

145791

CLARKE, MODET Y C<sup>o</sup>



MEMORIA DESCRIPTIVA

para

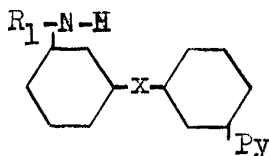
solicitar una PATENTE de INVENCION por VEINTE años en ESPAÑA, por "PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE COLORANTES AZOICOS Y SUS PRODUCTOS INTERMEDIOS", a favor de la razón social Sociedad para la Industria Química en Basilea, Sociedad suiza, residente en Basilea (Suiza).

====ooOoo====

Se ha descubierto que se obtienen nuevos colorantes cuando o bien se copulan derivados de pirazolona de

la fórmula general

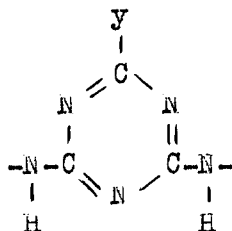
5



en la cual x se aplica para un aligamiento difenílico o un puente como -O-, -S-, -CH=CH-, -CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-, -CH<sub>2</sub>-,  $\begin{array}{c} -N- \\ | \\ H \end{array}$ ,  $\begin{array}{c} -C-N- \\ || \\ O \end{array}$ ,

10

$\begin{array}{c} -N-C-N- \\ | \quad || \quad | \\ H \quad O \quad H \end{array}$ , o bien para un anillo heterocíclico, como



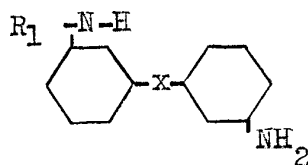
15

CLARKE, MODET Y Cia



(y = hidrógeno o cualquiera sustituto) etc., significando R<sub>1</sub> hidrógeno o el residuo de un ácido orgánico y Py una pirazolona apta para ser copulada, (cuyos derivados de pirazolona, a su vez, pueden ser obtenidos según métodos conocidos de compuestos de la fórmula general

20



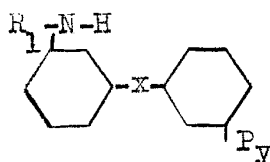
25

en la cual x tiene la significación ya indicada y R<sub>1</sub> representa un residuo de un ácido orgánico, por hidrabinación del grupo amino, condensación de las hidracinas de éste modo obtenibles con compuestos de quetona apropiados en derivados de pirazolona, pudiendo tener lugar una saponificación del residuo ácido R<sub>1</sub> durante o después de la transposición del grupo NH<sub>2</sub> en el grupo de pirazolona), o bien

30

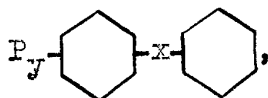
se diazotan dichos derivados de pirazolona aligándolos con  
componentes de copulación, y, en caso de contener aún los  
35 colorantes así obtenidos grupos amínicos libres, condensan-  
do éstos ya sea con derivados capaces de reaccionar de áci-  
dos orgánicos, o bien siguiendo diazotando, aligándolos con  
componentes de copulación.

Los nuevos compuestos que corresponden a la fór-  
40 mula general



en la cual x tiene la significación ya indicada, estando  
45  $\text{R}_1$  en lugar de H o el residuo de un ácido orgánico, y  $\text{P}_y$   
en lugar del residuo de pirazolona, pueden ser transforma-  
dos en nuevos colorantes azóicos ya sea por unión con com-  
puestos diazóicos o por saponificación del residuo del áci-  
do orgánico eventualmente presente, o por diazotación y  
50 unión con componentes de copulación, o bien por ambas dis-  
posiciones a la vez.

Resulta pues que los nuevos colorantes azoicos  
se caracterizan por la presencia de la agrupación atómica



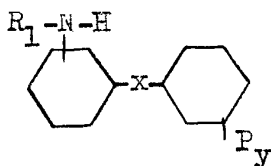
55 en la que  $\text{P}_y$  y x tienen la significación indicada anterior-  
mente y en la que por lo menos un grupo azóico se adhiere  
ya sea en el residuo de pirazolona o en el núcleo benzó-  
lico que no está ligado inmediato al núcleo de pirazolona.  
Estos colorantes se prestan especialmente para tintes de  
60 productos textiles consistentes en celulosa nativa o rege-

CLARKE, MODET Y Cia



nerada o que contengan éstas últimas. También pueden ser empleados para teñir la fibra animal, como seda o lana. La solidez de tales tintes puede ser mejorada en muchos casos por tratamiento ulterior con medios que rinden metales, for-  
65 mándose sobre la fibra compuestos metálicos. La obtención de tales compuestos metálicos también puede tener lugar en el baño de teñido en substancia o durante la formación del colorante.

