

148863



CLARKE, MODET Y Cia

MEMORIA DESCRIPTIVA

para

solicitar una PATENTE de INVENCION por VEINTE años en ESPAÑA, por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE DERIVADOS DEL CRISENO", a favor de la Sociedad para la Industria Química en Basilea, sociedad suiza, residente en Basilea (Suiza).

----oo00oo----

Se ha descubierto que se pueden obtener derivados del criseno, haciendo reaccionar productos de substitución

5 halógenos del criseno con compuestos que contengan como mínimo un átomo de hidrógeno enlazado con nitrógeno, así como grupos entinables.

Para la reacción con los productos de substitución halógenos del criseno, v. gr. los 2-bromo-, 2,8-dibromo- o 2,8-dicloro-crisenos que aparte de halógenos pueden contener otros substituyentes, es factible aplicar los compuestos más diversos, conteniendo como mínimo un átomo de hidrógeno enlazado al nitrógeno, así como grupos entinables, pudiendo actuar eventualmente sobre una molécula de un criseno incluyendo varios átomos halógenos, varias moléculas de compuestos idénticos o diferentes de entre los mencionados, ya sea simultáneamente ya sucesivamente. Compuestos que contengan como mínimo un átomo de hidrógeno enlazado al nitrógeno, así como grupos entinables, v. gr. como mínimo un grupo carbonílico enlazado cíclicamente, los pueden constituir los derivados de la antra-quinona o bien pueden pertenecer a sistemas cíclicos de condensación más elevada; tales compuestos son, por ejemplo, las amino-antra-quinonas cual la 1-amino-antra-quinona y las 1-amino-arilo-amino-antra-quinonas, luego las amino-acilo-amino-antra-quinonas, en las cuales el radical acílico lo puede constituir v. gr. el remanente de un ácido alifático, aromático o etero-cíclico, como por ejemplo el carboxílico, cual v. gr. la 1-amino-4-benzoilo-amino-antra-quinona, la 1-amino-5-benzoilo-amino-antra-quinona, la 1-amino-5-benzoilo-amino-8-metoxi-antra-quinona, la 1-amino-5,8-dibenzoilo-amino-antra-quinona, la 1-amino-antra-quinonoilo-amino-antra-quinona, después por ejemplo



CLARKE, MODET & Co.
25

las amino-pir-antronas y amino-dibenceno-antronas, sucesi-
vamente tales derivados de la amino-antra-quinona, cuyas
posiciones 1 y 9 sean eslabones de un núcleo etero-cíclico,
v. gr. las amino-1.9-antra-pirimidinas, las amino-1.9-antra-
35 piridonas, las amino-1,9-iso-tiazol-antronas y las amino-
1,9-pirazol-antronas, finalmente también derivados de la
amino-antra-quinona, en los cuales dos átomos de carbono
que se encuentran en posición -o el uno respecto al otro,
constituyen eslabones de un sistema nuclear etero-cíclico,
40 cual sucede por ejemplo con las amino-1,2-antra-quinona-
acridonas. Todos éstos compuestos pueden todavía contener
substituyentes.

La reacción de los productos de sustitución haló-
genos del criseno con compuestos conteniendo como mínimo un
45 átomo de hidrógeno enlazado con el nitrógeno y cuanto menos
un grupo carbonílico enlazado cíclicamente, conviene efec-
tuarla por calentamiento de los componentes en disolventes
o diluyentes, v. gr. en nitro-benceno, cloro-naftalina o
alcohol amílico, adecuadamente en presencia de catalizado-
res cual el cobre o sus compuestos, así como de agentes que
fijan los ácidos cual los carbonatos alcalinos y/o acetato
sódico deshidratado.

Los productos de ésta solicitud de patente repre-
sentan en especial valiosas substancias intermedias para la
55 fabricación del colorante.

