



144188

P A T E N T E  
D E  
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE DERIVADOS DEL CRISENO",  
a favor de la razón social suiza Sociedad para la Industria  
Química en Basilea, residente en Basilea (Suiza).

====ooOoo====

MEMORIA DESCRIPTIVA

Se ha descubierto que se pueden obtener derivados del  
eriseno cuando se transforman productos sustitutivos del ha-  
lógeno del eriseno con compuestos tales que contienen a lo  
menos un átomo de hidrógeno combinado con nitrógeno, así co-  
mo grupos capaces de ser tratados en la tina.

5.

Para la transformación del eriseno con los productos  
sustitutivos del halógeno, como por ejemplo con los 2-bromo-,  
2,8-dibromo- o 2,8-diclorcrisenos, que además de halógeno  
aun pueden contener otros sustitutivos, pueden ser empleados  
los compuestos más diversos que contienen a lo menos un átomo  
de hidrógeno combinado con nitrógeno, así como grupos capaces  
de ser tratados en la tina, pudiendo ejercer, en caso dado,  
su reacción tanto simultánea como sucesivamente sobre 1 mol.

10.



- de un oriseno que contenga varios átomos de halógeno, varias
15. mol. de estos mismos o de distintos compuestos. Compuestos que contienen a lo menos un átomo de hidrógeno combinado con nitrógeno así como grupos capaces de ser tratados en la tina, como por ejemplo a lo menos un grupo carbonílico combinado
20. anularmente, pueden ser derivados de antraquinona, o bien pueden pertenecer a sistemas anulares de condensación más elevada; tales compuestos son por ejemplo aminoantraquinonas, verbigracia la 1-aminoantraquinona y las 1-aminoarilaminoantraquinonas, además aminoacilaminoantraquinonas, en las que el radical de acilo puede ser por ejemplo el radical de un
25. ácido alifático, aromático o heterocíclico, como por ejemplo ácido carbónico tales como por ejemplo 1-amino-4-benzoilaminoantraquinona, 1-amino-5-benzoilaminoantraquinona, 1-amino-5-benzoilamino-8-metoxiantraquinona, 1-amino-5,8-dibenzoilaminoantraquinona, 1-aminoantraquinoncilaminoantraquinona, además,
30. verbigracia, aminopirantronas y aminodibenzantronas, luego derivados de aminoantraquinona cuyas posiciones -1 y -9 son miembros de un anillo heterocíclico, como por ejemplo amino-1,9-antrapirimidinas, amino-1,9-antrapiridonas, amino-1,9-isotiazolantronas y amino-1,9-pirazolantronas; finalmente
35. también derivados de aminoantraquinona en los que dos átomos de carbono que se hallan en posición -o uno con relación a otro, son miembros de un sistema anular heterocíclico, como suele ser el caso por ejemplo con las amino-1,2-antraquinonacridonas. Todos estos compuestos pueden contener además,
40. sustitutos.

La transformación de los productos de sustitución del halógeno del oriseno con compuestos que contienen a lo menos un átomo de hidrógeno combinado con nitrógeno, así como a lo



45. menos un grupo carbonílico combinado anularmente, es llevada a cabo ventajosamente por calentamiento de los componentes en disolventes o medios de dilución como por ejemplo nitrobenzol, clornaftalina o alcohol amílico o compuestos de cobre, así como de medios que combinan el ácido como carbonatos de álcali y/o acetato de sodio deshidratado.

50. Los productos de la presente solicitud de patente representan productos intermedios especialmente valiosos para la preparación de colorantes.

Ejemplo 1.

55. 46,8 partes de 2,8-dibromocriseno obtenidos por dibromización de criseno en vinagre glacial según Ber. 60 pág. 145, o según J.pr.Ch.(2), 9,275, 56 partes de 1-aminoantraquinona, 9,6 partes de cloruro de cobre y 54 partes de acetato de sodio deshidratado se remueven con 720 partes de nitrobenzol durante 16 horas a una temperatura de 190-200°. Con ello se  
60. separa el producto de transformación y puede ser extraído por filtración. Para la eliminación del compuesto de cobre se extrae por cocción con ácido clorhídrico diluido, con lo cual se obtienen pequeñas agujas violeto-pardas. Estas últimas pueden ser recristalizadas de  $\alpha$ -clornaftalina. Se disuelven en ácido clorhídrico concentrado con color pardo y  
65. poseen un punto de fusión de más de 400°. En virtud de la determinación del nitrógeno, el producto de transformación debe ser calificado como un di-(1'-antraquinonil)2,8-diamino-criseno.

