijen ácidos.



Las sales alcalinas y amoniacaes de los productos de condensación así obtenible son en estado seco polvos incoloros, que se disuelven fácilmente en agua concrecionándose y al mismo tiempo según su constitución suministran jarabes débilmente coloreados de amarillo, fluídos hasta muy viscosos. Estos jarabes después de débilmente acidulados constituyen excelentes extractos curtientes, que en el curtido por el método usual proporcionan un cuero blanco hermoso y sobre todo muy inalterable a la luz. Los productos pueden además emplearse como reservadores para las fibras animales y como precipitantes para colorantes básicos en la tintorería de la casa. De los conocidos productos de condensación de las diaminas aromáticas con halogenuros aromáticos del ácido sulfónico o carboxílico se distinguen los nuevos productos porque por regla general presentan una menor sensibilidad a las sales y una mayor inalterabilidad a la luz.

Los datos sobre cantidades contenidos en los siguientes ejemplos se refieren a partes en peso.

E j e m p l o 1:
- - - - -

202 partes de ácido puro 2.6-toliulenodiamina-4-sulfónico se disuelven calentando con la cantidad equivalente de lejía de sosa cáustica en unas 2.000 partes de agua. Se enfría a unos 40°, a la disolución bien agitada se incorporan 60 partes de creta y 145 partes de cloruro finamente pulverizado benzol-1.3-disulfónico y a 35 - 40° se sigue agitando hasta que cesa el desprendimiento de anhídrido carbónico. El exámen de una prueba demuestra que aproximadamente el 50 % del índice de diazoación del ácido 2.6-toliulenodiamina-4-sulfónico introducido ha desaparecido.

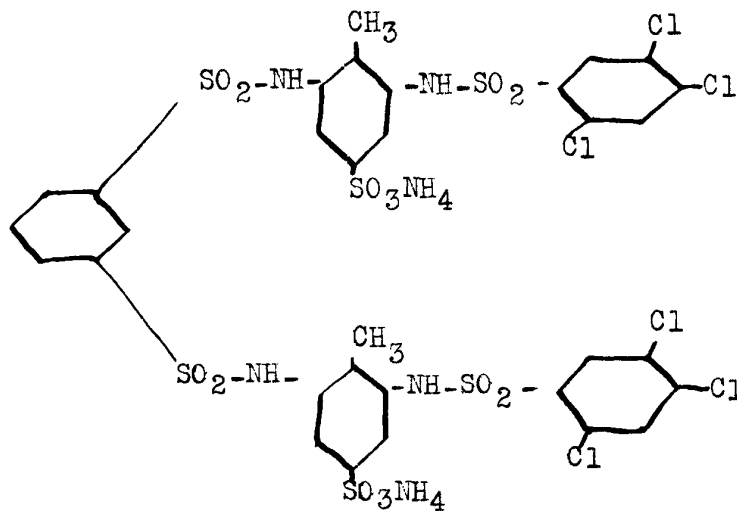
En la mezcla de reacción se introducen ahora 350 partes de cloruro 2.4,5-triclorobenzol-1-sulfónico y unas 90 partes de creta precipitada y agitando bien se calienta durante unas 2 horas a 40 - 50°, otras 2 horas a 50 - 60° y algunas horas a 60 - 70°, has



ta que vuelve a ceder el desarrollo de anhídrido carbónico. La masa que se torna algo espesa, se enfría luego a la temperatura ordinaria, se separa por aspiración, se amasa nuevamente con unas 1.000 partes de agua caliente y a unos 60° se trata con ácido clorhídrico bruto hasta reacción claramente ácida al congo. Luego se hace llegar una disolución saturada en frío de cloruro de calcio hasta que del caldo se separe en forma pastosa la sal cálcico-sódica del producto de condensación. Se enfría, se separa la disolución acuosa, en la que solo pueden demostrarse todavía pequeñas cantidades de sustancia diazoable, de la masa sólida mediante decantación y el caldo todavía adherido se elimina por compresión. La torta de prensado se emulsiona nuevamente con unas 750 partes de agua caliente y la emulsión se trata con unas 200 partes de disolución saturada en frío de cloruro de calcio hasta la separación completa del producto de condensación. Después de enfriar la mezcla se decanta la disolución acuosa y el caldo todavía incluido se elimina exprimiendo el residuo sólido pastoso. Repitiendo varias veces esta precipitación la mezcla de sal cálcico-sódica originada en la condensación se transforma en alto grado en la sal individual cálcica. La pasta así obtenida se agita con 1.500 partes de agua y agitando a unos 70° se agrega la cantidad de oxalato amónico necesaria para la precipitación de toda la cal. Luego por aspiración se separa en caliente del oxalato cálcico precipitado la disolución débilmente amarilla y se evapora el caldo a consistencia siruposa o también hasta sequedad. La sal amónica así obtenida del producto de condensación de la fórmula:



5



10 constituye desecada un polvo incoloro, que se disuelve fácilmente en agua fría y caliente concrecionándose. El cuerpo puede emplearse como reservador para las fibras animales en el tinte de tejidos mixtos con colorantes sustantivos, como mordiente para precipitar colorantes básicos en la preparación de colores de la-
 15 ca y ante todo como excelente curtiente.

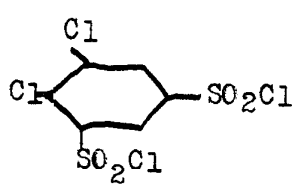
En el ejemplo el cloruro benzoldisulfónico puede reemplazarse por cloruros disulfónicos sustituidos del benzol, por ejemplo el cloruro monoclorobenzoldisulfónico o el 1.2-diclorobenzol-4.6-disulfónico, o por ejemplo por un cloruro toluol disulfónico.
 20 En lugar del ácido 2.6-toluilendiamina-4-sulfónico, puede utilizarse por ejemplo también el ácido 1.3-fenilenodiamina-4-sulfónico, el 1.3-fenilenodiamina-5-sulfónico, el 2.4-toluilendiamina-5- y 6-sulfónico u otros ácidos arilenodiaminasulfónicos de la serie del benzol. El cloruro 2.4,5-triclorobenzol-1-sulfónico utilizado
 25 en la condensación final puede reemplazarse por el cloruro benzol-sulfónico u otros cloruros benzolsulfónicos sustituidos por un halógeno o un alquilo o por un cloruro naftalina sulfónico o también por un cloruro del ácido benzol carboxílico sustituido o no sustituido por un halógeno o alquilo. Los productos obtenidos poseen
 30 todos propiedades más o menos reservadoras y curtientes y se distinguen por la excelente inalterabilidad a la luz que comunican a los materiales con ellos tratados.

- 9 AGO



E j e m p l o 2:

202 partes de ácido puro 2.6-toluilenodiamina-4-sulfónico se disuelven calentando y agregando la cantidad equivalente de lejía de sosa cáustica en unas 2.000 partes de agua. Se deja enfriar a unos 40° y agitando se incorporan unas 100 partes de creta y 229 partes de un cloruro 1.2-diclorobenzoldisulfónico de punto de fusión 110 - 111° y de la fórmula probable:



el cual puede obtenerse por ebullición de varias horas de o-diclorobenzol con unas 10 veces su cantidad de ácido clorosulfónico, echando la mezcla de sulfuración enfriada sobre hielo y redisolviendo en benzol el cloruro disulfónico precipitado. Es conveniente empastar primero con un poco de agua fría el cloruro arilenodisulfónico empleado. La mezcla de reacción se agita bien a unos 35 - 40° hasta que cesa el desprendimiento de anhídrido carbónico, cuidando por eventuales adiciones de creta de que la reacción del caldo permanezca siempre neutra. Al final de la transformación puede calentarse todavía algún tiempo a 60 - 70°. En una prueba equivalente de la mezcla obtenida puede demostrarse luego por diazoación que los dos tercios del índice de ésta correspondientes a la cantidad introducida de los componentes de la reacción y al ácido 2.6-toluilenodiamina-4-sulfónico puesto en reacción, han desaparecido.

A la mezcla bien agitada a 35 - 40° se incorporan ahora otras 45 partes de creta y 187 partes de cloruro 3.4-diclorobenzol-1-sulfónico y se mantiene esta temperatura hasta que no se observe más desprendimiento de anhídrido carbónico. El producto de condensación se separa poco a poco en forma oleaginosa. Se sube la temperatura dentro de algunas horas a 70 - 80° y se acidifica, cuando ya no existe más sustancia diazoable en la masa de reacción,



con la cantidad necesaria de ácido clorhídrico bruto. Después de enfriar decantando el caldo acuoso puede obtenerse como torta sólida compacta el producto de condensación. Emulsionando repetidas veces con agua a unos 60° y precipitando con cloruro cálcico en la forma descrita en el ejemplo 1, se obtiene la sal cálcica purificada que luego con oxalato amónico, sódico o potásico puede convertirse en la sal alcalina correspondiente. Según se quiera se obtienen jarabes espesos o desecando las disoluciones, polvos incoloros, que se disuelven fácilmente en agua y pueden emplearse ventajosamente como reservadores, mordientes y como excelentes curtientes.