E J E M P L O 1.
=====

46,8 partes de 2,8-dibromo-criseno, obtenido por



CLIPUZC

CLARKE, MOSEY & Co.

el dibromado del criseno en ácido acético glacial, según Ber. 60, página 145, o según J. pr. Ch. (2), 9, 275, así como 56 partes de 1-amino-antra-quinona, 9.6 partes de cloruro de cobre y 54 partes de acetato sódico deshidratado se agitan con 720 partes de nitro-benceno durante 16 horas a una temperatura de 190 - 200°. El producto de la reacción se desprende y puede ser separado por filtración. Para la eliminación de los compuestos cúpricos se ebulle con ácido clorhídrico diluido, obteniéndose agujitas violetas-pardas. Estas pueden recristalizarse de la α -cloro-naftalina. Se disuelven en ácido sulfúrico concentrado con color pardo y poseen un punto de fusión superior a 400°. A tenor de la dosificación del nitrógeno, el producto de la reacción ha de ser considerado como un di-(1'-antra-quinonilo)2,8-diamino-criseno.

E J E M P L O 2.
=====

10,3 partes de 2-bromo-criseno preparado por monobromado de criseno en nitro-benceno, 6 partes de acetato sódico deshidratado, 7,5 partes de 1-amino-antra-quinona y 1,6 partes de cloruro cúprico se dispersan en 145 partes de nitro-benceno y se mantienen durante 20 horas a una temperatura de 190 - 200°. Después de enfriado se filtra la mezcla reactiva, se lava el residuo con nitro-benceno así como benceno y para la purificación se le hierve con ácido clorhídrico aproximadamente del 1 %. Se obtiene en buena cosecha agujas encarnadas que pueden ser recristalizadas del nitro-



CLARKE, MODET Y C^o

benceno, poseen un punto de fusión a 280 - 285° y tienen de
85 moreno el ácido sulfúrico concentrado. El análisis demues-
tra que se trata de un 1'-(antra-quinonilo)-2-amino-criseno.

E J E M P L O 3.

=====

10,3 partes de 2-bromo-criseno, elaborado por mo-
no-bromado de criseno en nitro-benceno, 12 partes de 1-amino-
90 no-4-benzoilo-amino-antra-quinona, 1,6 partes de cloruro de
cobre y 6 partes de acetato sódico deshidratado se distri-
buyen en 145 partes de nitro-benceno y se agitan durante
20 horas a una temperatura de 190 - 200°. Luego se deja en-
friar, después se filtra, se lava y para eliminar los com-
95 puestos cúpricos se bulle con ácido clorhídrico diluido. El
producto de condensación obtenido en muy buen rendimiento
forma tras de la recristalización a partir del nitro-benceno
agujitas azules que se disuelven en ácido sulfúrico concen-
trado con color amarillo-pardo, se descomponen a 340 - 350°
100 y difícilmente se prestan para ser entintados. En éste proce-
so de condensación existe el (4'-benzoilo-amino-antra-quinonilo-1'-)-2-amino-criseno.



CLARKE, MODET Y CIA

105 Condensando 2-bromo-criseno con 1-amino-5-benzoilo-
amino-antra-quinona, se obtiene el 5-benzoilo-amino-antra-
quinonilo-1'-)-2-amino-criseno, un polvo pardo cristalino
que en ácido sulfúrico concentrado se disuelve con colorea-
do pardo.

E J E M P L O 4.

=====

18 partes de acetato sódico deshidratado y 18 par-

110 tes de sosa calcinada se mantienen en ebullición con 480
partes de nitro-benceno hasta que por destilación se hayan
separado 30 partes de nitro-benceno. Luego de refrigeración
a 190 - 200° (temperatura del baño de aceite) se añaden 23,2
115 partes de 2,8 dibromo-criseno, 42 partes de 1-amino-4-ben-
zoilo-amino-antra-quinona y 1,5 partes de cloruro de cobre
y se agita durante 16 horas a dicha temperatura. Después se
filtra en caliente, se limpia el residuo con nitro-benceno,
benceno y alcohol, se ebulle con ácido clorhídrico diluido
a los fines de la purificación, se filtra se lava y se seca
120 el depósito. Se obtiene en muy buen rendimiento (más del 90 %)
un polvo azul que tiñe de amarillo-pardo el ácido sulfúrico
concentrado, tiene un punto de fusión superior a 460° y se
entina muy difícilmente.* A tenor del análisis se trata del
di-(4'-benzoilo-amino-1'-antra-quinonilo)-2,8-diamino-crise-
125 no.