Ejemplo 2.

70. 10,3 partes de 2-bromocriseno obtenidas por monobromización de criseno en nitrobenzol, 6 partes de acetato de sodio deshidratado, 7,5 partes de 1-aminoantraquinona y 1,6



75. partes de cloruro de cobre son repartidas en 145 partes de nitrobenzol y mantenidas durante 20 horas a una temperatura de 190-200°. Después del enfriamiento la mezcla de reacción es filtrada, se lava el radical con nitrobenzol y benzol, siendo después extraído por cocción para su purificación con ácido clorhídrico al 1% aproximadamente. Se obtiene un buen rendimiento en agujas rojas que pueden ser recristalizadas a partir de nitrobenzol, que presentan un punto de fusión de 280-285° y que tiñen ácido clorhídrico concentrado en color pardo. Según el análisis, estamos en presencia de un 1'-(antraquinonil)-2-aminocriseno.

Ejemplo 3.

85. 10,3 partes de 2-bromocriseno obtenido por monobromización de criseno en nitrobenzol, 12 partes de 1-amino-4-benzoilaminoantraquinona, 1,6 partes de cloruro de cobre y 6 partes de acetato de sodio deshidratado son repartidas en 145 partes de nitrobenzol y removidas durante 20 horas a una temperatura de 190-200°. Después del enfriamiento se filtra, se lava y se extrae por cocción con ácido clorhídrico diluído para la eliminación de compuestos de cobre. El producto de reacción, obtenido en buen rendimiento, representa, después de recristalizado de nitrobenzol, pequeñas agujas azules que se disuelven en ácido clorhídrico concentrado con color amarillo-pardo, y que se descomponen a 340-350° y que apenas pueden ser tratadas en la tina. Este producto de condensación representa el (4'-benzoilaminoantraquinonil-1'-)-2-aminocriseno.
- 90.
- 95.
100. Cuando se condensa 2-bromocriseno con 1-amino-5-benzoilaminoantraquinona, se obtiene el 5'-benzoilaminoantraquinonil-1'-)-2-aminocriseno, un polvo pardo cristalizado, que en



ácido clorhídrico concentrado se disuelve con color pardo.

Ejemplo 4

105. 18 partes de acetato de sodio deshidratado y 18 partes de sosa calcinada son mantenidas en ebullición con 480 partes de nitrobenzol durante un tiempo hasta que queden destiladas 30 partes de nitrobenzol. Después del enfriamiento a 190-200° (temperatura del baño de aceite), se añaden 23,2 partes de
110. 2,8-dibromocriseno, 42 partes de 1-amino-4-benzoilaminoantraquinona y 1,5 partes de cloruro de cobre, removiéndolo a esta temperatura durante 16 horas. Luego se filtra en caliente, se lava el radical con nitrobenzol así como benzol y alcohol, extrayéndolo con ácido clorhídrico diluido para su purificación, lavando y secando después. Se obtiene un muy buen rendimiento (más del 90%) de un polvo azul, que tiñe el ácido clorhídrico concentrado en color amarillo-pardo, que posee un punto de fusión situado encima de 460° y que muy difícilmente puede ser tratado en la tina. A base del análisis, nos
115. hallamos en presencia del di-(4'-benzoilamino-1'-antraquinonil)-2,8-diaminocriseno.
- 120.

Se obtiene el mismo producto cuando el 2,8-dibromocriseno es sustituido por una cantidad equivalente de 2,8-diclorocriseno.

125. El 2,8 dibromocriseno empleado en el presente ejemplo, se obtuvo del modo siguiente:

130. 22,8 partes de criseno con punto de fusión 251° se reparten en 200 partes de nitrobenzol, y se añaden a gotas durante 3 horas a una temperatura de 15-25°, 35 partes de bromo. A continuación, por lo pronto se remueve durante 16 horas a 25-30° y finalmente durante 22 horas a 35-40°. El



2,8-dibromocriseno ha quedado separado, y después de haber pasado aire a través de él para fines de eliminar el ácido bromhídrico, puede ser lavado por filtración. Se forma un polvo cristalino que funde a 273-275°.