También aquí las sustituciones posibles señaladas en el ejemplo 1 pueden utilizarse en la práctica del procedimiento. También en lugar de los componentes puros pueden emplearse mezclas de homólogos en las relaciones cuantitativas correspondientes. En lugar del cloruro diclorobenzoldisulfónico puede emplearse una mezcla de cloruro diclorobenzoldisulfónico con cloruro benzoldisulfónico o el cloruro monoclorobenzoldisulfónico y por ejemplo realizar la segunda fase del proceso, en lugar de con cloruro 3.4-diclorobenzol-1-sulfónico, con una mezcla de cloruro 3.4-diclorobenzol-1-sulfónico y 2.5-diclorobenzol-1-sulfónico o 2.3.4-triclorobenzol-1-sulfónico o 2.4.5-triclorobenzol-1-sulfónico, con lo cual pueden variarse algo las propiedades de los cuerpos como mordientes para colorantes básicos, medios de reserva y curtientes.

E j e m p l o 3:
- - - - -

En la mezcla de condensación preparada según el ejemplo 1 por reacción del ácido 2.6-toluileno-diamina-4-sulfónico con cloruro benzol-1.3-disulfónico en la relación cuantitativa indicada, se introducen a 40° y agitando 30 partes de creta y 92 partes de cloruro 1.2-dicloro-benzol-4.6-disulfónico, molido de antemano en

- 9 AGO -



una fina dispersión. Se agita a 40 - 50° hasta que remita el desprendimiento de anhídrido carbónico y luego se sigue calentando algunas horas subiendo poco a poco la temperatura a unos 70°. Luego se deja enfriar de nuevo a 40° y al final se introducen unas

5 35 partes de creta y 140 partes de cloruro 3.4-diclorobenzol-1-sulfónico. Después que tras una serie de horas ha vuelto a cesar el desprendimiento de anhídrido carbónico y una prueba tomada de la mezcla de reacción indica que ya no existe sustancia diazoable, se agrega ácido clorhídrico bruto hasta reacción claramente ácida

10 al congo y la mezcla de sal cálcico-sódica del producto de condensación obtenida después de enfriar la masa de reacción en forma pastosa por decantación y expresión del caldo, se convierte del modo ya descrito en la sal cálcica. De ésta por reacción con oxalato sódico o amónico se obtienen las sales alcalinas correspondientes, de las que pueden prepararse jarabes espesos, que débil-

15 mente acidulados constituyen excelentes extractos curtientes.

E j e m p l o 4:
- - - - -

202 partes de ácido puro 2.6-toluilenodiamina-4-sulfónico se disuelven en caliente y agregando la cantidad equivalente de

20 lejía de sosa cáustica, en unas 3.000 partes de agua. A la disolución caliente a 50° se incorporan juntamente con unas 80 partes de creta, 180 partes de cloruro naftalina-1.5-disulfónico, molido antes en pasta fina con un poco de agua fría. Se agita unas 20 horas a 50 - 60° y en el decurso de algunas horas se calienta poco

25 a poco hasta 90°. Una prueba tomada de la mezcla de reacción demuestra ahora que en el caldo solo puede comprobarse la mitad aproximadamente del índice de diazoación del ácido 2.6-toluilenodiamina-4-sulfónico introducido. Se vuelve a enfriar a 40 - 50°. A la

30 disolución todavía neutra se agregan 282 partes de cloruro 3.4-diclorobenzol-1-sulfónico y unas 70 partes de creta y se agita a la temperatura indicada hasta que comienza a ceder de nuevo el



desprendimiento de anhídrido carbónico. Al final se sube la temperatura poco a poco a $60 - 70^{\circ}$, se acidula, cuando en una prueba ya no existe sustancia diazoable, con la cantidad necesaria de ácido clorhídrico bruto y se deja enfriar. De la pasta obtenida enfriando se prepara en la forma arriba descrita mediante la sal cálcica, la sal sódica o amónica del producto de condensación.