Se llega al mismo producto, si el 2,8-dibromo-
criseno se substituye por una cantidad equivalente de 2,8-
dicloro-criseno.

El 2,8-dibromo-criseno, aplicado en éste ejemplo,
130 fué preparado como sigue:-

22,8 partes de criseno del punto de fusión a 251°
se dispersan en 200 partes de nitro-benceno y a una tempe-
ratura de 15 - 25° se admiten por gotas en el plazo de 3
horas 35 partes de bromo. Luego se agita durante 16 horas
135 a 25 - 30° y después durante 22 horas a 35 - 40°. El 2,8-
dibromo-criseno se ha separado y, luego de hacerle recorrer
por aire al objeto de eliminar el bromuro de hidrógeno, se



LIPUZCO

CLARKE, MODET Y CIA

le obtiene por filtración. Queda un polvo cristalino que funde a 273 - 275°.

140 La separación por destilación del nitro-benceno descrita en el primer párrafo de éste ejemplo, es superflua si se emplea nitro-benceno seco.

E J E M P L O 5.^a
=====

145 4,5 partes de acetato sódico deshidratado y 4,5 partes de sosa calcinada se mantienen en ebullición con 138 partes de nitro-benceno hasta que de éste se hayan separado 18 partes por destilación. Tras la refrigeración a 190 - 200° (temperatura del aceite) se añaden 5,8 partes de 2,8-dibromocriseno, obtenido por bromado de criseno en nitro-benceno,

150 10,5 partes de 1-amino-5-benzoilo-amino-antra-quinona y 0,4 partes de cloruro de cobre, agitándose 16 horas a ésta temperatura. Seguidamente se filtra en caliente, se lava el residuo con nitro-benceno, luego se separa éste destilándolo con vapor de agua, se ebulle el colorante con ácido sulfúrico diluído para proseguir la purificación, se separa por filtración, se lava y se seca. Se obtiene una muy buena cosecha de agujitas coloreadas de aceitunado pardo, que tiñen de moreno-encarnado el ácido sulfúrico concentrado y poseen un punto de fusión por encima de 460°. A base del análisis se

160 tiene el di-(5'-benzoilo-amino-1'-antra-quinonilo)-2,8-diamino-criseno.



CLARKE, MODÉT Y CIA

5
PUNCO

E J E M P L O 6.

=====

3,8 partes de 2,8-dibromo-criseno obtenido por la
dibromación de criseno en nitro-benceno, 7,5 partes de 1-ami-
165 no-5-benzoilo-amino-8-metoxi-antra-quinona, 3 partes de sosa
calcinada, 3 partes de acetato sódico deshidratado y 0,3
partes de cloruro de cobre se distribuyen en 72 partes de
nitro-benceno y se mantienen durante 16 horas a una tempera-
tura de 190 - 200°. La mezcla de la reacción se filtra en
170 caliente, se lava el residuo con nitro-benceno, benceno y
alcohol y para la purificación se le ebulle con ácido clor-
hídrico diluido. Se obtiene en buena cosecha pequeños pris-
mas de un violeta pardo, que en el ácido sulfúrico concen-
trado se disuelven con colorado pardo y tienen un punto de
175 fusión por encima de 460°. El análisis acusa el di-(5'-ben-
zoilo-amino-8'-metoxi-1'-antra-quinonilo)-2,8-diamino-cris-
seno.

E J E M P L O 7.