135.

Se puede prescindir de la destilación del nitrobenzol descrito en el primer párrafo de este ejemplo, cuando se emplea nitrobenzol seco.

#### Ejemplo 5.

140.

4,5 partes de acetato de sodio deshidratado y 4,5 partes de sosa calcinada son mantenidas en ebullición con 138 partes de nitrobenzol, hasta que hayan quedado destiladas 18 partes de nitrobenzol. Después del enfriamiento a 190-200° (temperatura del baño de aceite) se añaden 5,8 partes

145.

de 2,8-dibromocriseno, obtenido por dibromización de criseno en nitrobenzol, 10,5 partes de 1-amino-5-benzoilaminoantraquinona y 0,4 partes de cloruro de cobre, removiendo durante 16 horas a la temperatura indicada. Ahora se filtra en caliente, se lava el radical con nitrobenzol separando después el nitrobenzol por destilación con vapor de agua y sometiendo a la cocción el colorante con ácido clorhídrico diluido para su purificación subsiguiente, filtrando, lavando y secando después. Se obtiene un muy buen rendimiento en pequeñas agujas de color olivo-pardo que tiñen el ácido clorhídrico de color pardo-rojo y que poseen un punto de fusión encima de 460°. Según el análisis, estamos frente al di-(5'-benzoilamino-1'-antraquinonil)-2,8-diaminocriseno.

150.

155.

Ejemplo 6.

160.

3,8 partes de 2,8-dibromocriseno, obtenido por dibromización de criseno en nitrobenzol, 7,5 partes de 1-amino-



165. -5-benzoilamino-8-metoxiantraquinona, 3 partes de sosa calcinada, 3 partes de acetato de sodio deshidratado y 0,3 partes de cloruro de cobre son repartidas en 72 partes de nitrobenzol y mantenidas durante 16 horas a una temperatura de 190-200°. La mezcla de reacción es filtrada en caliente siendo lavado el radical con nitrobenzol, benzol y alcohol y sometido a la cocción con ácido clorhídrico diluido para su purificación. Se consigue un buen rendimiento en prismas pequeños de color violeta-pardo que se disuelven en ácido clorhídrico concentrado con color pardo y que poseen un punto de fusión encima de 460°. Según el análisis, nos hallamos en presencia de un di-(5'-benzoilamino-8'-metoxi-1'-antraquinonil)-2,8-diaminocriseno.
- 170.

Ejemplo 7.

175. 11,6 partes de 2,8-dibromocriseno, 15,3 partes de 1-amino-4-metoxiantraquinona, 9 partes de acetato sódico deshidratado y 9 partes de sosa calcinada, así como 0,9 partes de cloruro de cobre son repartidas en 200 partes de nitrobenzol y mantenidas durante 16 horas a una temperatura de
180. 193-203°. La mezcla de reacción es filtrada en caliente, siendo lavado el radical con nitrobenzol así como benzol y sometido a la cocción para su purificación, primero con ácido clorhídrico diluido y luego con alcohol. Se obtiene un buen rendimiento de un polvo verde cristalino, que se disuelve en ácido clorhídrico concentrado con color violeta-
185. azul y que posee un punto de fusión situado encima de 460°. En virtud del análisis, resulta el di-(4'-metoxi-1'-antraquinonil)-2,8-diaminocriseno.

190. De modo pañecido pueden ser obtenidos los cuerpos siguiente:



- 1) producto de condensación de 1 mol. de 2,8-dibromocriseno + 2 mol. de 1-amino-8-benzoilaminoantraquinona. Agujas pequeñas de color pardo hasta oliva. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> conc. naranja.
- 195. 2) " + 2 mol. de 4,4'-diamino-1,1'-diantrimid. polvo azul-negro. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> conc.: azul-verde.
- 3) " + 2 mol. de 1-amino-4-anilinoantraquinona. Agujas pequeñas violetas-azul. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Conc.: azul
- 200. 4) " + 2 mol. 1-amino-3-(N)4-benzantraquinonacridona. Polvo verde. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> conc.: gris-violeta-negro.
- 5) " + 2 mol. 1,4-diaminoantraquinona, Polvo negro-azulado. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> conc.: azul.