El producto obtenido como sustancia desecada forma un polvo incoloro, que se disuelve fácilmente en agua fría y caliente. El producto puede emplearse por ejemplo como medio reservador de las fibras animales, como mordiente para precipitar colorantes básicos o como excelente curtiente muy valioso. En el procedimiento del ejemplo se puede también reemplazar el cloruro naftalina-1.5-disulfónico por el naftalina-2.6-disulfónico, sin que por ello varien esencialmente las propiedades del producto de condensación obtenido.

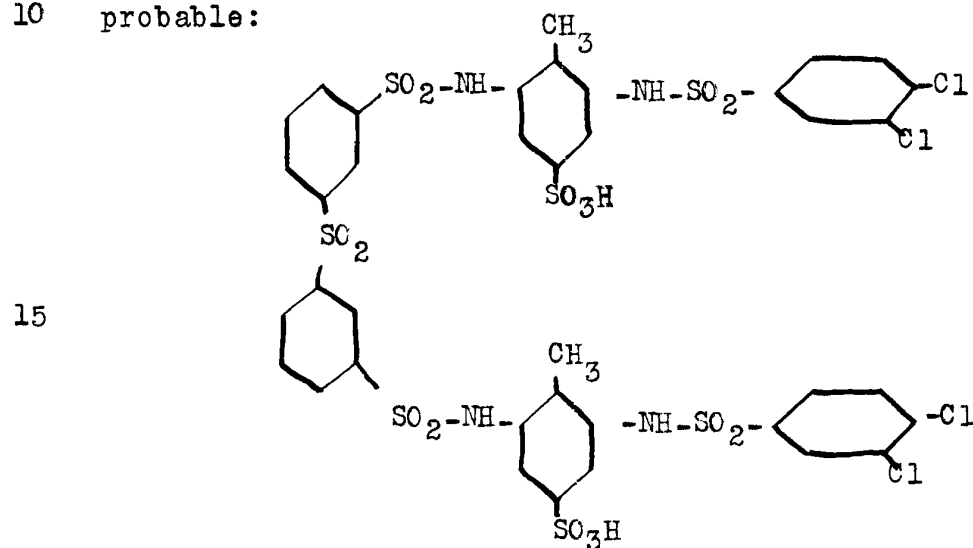
E j e m p l o 5:

202 partes de ácido puro 2.6-toluilenodiamina-4-sulfónico se disuelven en caliente con la cantidad necesaria de lejía de sosa cáustica en unas 2.000 partes de agua. A la disolución bien agitada se incorporan a unos $40^{\circ} - 60^{\circ}$ partes de creta y 218 partes de cloruro difenilsulfonodisulfónico (punto fusión $175 - 176^{\circ}$), molido previamente con un poco de agua en una pasta lo más finamente dispersa posible. Primero se mantiene la temperatura entre $40 - 50^{\circ}$ hasta que comienza a descender el desprendimiento de anhídrido carbónico y luego en el decurso de varias horas se aumenta la temperatura a unos 90° . Entonces en el caldo de reacción solo puede demostrarse la mitad del índice de diazoación del ácido 2.6-toluilenodiamina-4-sulfónico introducido. Se vuelve a enfriar la mezcla a $40 - 50^{\circ}$, a esta temperatura se agita con 282 partes de cloruro 3.4-diclorobenzol-1-sulfónico y unas 70 partes de creta, hasta que comience a debilitarse el desprendimiento de anhídri-



do carbónico y finalmente se calienta todavía algunas horas a 60 - 70°. Cuando en una prueba no puede ya demostrarse sustancia diazoable, se acidula la mezcla con ácido clorhídrico y la sal calcico-sódica precipitada se convierte en el modo descrito en la sal cálcica difícilmente soluble en agua, que por emulsión repetida con agua caliente se priva de las sales neutras y por doble reacción con oxalato alcalino o amónico puede convertirse en la correspondiente sal alcalina o amónica fácilmente soluble.

Estas sales del producto de condensación de la fórmula probable:



20 constituyen desecadas polvos incoloros, que presentan excelentes propiedades curtientes. En el procedimiento del ejemplo el cloruro difenilsulfon-3.3'-disulfónico puede también reemplazarse por cloruros clorados difenilsulfondisulfónicos, por ejemplo por el cloruro 4,4'-diclorobenzolsulfon-3.3'-disulfónico de punto de fusión 236 - 237° y otros productos de sustitución de la difenilsulfón, sin que por ello se alteren esencialmente en su carácter los curtientes obtenibles.