=====

11,6 partes de 2,8-dibromo-criseno, 15,3 partes
180 de 1-amino-4-metoxil-antra-quinona, 9 partes de acetato só-
dico deshidratado y 9 partes de sosa calcinada, así como 0,9
partes de cloruro de cobre se dispersan en 200 partes de
nitro-benceno y se mantienen durante 16 horas a una tempe-
ratura de 193 - 203°. La mezcla reactiva se filtra en ca-
185 liente, el residuo se lava con nitro-benceno y benceno,
para la purificación se ebulle primero con ácido clorhídri-
co diluido y luego con alcohol. Se cosecha en muy buen



CLARKE, MODET Y CIA

rendimiento un polvo verde, cristalino, que en ácido sulfúrico concentrado se disuelve con coloreación violeta-azul y tiene un punto de fusión por encima de 460°. El análisis demuestra la existencia del di-(4'-metoxi-1'-antra-quinonilo)-2,8-diamino-criseno.

De la misma manera pueden obtenerse los siguientes cuerpos:

195	1) producto de condensación de una molécula de 2,8-dibromo-criseno	2 mol. de 1-amino-8-benzoilo-amino-antra-quinona. Agujitas pardas hasta aceitunado. H ₂ SO ₄ conc: naranjado
200	2) " "	+ 2 mol. de 4,4'-diamino-1,1'-diantrimida. Polvo azul-negro. H ₂ SO ₄ conc: azul-verde.
	3) " "	+ 2 mol. de 1-amino-4-anilino-antra-quinona. Agujitas violetas azules. H ₂ SO ₄ conc.: azul.
205	4) " "	+ 2 mol. de 1-amino-3-(N)-4-benzaantra-quinona-acridona. Polvo verde. H ₂ SO ₄ conc.: gris-violeto-negro.
210	5) " "	+ 2 mol. de 1,4-diamino-antra-quinona. Polvo negro-azul. H ₂ SO ₄ conc.: azul.



CLARKE, MOBERLY CO.

E J E M P L O 8.

=====

215 9 partes de acetato sódico deshidratado y 9 partes de sosa calcinada se mantienen en ebullición con 480 partes de nitro-benceno hasta que se hayan destilado 48 partes del mismo. Posteriormente a la refrigeración a 160 - 165° se añaden 23,2 partes de 2,8-dibromo-criseno, preparado por dibromación de criseno en nitro-benceno, 21 partes de 1-amino-4-benzoilo-amino-antra-quinona y 0.75 partes de

220 cloruro de cobre, agitándose 16 horas a 160 - 165°. Entonces se filtra en caliente, se lava el residuo con nitro-benceno, benceno y alcohol, para la purificación se bulle con ácido clorhídrico diluido, se filtra, lava y extrae otra vez con alcohol. Tras la recristalización a partir de la α -cloro-
225 naftalina se tiene una buena cosecha de agujitas azules que se disuelven en ácido sulfúrico concentrado con colorido amarillo-verde que al poco se trueca en aceitunado-pardo y se descomponen a 380°.

E J E M P L O 9.
=====

230 3 partes de acetato sódico deshidratado y 3 partes de sosa calcinada se mantienen en ebullición con 240 partes de nitro-benceno hasta que por destilación se hayan separado 30 partes de éste. Después de enfriar a 190 - 200°, se añaden 12,9 partes del producto reactivo obtenido en el
235 ejemplo 8, 6,9 partes de 1-amino-5-benzoilo-amino-antraquinona y 0,3 partes de cloruro de cobre, agitándose 16 horas a dicha temperatura. Luego se filtra en caliente, se lava el residuo con nitro-benceno, benceno y alcohol. Para la purificación se bulle con ácido clorhídrico diluido, se filtra, se lava con agua y se seca. Se obtiene muy apreciable cantidad de un polvo que puede recristalizarse de la α -cloro-
240 naftalina, se descompone a 434° y tiñe de moreno el ácido sulfúrico concentrado. El análisis releva un (5'-benzoilo-amino-1'-antra-quinonilo)-4'-benzoilo-amino-1'-antra-quinonilo)-2,8-diamino-criseno.
245