205.

Ejemplo 8.

9 partes de acetato sódico deshidratado y 9 partes de sosa calcinada son mantenidas en ebullición con 480 partes de nitrobenzol hasta que 48 partes de nitrobenzol queden destiladas. Después del enfriamiento a 160-165°, se añaden 23,2 partes de 2,8-dibromocriseno obtenido por dibromización de criseno en nitrobenzol, 21 partes de 1-amino-4-benzoilaminoantraquinona y 0'75 partes de cloruro de cobre y se remueve durante 16 horas a 160-165°. A continuación se filtra en caliente, se lava el radical con nitrobenzol, benzol y alcohol, y para fines de purificación se somete a cocción con ácido clorhídrico diluido, se separa por filtración, se lava y extrae nuevamente con alcohol. Después de la recristalización de  $\alpha$ -clornaftalina, se obtiene un buen rendimiento en agujas pequeñas azules que se disuelven en ácido clorhídrico concentrado con color amarillo-verde que pronto se convierte en olivo-pardo, y se descomponen a 380°.

210.

215.

220.



Ejemplo 9.

225. 3 partes de acetato de sodio deshidratado y 3 partes de sosa calcinada son mantenidas en ebullición con 240 partes de nitrobenzol hasta que queden destiladas 30 partes de nitrobenzol. Después del enfriamiento a 190-200°, se añaden 12,9 partes del producto de transformación obtenido en el ejemplo 8, 6,9 partes de 1-amino-5-benzoilaminoantraquinona y 0,3 partes de cloruro de cobre, removiendo a esta temperatura
230. durante 16 horas. Después se filtra en caliente, se lava el radical con nitrobenzol, benzol y alcohol, y se le somete a cocción con ácido clorhídrico diluido para su purificación, separando por filtración, lavando con agua y secando finalmente. Se obtiene un muy buen rendimiento de un polvo azulado,
235. que puede ser recristalizado de  $\alpha$ -clornaftalina, que se descompone a 434° y que tiñe el ácido clorhídrico concentrado en color pardo. Según el análisis, se obtiene un (5'-benzoilamino-1'-antraquinonil)-(4'-benzoilamino-1'-antraquinonil) 2,8-diaminocriseno.

240.

Ejemplo 10.

245. 9 partes de acetato sódico deshidratado y 9 partes de sosa calcinada son mantenidas en ebullición con 480 partes de nitrobenzol hasta que queden destiladas 48 partes del nitrobenzol. Después del enfriamiento a 160-165°, se añaden 23,2 partes de 2,8-dibromocriseno, obtenidas por dibromización de criseno en nitrobenzol, 20,6 partes de 1-amino-5-benzoilaminoantraquinona y 0,75 partes de cloruro de cobre y se remueven durante 16 horas a 160-165°. A continuación se filtra en caliente, se lava el radical con nitrobenzol, benzol y alcohol; para fines de purificación se le separa
250. por cocción con ácido clorhídrico diluido, se filtra, se lava y se extrae nuevamente con alcohol. Se obtiene un buen rendi-



255. miento de pequeñas agujas de color olivo-pardo, que se disuelven con color pardo en ácido clorhídrico concentrado, y que poseen un punto de fusión encima de 300°.

Ejemplo 11.

260. 1,5 partes de acetato sódico deshidratado y 1,5 partes de sosa calcinada son mantenidas en ebullición con 120 partes de nitrobenzol hasta que queden destiladas 12 partes del nitrobenzol. Después del enfriamiento a 193-200°, se añaden 6,5 partes del producto de transformación, obtenido en el ejemplo 10, 3,5 partes de 1-amino-5-benzoilaminoantraquinona y 0,15 partes de cloruro de cobre y se remueven durante 16 horas a una temperatura superior a 194-204°. Luego se filtra  
265. en caliente, se lava el radical con nitrobenzol, benzol y alcohol, se separa por cocción para su purificación, con ácido clorhídrico diluido, se filtra, se lava y se extrae nuevamente por cocción con alcohol. Se obtiene con muy buen rendimiento el di-(5'-benzoilamino-1'-antraquinonil)-2,8-diaminoorisoeno descrito en el ejemplo 5.  
270.