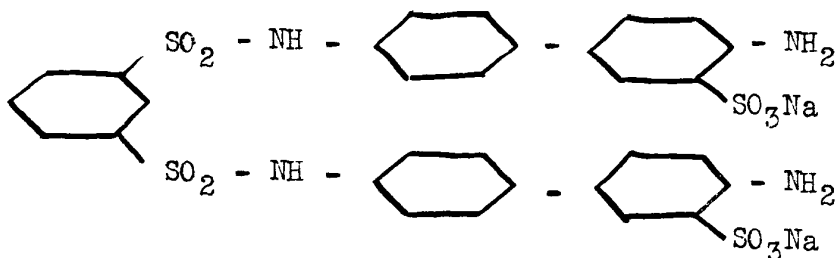
E j e m p l o 6:

286 partes de bencidina-o-monosulfonato sódico se disuelven en caliente en unas 4.000 partes de agua. A la disolución caliente a 60° bien agitada se incorporan 140 partes de cloruro ben



zol-1.3-disulfónico finamente pulverizado y 65 partes de creta y la mezcla de reacción se mantiene a unos 60 - 70° hasta que se detiene completamente el desprendimiento de anhídrido carbónico permaneciendo neutra la reacción del caldo. Se enfría a 20° y se obtiene el producto intermedio de la fórmula probable:

5



10

en forma cristalina y con un rendimiento de 75 % próximamente separándolo por aspiración. Este producto se vuelve a disolver a ebullición agregando un poco de carbonato sódico con unas 6.000 partes de agua y la disolución aspirada se agita a 60° con 212 partes de cloruro 3.4-diclorobenzol-1-sulfónico y unas 60 partes de creta. Después de cesar el desprendimiento de anhídrido carbónico, se enfría, se separa el caldo acuoso por decantación del residuo sólido en frío, se cubre éste nuevamente con 2.000 partes de agua caliente y en la emulsión agitada y caliente a unos 60° se hace llegar ácido clorhídrico bruto, hasta que la disolución acuosa tenga reacción ácida al congo. Después de decantar el caldo se convierte del modo descrito la sal calcico-sódica del producto de condensación en la correspondiente sal sódica o amónica. Un jarabe al 25 % preparado de la sal amónica privada completamente de sales neutras, apenas si es fluído a la temperatura ordinaria, el producto tiene buenas propiedades curtientes y puede también utilizarse como medio reservador para las fibras animales.

15

20

25

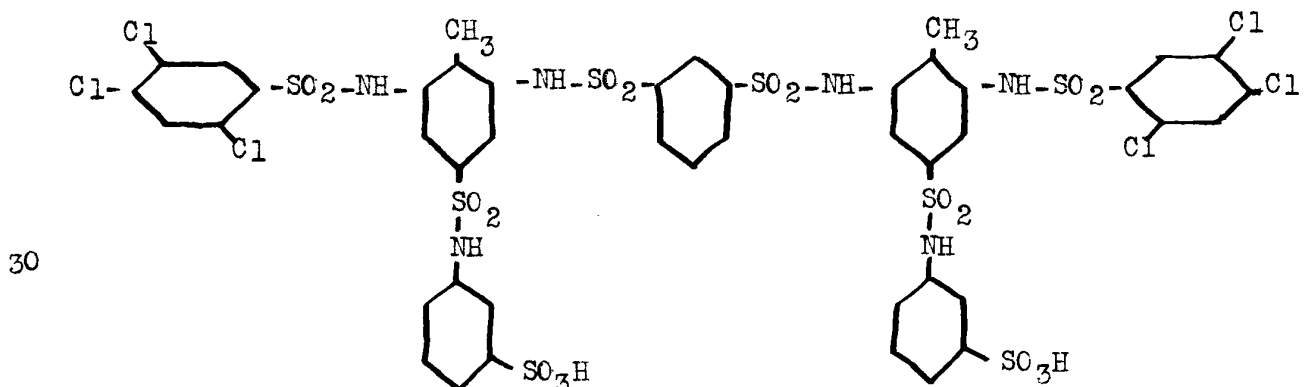
E j e m p l o 7:
 - - - - -

393,5 partes del cloruro del ácido 2.6-diaminotoluol-4-sulfonil-anilina-3'-sulfónico (preparado por reacción del m-sulfanila