CLARKE, MODET Y C.º

E J E M P L O 10

=====

9 partes de acetato sódico deshidratado y 9 partes de sosa calcinada se mantienen en ebullición con 480 partes de nitro-benceno hasta que se separan por destilación 48 partes del mismo. Después de la refrigeración a 160 - 165° se añaden 23,2 partes de 2,8-dibromo-criseno conseguido por el dibromado de criseno en nitro-benceno, 20,6 partes de 1-amino-5-benzoilo-amino-antra-quinona y 0.75 partes de cloruro de cobre, removiéndose durante 16 horas a 160 - 165°. En seguida se filtra en caliente, se lava el residuo con nitro-benceno, benceno y alcohol, para la purificación se ebulle con ácido clorhídrico diluido. Se filtra, lava y extrae otra vez con alcohol. Se obtiene un buen rendimiento de agujitas de un aceitunado-pardo que se disuelven en ácido sulfúrico concentrado con colorido moreno y tienen un punto de fusión superior a 300°.



E J E M P L O 11.

=====

1,5 partes de acetato sódico deshidratado y 1,5 partes de sosa calcinada se mantienen en ebullición con 120 partes de nitro-benceno hasta que se han desprendido por destilación 12 partes del mismo. Tras de refrigerar a 193 - 200° se adicionan 6,5 partes del producto reactivo, preparado según el ejemplo 10, 3,5 partes de 1-amino-5-benzoilo-amino-antra-quinona y 0.15 partes de cloruro de cobre, agitando 16 horas a una temperatura exterior de 194 - 204°. Después se filtra en caliente, se lava el residuo con nitro-

CLARKE, MODET Y CIA

benceno, benceno y alcohol, para la purificación se ebulle con ácido clorhídrico diluído, se filtra, lava y hierve otra vez con alcohol. Se obtiene en muy buen rendimiento el di-
275 (5'-benzoilo-amino-1'-antra-quinonilo)-2,8-diamino-criseno, reseñado en el ejemplo 5.

E J E M P L O 12.
=====

1,95 partes de 2,8 dibromo-criseno, 3,85 partes de
l-amino-5-(p-metoxi-)-benzoilo-amino-antra-quinona, 1,5 par-
280 tes de acetato sódico deshidratado, 1,5 partes de sosa cal-
cinada y 0.15 partes de cloruro de cobre se dispersan en
60 partes de nitro-benceno seco y se agitan durante 18 horas
a una temperatura de 193 - 203°. La mezcla de la reacción se
filtra en caliente, se lava el residuo con nitro-benceno,
285 benceno y alcohol, para la purificación se bulle con ácido
clorhídrico diluído, se filtra, lava y seca. Se obtiene una
buena cosecha de un polvo pardo-encarnado que se disuelve
en ácido sulfúrico concentrado con tinte moreno y tiene un
punto de fusión superior a 460°.

E J E M P L O 13.
=====

1,95 partes de 2,8-dibromo-criseno, 3,9 partes
de l-amino-5-(p-cloro-)benzoilo-amino-antra-quinona, 1,5
partes de acetato sódico deshidratado, 1,5 partes de sosa
calcinada y 0,15 partes de cloruro de cobre se dispersan
295 en 60 partes de nitro-benceno seco y se agitan durante 18



CLARKE, MODELS & CO. INC. N.Y.C.

horas a una temperatura de 193 ° - 203°. El producto reactivo se filtra en caliente, el residuo se lava con nitro-benceno, benceno y alcohol, para la purificación se bulle con ácido clorhídrico diluido, se filtra, lava y seca. Se obtiene buena cantidad de un polvo pardo-oscuro que en ácido sulfúrico concentrado se disuelve con colorido moreno y tiene un punto de fusión superior a 460°.