Ejemplo 12.

275. 1,95 partes de 2,8-dibromocriseno, 3,85 partes de 1-amino-5-(p-metoxi-)benzoilaminoantraquinona, 1,5 partes de acetato sódico deshidratado, 1,5 partes de sosa calcinada y 0,15 partes de cloruro de cobre se reparten en 60 partes de nitrobenzol secado, y se remueve durante 18 horas a una temperatura de 193-203°. La mezcla de reacción es filtrada en caliente, se lava el radical con nitrobenzol, benzol y alcohol, y para fines de su purificación se separa por cocción  
280. con ácido clorhídrico diluido; luego se filtra, se lava y se seca. Se obtiene un buen rendimiento en polvo pardo-rojo,



que se disuelve en ácido clorhídrico concentrado con color pardo y que posee un punto de fusión situado encima de 460°.

Ejemplo 13.

285. 1,95 partes de 2,8-dibromcriseno, 3,9 partes de 1-amino-5-(p-cloro-) benzoilaminoantraquinona, 1,5 partes de acetato sódico deshidratado, 1,5 partes de sosa calcinada y 0,15 partes de cloruro de cobre se reparten en 60 partes de nitrobenzol secado, y se remueve durante 18 horas a una temperatura de 193-203°. El producto de reacción se filtra en caliente y se lava el radical con nitrobenzol, benzol y alcohol; para su purificación se le separa por cocción con ácido clorhídrico, se filtra, se lava y se seca. Se obtiene un buen rendimiento en polvo pardo-oscuro, que se disuelve con color pardo y que
290. posee un punto de fusión situado encima de 460°.
- 295.

Se consiguen productos análogos cuando se sustituye el 1-amino-5-(p-cloro-)benzoilaminoantraquinona por 1-amino-5-(m-cloro-)benzoilaminoantraquinona.

Ejemplo 14.

300. 3 partes de acetato sódico deshidratado y 3 partes de sosa calcinada son mantenidas en ebullición con 96 partes de nitrobenzol hasta que hayan quedado destiladas 12 partes de nitrobenzol. Después del enfriamiento a 193-203° (temperatura del baño de aceite) se añaden 3,9 partes de 2,8-dibromcriseno,
305. 5,8 partes de 1-amino-5-acetilaminoantraquinona y 0,26 partes de cloruro de cobre y se remueve durante 18 horas a la temperatura indicada. Después se filtra en caliente, se lava el radical con nitrobenzol, benzol y alcohol, se le separa por cocción para su purificación con ácido clorhídrico diluido,
310. se filtra, se lava y se seca. Se obtiene un muy buen rendimiento en pequeñas agujas de color olivo-pardo, que se disuel-



ven en ácido clorhídrico concentrado con color rojo y que poseen un punto de fusión situado encima de 460°.

Ejemplo 15.

315. 1,5 partes de acetato sódico deshidratado y 1,5 partes de sosa calcinada son mantenidas en ebullición con 72 partes de nitrobenzol hasta que hayan quedado destiladas 12 partes de nitrobenzol. Después del enfriamiento a 190-200° (temperatura del baño de aceite) se añaden 1,95 partes de 2,8-dibromcriseno, 2,6 partes de 5-amino-1,9-antrapirimidina así como 0,15 partes de cloruro de cobre y se remueve durante 24 horas a una temperatura de 196-206°. Después se filtra en caliente, se lava el radical con nitrobenzol, benzol y alcohol, y para fines de purificación se separa por cocción con ácido clorhídrico diluido, se filtra, se lava el radical y se separa nuevamente por cocción con alcohol. Se obtiene un muy buen rendimiento en polvo pardo-oliva cristalino, que tiñe el ácido clorhídrico concentrado en color olivo-pardo, que posee un punto de fusión situado encima de 460° y que tiñe el algodón procedente de la cuba parda en tonos verde-gris.
- 320.
- 325.
- 330.

Ejemplo 16.