30



to sódico con la cantidad necesaria de cloruro 2.6-dinitrotoluo-
 4-sulfónico en disolución acuosa y en presencia de creta y por
 subsiguiente reducción del producto de condensación en disolución
 acuosa con polvo de hierro) se disuelven en unas 4.000 partes de
 5 agua agregando la cantidad equivalente de lejía de sosa cáustica.
 A la disolución caliente a 40° se incorporan 145 partes de cloru-
 ro benzol-1.3-disulfónico finamente pulverizado y unas 60 partes
 de creta y se agita la mezcla de reacción a la temperatura indica-
 da hasta que se detenga el desprendimiento de anhídrido carbónico.
 10 Entonces ha desaparecido la mitad del índice de diazoación del
 caldo. Se introducen ahora 350 partes de cloruro 2.4.5-tricloro-
 benzol-1-sulfónico y unas 90 partes de creta y se mantiene la tem-
 peratura a 40 - 50° hasta que vuelva a ceder el desprendimiento
 de anhídrido carbónico. Luego se sube poco a poco la temperatura
 15 hasta que en el decurso de varias horas y permaneciendo neutra la
 reacción no se observe ya ni a 70° desprendimiento alguno de anhí-
 drido carbónico. Se enfría, se separa por decantación el caldo, se
 completa con unas 3.000 partes de agua de 60° y la emulsión obte-
 nida se acidula agregando paulatinamente la cantidad necesaria de
 20 ácido clorhídrico bruto hasta reacción claramente ácida al congo.
 El producto de condensación se separa como cuerpo desmenuzable en
 frio, puede separarse por aspiración y elaborarse en la correspon-
 diente sal amónica o sódica por el método descrito en los anterio-
 res ejemplos. Las sales alcalinas del producto de condensación de
 25 la fórmula probable:





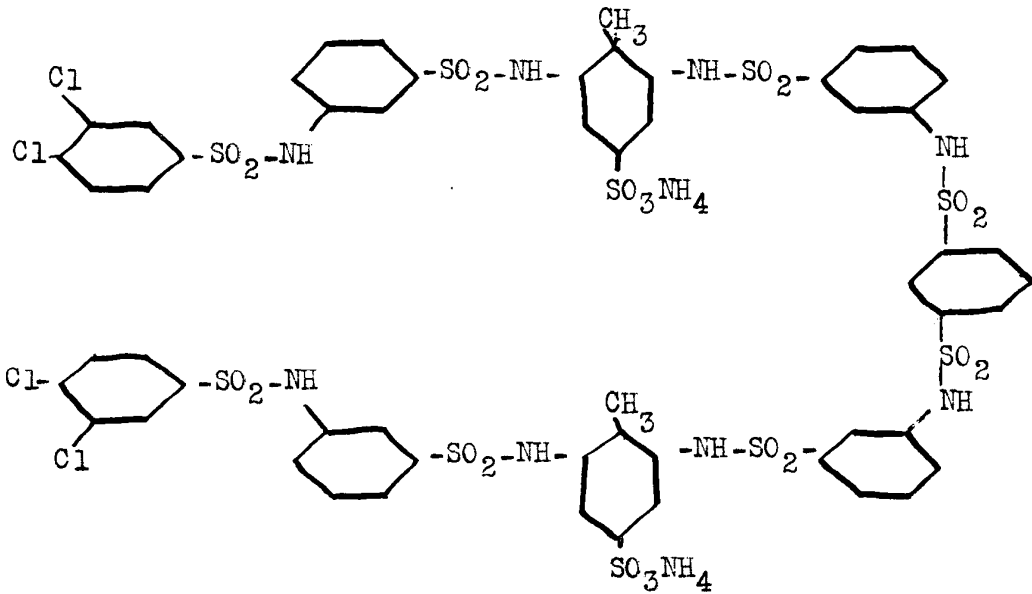
se disuelven bien en agua fría y caliente y presentan las propiedades curtientes y reservadoras de toda la clase de estos cuerpos.