Se alcanzan productos de condensación parecidos substituyendo la 1-amino-5-(p-cloro-)benzoilo-amino-antra-quinona por 1-amino-5-(o-cloro-)benzoilo-amino-antra-quinona o 1-amino-5-(m-cloro-)benzoilo-amino-antra-quinona.

E J E M P L O 14.
=====

3 partes de acetato sódico deshidratado y 3 partes de sosa calcinada se mantienen en ebullición con 96 partes de nitro-benceno hasta que se segregan por destilación 12 partes del último. Posteriormente a la refrigeración hasta 193 - 203° (temperatura del baño de aceite) se añaden 3,9 partes de 2,8-dibromo-criseno, 5,8 partes de 1-amino-5-acetil-amino-antra-quinona y 0,26 partes de cloruro de cobre, agitándose durante 18 horas a ésta temperatura. A continuación se filtra en caliente, el residuo se lava con nitro-benceno, benceno y alcohol, para la purificación se ebulle con ácido clorhídrico diluido, se filtra, se lava el residuo y se le seca. Se logra muy buena cosecha de agujitas de un aceitunado pardo que se disuelven en ácido sulfúrico concentrado con tinte encarnado y tienen el punto de fusión por encima de 460°.



515
CLARKE, MOORE & CO

E J E M P L O 15.

=====

1,5 partes de acetato de sodio deshidratado y 1,5
325 partes de sosa calcinada se hierven con 72 partes de nitro-
benceno hasta que se hayan destilado 12 partes de éste. Tras
de la refrigeración a 190 - 200° (temperatura del baño oléi-
co) se añaden 1,95 partes de 2,8-dibromo-criseno, 2,6 par-
tes de 5-amino-1,9-antra-pirimidina, así como 0,15 partes
330 de cloruro cúprico y se agita durante 24 horas a una tempe-
ratura de 196 - 206°. Se pasa a filtrar en caliente, se la-
va el residuo con nitro-benceno, benceno y alcohol, al ob-
jeto de la purificación se ebulle con ácido clorhídrico di-
luído, se filtra, se lava el residuo y se vuelve a ebullición
335 con alcohol. Se consigue muy buen rendimiento de un polvo
cristalino, pardo-aceitunado, que tinte de aceitunado-paro
el ácido sulfúrico concentrado, posee el punto de fusión
encima de 460° y colorea en matices verdes-grisáceos el al-
godón procedente de tina morena.

E J E M P L O 16.

=====

3 partes de acetato sódico deshidratado y 3 par-
tes de sosa calcinada se mantienen en ebullición con 120
partes de nitro-benceno hasta que se hayan destilado 12 par-
tes del mismo. Después del enfriamiento a 190 - 200° se aña-
345 den 3,86 partes de 2,8-dibromo-criseno, 5,7 partes de 4-
amino-N-metilo-1,9-antra-piridona, así como 0,3 partes de



340

CLARKE, MODET Y CIA

cloruro de cobre, agitándose durante 24 horas a 196 - 206°. Después se filtra en caliente, se lava, para la purificación se hierve con ácido sulfúrico diluído, se filtra, lava y
350 seca. Se obtiene muy buena cantidad de un polvo cristalino, pardo, que tiñe violeto el ácido sulfúrico concentrado y posee un punto de fusión superior a 460°. El análisis nos revela que se trata del producto de condensación de 1 molécula 2,8-dibromo-criseno y 2 moléculas 4-amino-N-metil-1,9-antra-piridona.
355