335. 3 partes de acetato sódico deshidratado y 3 partes de sosa calcinada son mantenidas en ebullición con 120 partes de nitrobenzol hasta que queden destiladas 12 partes de nitrobenzol. Después del enfriamiento a 190-200° se añaden 3,86 partes de 2,8-dibromcriseno, 5,7 partes de 4-amino-N-metil-1,9-antrapiridona así como 0,3 partes de cloruro de cobre, removiéndose durante 24 horas a 196-206°. Ahora se filtra en caliente, se separa por lavado, y para fines de purificación se somete a cocción con ácido clorhídrico dilui-
- 340.



do; luego se filtra, se lava y se seca. Se obtiene un muy buen rendimiento en polvo pardo cristalino, que tinte el ácido clorhídrico concentrado en color violeta y que posee un punto de fusión encima de 460°. Según demuestra el análisis, se trata de un producto de condensación de 1 mol. de 2,8-dibromcriseno y 2 mol. de 4-amino-N-metil-1.9-antrapiridona.

Ejemplo 17.

3 partes de sosa calcinada y 3 partes de acetato sódico deshidratado son mantenidas en ebullición con 108 partes de nitrobenzol hasta que queden destiladas 12 partes de nitrobenzol. Después del enfriamiento a 193-203°, se añaden 3,86 partes de 2,8-dibromcriseno, 7,6 partes de 1-amino-5-cianamoinlaminoantraquinona así como 0,3 partes de cloruro de cobre, removiéndolo a esta temperatura durante 24 horas. Después se escurre en caliente, se lava el radical y para fines de purificación se le separa por ebullición con ácido clorhídrico diluido, se filtra, se lava y se separa nuevamente por ebullición con alcohol. Se obtiene con muy buen rendimiento un polvo pardo, que se disuelve en ácido clorhídrico concentrado con color pardo.

365. Cuando se condensa 1 mol. de 2,8-dibromcriseno con 2 mol. de 1-amino-5- $\beta$ -piridoilaminoantraquinona, se obtiene un polvo pardo-oliva, que se disuelve en ácido clorhídrico concentrado con color rojo.

370. 1 mol. de 2,8-dibromcriseno condensada con 2 mol. de 1-amino-5-(2'-antraquinonoil)-aminoantraquinona, dan un polvo pardo que tinte el ácido clorhídrico concentrado de color rojo-pardo. Tinte el algodón procedente de la tina parda en tonos pardo-oliva.

Ejemplo 18.

4,7 partes de aminodibenzantrona finamente pulveriza-



375. das, 1,95 partes de 2,8-dibromcriseno, 1,5 partes de acetato sódico deshidratado y 1,5 partes de sosa calcinada, así como 0,2 partes de cloruro de cobre son repartidas en 120 partes de nitrobenzol y mantenidas durante 22 horas a una temperatura de 208-212°. La mezcla de reacción se filtra en caliente y el radical es separado por lavado con nitrobenzol, benzol y alcohol; para fines de purificación se le separa por cocción con ácido clorhídrico diluido. Se obtiene con buen rendimiento un polvo negro, que se disuelve en ácido clorhídrico concentrado con color violeta-rojo, y que posee un punto de fusión encima de 460° y tiñe el algodón procedente de la tina azul en sólidos tonos grises-verdosos.
- 380.

385.

Ejemplo 19.

- 9,7 partes de (4'-benzoilaminoantraquinonil)-1',2-amino-8-bromcriseno obtenidas según el ejemplo 8, 6,9 partes de 1-amino-4-anilinoantraquinona, 2,5 partes de acetato sódico deshidratado y 2,5 partes de sosa calcinada así como 0,3 partes de cloruro de cobre son repartidas en 120 partes de nitrobenzol secado y removidas durante 16 horas a una temperatura de 193-203°. La mezcla de reacción es filtrada en caliente, lavada y separada por cocción con ácido clorhídrico diluido para fines de su purificación. Se obtiene con muy buen rendimiento un polvo azul obscuro que se disuelve en ácido clorhídrico concentrado con color verde neutro.
- 390.
395. Según el análisis, se trata de un (4'-benzoilamino-1'-antraquinonil)(4'-anilino-1'-antraquinonil)-2,8 diaminocriseno.

Ejemplo 20.