E j e m p l o 8:
- - - - -

512 partes de ácido bis-(3'-aminobenzolsulfonil)-2.6-tolui
5 lenodiamina-4-sulfónico) preparado por condensación de dos molé-
culas de cloruro 3-nitro-benzol-1-sulfónico con un mol de ácido
2.6-toluilendiamina-4-sulfónico en disolución acuosa y en presen
cia de creta y por reducción del producto de condensación en di-
solución acuosa con polvo de hierro) se disuelven en caliente en
10 4.000 partes de agua agregando la cantidad necesaria de lejía de
sosa cáustica para reacción neutra. Se agregan unas 70 partes de
creta y 145 partes de cloruro benzol-1.3-disulfónico finamente
pulverizado y se agita la emulsión a unos 40° hasta que se debi-
lita el desprendimiento de anhídrido carbónico. Al final se ca-
15 lienta todavía algunas horas a 60° y luego por diazoación de una
prueba equivalente puede demostrarse que han reaccionado aproxi-
madamente el 50 % de los grupos amino diazocables en la diaminocom-
binación introducida. Para terminar la condensación se incorporan
ahora 282 partes de cloruro 3.4-diclorobenzol-1-sulfónico y unas
20 70 partes de creta. Se vuelve a agitar a 60° hasta que cesa el
desprendimiento de anhídrido carbónico. El producto de la reacción
se separa entonces rápidamente en forma oleaginosa y después de
enfriar a unos 20° puede decantarse del caldo claro como una ma-
sa desmenuzable. En la forma usual se verifica la purificación y
25 precipitación de la sal calcico-sódica en la sal amónica fácilmen-
te soluble en agua del producto de condensación de la fórmula pro-
bable:



5



10

15

El producto forma, disuelto en 25 % próximamente de agua, un jara
 be espeso, que puede aprovecharse ventajosamente por ejemplo como
 extracto curtiente para preparar cueros llenos, blancos, blandos
 e inalterables a la luz.

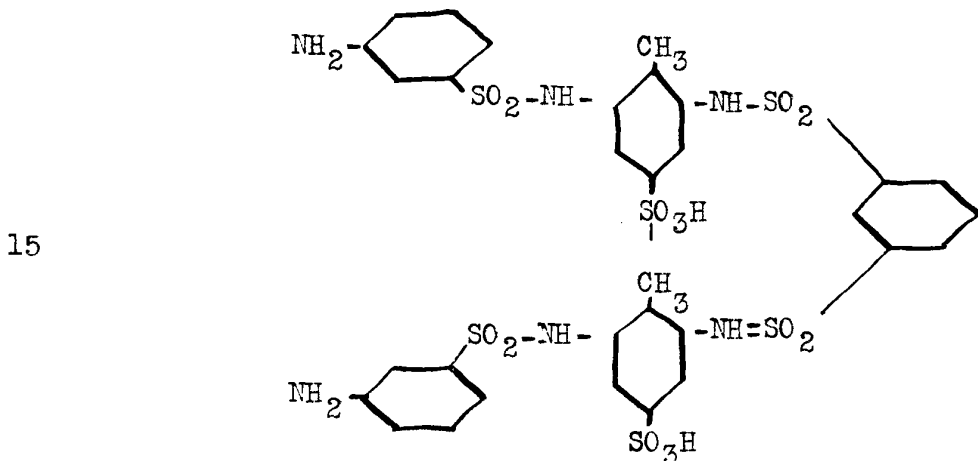
E j e m p l o 9:
 - - - - -

202 partes de ácido puro 2.6-toluilenediamina-4-sulfónico
 se disuelven en 2.000 partes de agua caliente con la cantidad
 equivalente de lejía de sosa cáustica. A la disolución se incor-
 poran a 40° 145 partes de cloruro benzol-1.3-disulfónico y unas
 60 partes de creta y se agita a la indicada temperatura hasta que
 haya cesado el desprendimiento de anhídrido carbónico. A la diso-
 lución neutra que todavía posee la mitad del índice de diazoación,
 se agregan luego 254 partes de cloruro 3-nitrobenzol-sulfónico fi-
 namente tamizado y unas 70 partes de creta y se sigue agitando a
 unos 40° hasta que vuelve a debilitarse el desprendimiento de an-
 hídrido carbónico. Después se calienta todavía breve tiempo a 55 -
 60° y se acidula, cuando en la mezcla de reacción ya no existe
 sustancia diazoable, con ácido clorhídrico bruto en exceso. Des-
 pués de enfriar puede extraerse el caldo claro del jarabe situado

30



en el fondo del recipiente. Este jarabe se disuelve de nuevo en caliente con unas 2.000 partes de agua y la disolución obtenida se incorpora poco a poco a una suspensión de 400 partes de polvo de hierro en 1.000 partes de agua, bien agitada, caliente a 90° y acidulada con ácido clorhídrico. Se agita durante varias horas a 90° y luego cuando se ha terminado la reducción, se alcaliniza claramente con lejía de sosa cáustica, se separa del lodo de hierro por aspiración el caldo de la reducción y se vierte sobre ácido clorhídrico bruto en exceso. Se obtiene con buen rendimiento la aminocombinación de la constitución:



20 como producto granuloso de color claro.