E J E M P L O 17.
=====

3 partes de sosa calcinada y 3 de acetato sódico deshidratado se hierven con 108 partes de nitro-benceno hasta separar por destilación 12 partes de éste. Luego del enfriamiento a 193 - 203°, se adjuntan 3,86 partes de 2,8-dibromo-criseno, 7,6 partes de 1-amino-5-cinamoilo-amino-antra-quinona, así como 0,3 partes de cloruro cúprico, agitándose durante 24 horas a ésta temperatura. Luego se filtra en caliente por aspiración. Se lava el residuo, se purifica el mismo mediante cocción con ácido clorhídrico diluído, se filtra, lava y vuelve a ebullición con alcohol. Se cosecha con abundancia un polvo pardo que se disuelve en ácido sulfúrico concentrado con tinte pardo.
360
365

Condensando 1 molécula de 2,8-dibromo-criseno con
370 2 moléculas de 1-amino-5- β -piridoil-amino-antra-quinona, se obtiene un polvo moreno aceitunado que en ácido sulfúrico concentrado se diluye a colorido encarnado.



CLARKE, MODET Y CIA
GUINIZ

1 molécula de 2,8-dibromo-criseno, condensado con
2 moléculas de 1-amino-5-(2'-antra-quinonoilo)-amino-antra-
375 quinona dan un polvo moreno que tñe de rojo-pardo el ácido
sulfúrico concentrado. Colorea en matices de pardo aceitu-
nado el algodón procedente de tina morena.

E J E M P L O 18.
=====

4,7 partes de amino-dibenzantrona finamente pulve-
380 rizada, 1,95 partes de 2,8-dibromo-criseno, 1,5 partes de
acetato sódico deshidratado y otras tantas de sosa calcina-
da, así como 0,2 partes de cloruro de cobre se dispersan
en 20 partes de nitro-benceno y se mantienen durante 22 ho-
ras a una temperatura de 208 - 212°. La mezcla de la reacción
385 se filtra en caliente, el residuo se lava con nitro-benceno,
benceno y alcohol y se le hierve a los fines de purifica-
ción con ácido clorhídrico diluido. Se recoge en buen ren-
dimiento un polvo negro que en ácido sulfúrico concentrado
se disuelve con tinte violeto-encarnado, posee un punto de
390 fusión superior a 460° y colorea en matices pardos, verdo-
sos, el algodón de tina azul.

E J E M P L O 19.
=====

9,7 partes de (4'-benzoilo-amino-antra-quinonilo)-
1', 2-amino-8-bromo-criseno, obtenido según el ejemplo 8,
395 6,9 partes de 1-amino-4-anilino-antra-quinona, 2,5 partes
de acetato sódico deshidratado y 2,5 partes de sosa calci-



QUIPLIZCO
CLARKE, MODET Y CIA

nada, así como 0,3 partes de cloruro de cobre se distribuyen en 120 partes de nitro-benceno desecado y se agitan durante 16 horas a una temperatura de 193 - 203°. La mezcla reactiva se filtra en estado caliente, se lava y se ebulle con ácido clorhídrico diluído para purificarlo. Se obtiene en muy buen rendimiento un polvo azul oscuro que se disuelve en ácido sulfúrico concentrado con colorido verde obtuso. Por el análisis se sabe que se está en presencia de un (4'-benzoilo-amino-1'-antra-quinonilo) (4'-anilino-1'-antra-quinonilo)-2,8-diamino-criseno.

E N E M P L O 20.
=====

3,25 partes de (4'-benzoilo-amino-antra-quinonilo)-1', 2-amino-8-bromo-criseno, obtenido conforme al ejemplo 8, 1,8 partes de 4-amino-2-(N)1-benzantra-quinona-acridona, 1,5 partes de sosa calcinada y 1,5 partes de acetato sódico deshidratado, igual que 0,15 partes de cloruro cúprico se dispersan en 70 partes de nitro-benceno seco y se mantienen durante 24 horas a una temperatura de 196 - 206°. La mezcla reactiva se filtra caliente, el residuo se lava con nitro-benceno, benceno y alcohol y se hierve con ácido clorhídrico diluído al objeto de purificarlo. Se recoge un porcentaje muy elevado de un polvo azul que en el ácido sulfúrico concentrado se disuelve primero con tinte pardo-encarnado y luego pardo-aceitunado, posée el punto de fusión superior a 460° y colorea en matices verdes el algodón de tina aceitunada.