400. 3,25 partes de (4'-benzoilaminoantraquinonil)-1',2-amino-8-bromcriseno, obtenido según el ejemplo 8, 1,8 partes de 4-amino-2-(N)1-benzantraquinonacridona, 1,5 partes de acetato sódico deshidratado, así como 0,15 partes de cloruro de sodio y 1,5 partes de sosa calcinada y



- ruro de cobre son repartidas en 70 partes de nitrobenzol secado
405. y mantenidas durante 24 horas a una temperatura de 196-206°. La mezcla de reacción es filtrada en caliente, se lava el radical con nitrobenzol, benzol y alcohol, y para fines de purificación se le separa por cocción con ácido clorhídrico diluido. Se obtiene con muy buen rendimiento un polvo azul que
410. se disuelve en ácido clorhídrico primero con color pardo-rojo y luego con color pardo-oliva, y que posee un punto de fusión encima de 460° y tiñe el algodón procedente de la tina oliva en tonos verdes.

Ejemplo 21.

415. Se amasa detenidamente 1 parte del colorante del ejemplo 18, último párrafo, con 6 partes en volumen de lejía de sosa cáustica 36° Bé y 100 partes de agua de 40-50°, se añaden 2 partes de hidrosulfito y se trata en la tina durante 1/2 hora a la temperatura indicada. Al baño tintóreo se añaden
420. 3 partes en volumen de lejía de sosa cáustica 36° Bé, así como 1 parte de hidrosulfito, y se le aumenta con inclusión de la tina de base a 2000 partes en volumen, añadiendo luego la tina de base. Se introducen 50 partes de algodón, se manipula durante 1/4 de hora y se tiñe durante 1 hora a
425. 50-60°; luego se retuerce, se oxida durante 1/2 hora al aire, se lava, se acidula y se jabonea hirviendo. El algodón es teñido en tonos pardo-oliva.

Ejemplo 22.

430. Se amasan detenidamente 0,5 partes del colorante del ejemplo 19 con 4 partes en volumen de lejía de sosa cáustica 36° Bé y 100 partes de agua de 25-30°, se añade 1 parte de hidrosulfito en polvo concentrado y se trata en la tina durante media hora a la temperatura indicada. El baño tintóreo es obtenido como sigue:



435. 900 partes en volumen de líquido de lavaje, 1 parte en volumen de lejía de sosa cáustica 36° Bé, 0,5 partes de hidrosulfito concentrado. En este baño se vierte el colorante tratado en la tina y se tiñe durante 1 hora a 25-30° C. Después de un teñido de 1/4 de hora, se añaden 10 partes de sal común o sulfato sódico neutro calcinada. Después del teñido se retuerce, se oxida al aire, se lava y se revela hirviendo durante 1/2 hora con 5 partes de jabón y 2 partes de sosa por litro. El algodón resulta teñido en sólidos tonos grises-verdosos.
- 440.

445. Ejemplo 23.

- Se amasan detenidamente 0,5 partes del colorante del ejemplo 16 con 4,5 partes en volumen de lejía de sosa cáustica 36° Bé y 100 partes de agua de 50-60°, se añaden 1,2 partes de hidrosulfito y se trata en la tina durante 1/2 hora a la temperatura indicada. Al baño tintóreo se añaden 1,5 partes en volumen de lejía de sosa cáustica 36° Bé, se introducen 20 partes de algodón, se tiñe durante 3/4 de hora a 50-60°, se retuerce, se oxida durante 1/2 hora al aire, se lava, se acidula y se jabonea hirviendo. El algodón resulta teñido en tonos verde-grises.
- 450.
- 455.

N O T A

- Es objeto de esta patente de invención que se solicita "Procedimiento para la obtención de derivados del criseno", 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:
- 460.

1.- Procedimiento para la obtención de derivados del criseno, caracterizado porqué se transforman productos sus-



465. titutivos de halógeno del criseno con compuestos tales que contienen a lo menos un átomo de hidrógeno combinado con nitrógeno, así como grupos capaces de ser tratados en la tina.

2.- Procedimiento para la obtención de derivados del criseno.

La presente memoria consta de diez y siete hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Barcelona, 11 de Junio de 1938.

SOCIEDAD PARA LA INDUSTRIA QUIMICA EN BASILEA

P.a. JAIME ISERN

P. P.