458 partes de esta diaminocombinación se disuelven en unas 3.000 partes de agua caliente agregando la cantidad equivalente de lejía de sosa cáustica. Se enfría a 40°, se agregan 282 partes de cloruro 3.4-diclorobenzol-1-sulfónico y unas 70 partes de creta precipitada y se hace agitar la mezcla hasta que cesa el desprendimiento de anhídrido carbónico. Luego se puede todavía calentar breve tiempo a 60 - 70° y cuando ya no existe sustancia diazobla, acidular con ácido clorhídrico bruto hasta reacción permanente ácida al congo. Al final se enfría a unos 20°, se separa el caldo claro sobrenadante por decantación de la torta sólida compacta del producto de condensación y éste por precipitación de la mezcla de sal sódico-cálcica se convierte del modo descrito en la

25

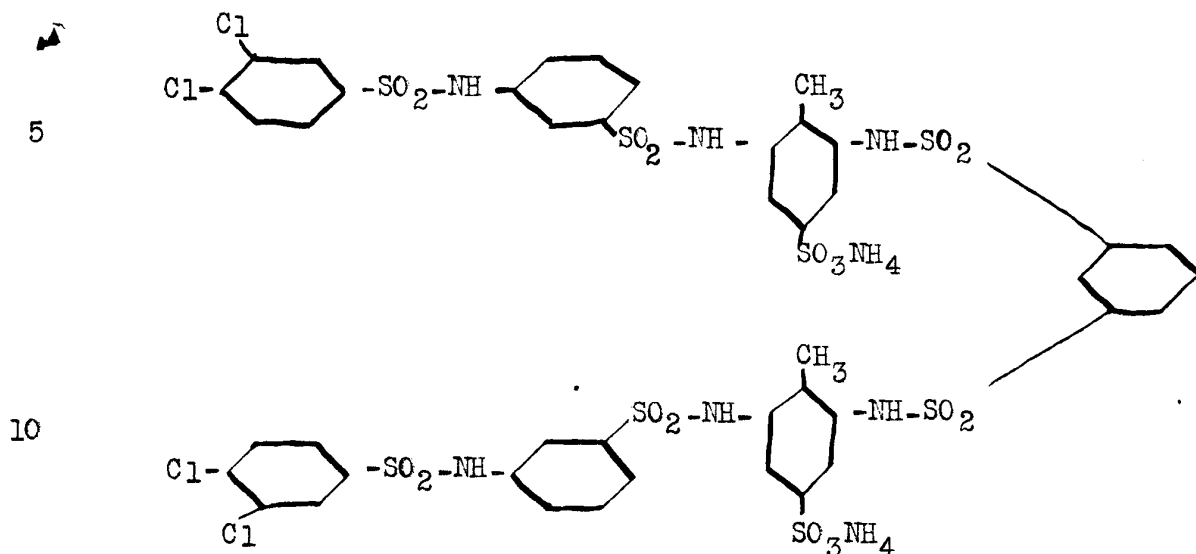
30



143171

correspondiente sal amónica o alcalina fácilmente soluble en agua.

Los productos obtenidos con la fórmula probable:



15 forman desecados de sus disoluciones, polvos de color claro que pueden emplearse como curtientes o también para reservar la fibra animal lo mismo que como mordientes en la precipitación de los colorantes básicos.

N O T A.-
 = = = = =

El presente certificado de adición comprende las siguientes reivindicaciones:

20 1.- Mejoras en el objeto de la patente principal número 143.136, caracterizadas porque los halogenuros aromáticos de los ácidos disulfónicos se hacen reaccionar con un exceso de diamino-combinaciones aromáticas conteniendo grupos sulfo y los grupos amino dejados libres se acilan mediante los radicales de los ácidos sulfónicos o carboxílicos aromáticos, reduciéndose también en

25 grupos amino los grupos nitro eventualmente existentes en la molécula y acilándose en igual forma.

30 2.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal número 143.136.- Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva.



Consta esta memoria de dieciocho páginas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 22 de Septiembre de 1936.-

GUILLERMO ROEB
P.P.