415
CLARKE, MODET Y C^{IA} S^{AS}

E J E M P L O 21.

=====

Se amasa 1 parte del colorante del ejemplo 17,
425 último párrafo, con 6 partes volumétricas de lejía de sosa
de 36° Bé y 100 partes de agua a 40 - 50°, bien detenidamen-
te; se añaden 2 partes de hidrosulfito y se entina durante
media hora a dicha temperatura. Al baño tintóreo se añaden
3 partes en volúmen de lejía de sosa a 36° Bé, así como 1
430 parte de hidrosulfito y se gradúa el baño, incluída la tina
generatriz, a 2000 partes volumétricas y se añade dicha ti-
na. Se entran 50 partes de algodón, se maneja durante 1/4
de hora y se tiñe durante 1 hora a 50° - 60°, se escurre, se
oxida 1/2 hora al aire, se escurre, acidula y se saponifica
435 hirviendo. El algodón queda teñido en matices pardos-aceitu-
nados.

E J E M P L O 22.

=====

Se amasa detenidamente 0,5 partes del colorante
según el ejemplo 18, con 4 partes volumétricas de lejía de
440 sosa a 36° Bé y 100 partes de agua a 25 - 30°, se añade
luego 1 parte de hidrosulfito en polvo concentrado y se en-
tina durante media hora a dicha temperatura. El baño tinto-
reo se prepara como sigue:

900 partes en volúmen de líquido, 1 parte volumé-
445 trica de lejía de sosa a 36° Bé, 0,5 partes de hidrosulfito
concentrado. En éste baño se vierte el colorante entinado
y se colorea durante 1 hora a 25 - 30° C. Tras de teñir du-



CLARKE, MODET Y CA
QUIPUZ

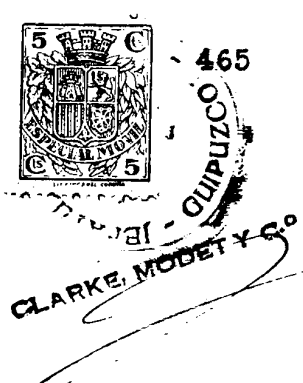
rante 1/4 de hora, se efectúa una añadidura de 10 partes de sal común o de sulfato de sodio calcinado. Después del teñido, se estruja, se oxida al aire, se escurre y con 5 partes de jabón, 2 partes de sosa por litro se desarrolla durante 1/2 hora con ebullición. El algodón resulta teñido en matices grises-verdosos, sólidos.

E J E M P L O 23.¹
=====

455 Se amasan bien 0,5 partes del colorante del ejemplo 15 con 4,5 partes volumétricas de lejía de sosa a 36° Bé y 100 partes de agua a 50 - 60°, se añaden 1,2 partes de hidrosulfito y se entina durante 1/2 hora a dicha temperatura. En el baño tintóreo se introduce 1,5 partes volumétricas de lejía de sosa a 36° Bé, se entran 20 partes de algodón, se tiñe durante 3/4 de hora a 50 - 60°, se estruja, se oxida durante media hora al aire, se escurre, acidula y saponifica hirviendo. El algodón se ha teñido de matices verdes-grises.

R E I V I N D I C A C I O N E S
=====

465
470 1).- Procedimiento para la obtención de derivados del criseno, caracterizada porque se hacen reaccionar productos de substitución halógenos del criseno con compuestos que contengan como mínimo un átomo de hidrógeno fijado al nitrógeno, así como grupos entinables.



2).- Los productos preparados según la reivindicación 1ª, y sus aplicaciones.

3).- Procedimiento para la obtención de derivados del criseno, con arreglo a la presente memoria descriptiva
475 y a las reivindicaciones anteriores.



25 Agosto 92
CLARKE, MODET Y C^o
-----000000-----