Como sustancias fundamentales de los compuestos  
70 de la fórmula general



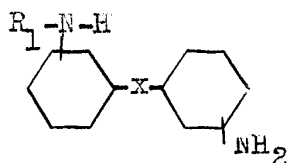
CLARKE, MODET Y CIA

75

pueden ser citadas por ejemplo: bencidina, difenilina, to-  
lidina, dianisidina, difenetidina, tioanilina, 4,4'-éter  
diaminodifenílico, 4,4'-diaminostilbenos, 4,4'-diaminodi-  
bencilos, 4,4'- respectivamente 3,3'-diaminodifenilmeta-  
nos, 4,4'-diaminodifenilaminas, 4,4'- respectivamente 4,3'  
- respectivamente 3,4'- respectivamente 3,3'-diaminoben-  
80 zoilaminas, 4,4'-ureas diaminodifenílicos, el producto  
de condensación de 2 respectivamente 3 mol de m-fenilendia-  
mina respectivamente p-fenilendiamina y 1 mol de cianuro  
muriato o el producto de condensación de 1 mol de cianuro  
muriato, 1 mol de anilina y 2 mol de p-fenilendiamina res-  
85 pectivamente de m-fenildiamina; además, productos de es-  
mi  
tructura parecida de la serie de las piridinas o de las  
quinazolininas etc., y también los ácidos sulfónicos o de  
carbonos de tales compuestos.

Por tanto, como compuestos de la fórmula general

90



95

100

pueden considerarse por ejemplo la monoformilbenoidina, monoacetilbencidina, monobenzoilbencidina, el 4- respectivamente 3- acetilamino -1-(4'- respectivamente 3'-amino) benzoilaminobenzol, el 4-amino-1-(4'- respectivamente 3'-acetilamino)-benzoilaminobenzol -3- sulfonácido, los productos de monobenzoilización-respectivamente de monoacetilización de los productos de condensación reducidos de 1 mol de la urea muriato respectivamente del isocianato de p- o m-nitralinas y 1 mol de 1,4-diaminobenzol-3-sulfonácido, los productos de condensación terciarios de 1 mol de 1,4- respectivamente 1,3-diaminobenzol-3- respectivamente 4-sulfonácido, 1 mol de monoacetilo-p- respectivamente m-fenilendiamina y 1 mol de una amina primaria o secundaria y 1 mol de cianuro muriato.

Como residuos de un ácido orgánico pueden ser citados: Los residuos del ácido carbónico, ácido fórmico, ácido acético, ácido oxálico, ácido propiónico, ácido toluol-sulfónico etc.

110

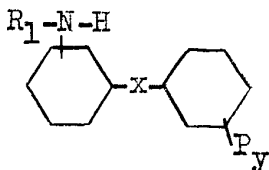
Como compuestos quetónicos apropiados, de los arriba mencionados citaremos el éster formilacético, éster oxalacético, éster benzoilacético u otros ésteres arcilacéticos, además éster arcildiacético, como éster tereftalcildiacético etc.

115

De las indicaciones anteriores resultan los productos que corresponden a la fórmula arriba explicada



CLARKE, MODET Y CIA



120

Entre los compuestos diazónicos que pues, según el presente invento, pueden ser aligados con tales productos, se citan en primer término los compuestos diazoicos simples como diazobenzol, diazonaftalina, diazotoluol, diazoanisol, diazofenetol, aminoazobenzol diazotado etc., así como sus

125

ácidos sulfónicos. Sin embargo, son de interés especial los compuestos diazoicos que en la posición-o al grupo diazónico contienen un grupo OH o carboxílico. Tales compuestos diazoicos son por ejemplo aquellos de los o-aminofenoles, o-aminonaftoles y sus ácidos sulfónicos, los compuestos dia-

130

zónicos del 1,8-aminonaftolsulfonácido, además de los o-aminocarbonácidos, como por ejemplo del antranilácido. Con ayuda de tales compuestos se obtienen colorantes que sobre la fibra o en substancia con medios que rinden metales como sales cúpricas respectivamente crómicas o hidróxidos, pueden ser transformados en compuestos metálicos valiosos.

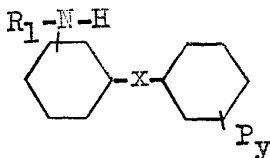


135

Entre tales colorantes resultan especialmente valiosos aquellos que por cuprificación de los colorantes azónicos se obtienen de o-aminocarbonácidos de la serie de los benzoles sobre la fibra o en substancia.

140

Entre los componentes de copulación que igualmente pueden ser aligados después de la diazotación con los compuestos de la fórmula general



145

en la cual el residuo de la pirazolona ha de ser copulado ya con compuestos diazoicos, y en la cual  $R_1$  representa el hidrógeno, pueden citarse compuestos como naftoles, amino-naftoles y sus sulfonácidos y compuestos acidílicos. Tales productos son por ejemplo el p-cresól, resorcina, betanaf-  
150 tof y sus sulfonácidos, los sulfonácidos del alfanaftol que copulan en la posición-2, los aminonaftolsulfonácidos como 2-amino-5-oxinaftalina-7-sulfonácidos, 2-amino-8-oxinaftalina-6-sulfonácidos, 1-amino-8-oxinaftalina-4,6-disulfoná-  
155 cidos, 1-amino-8-oxinaftalina-3,6-disulfonácidos (copulados ácidos o alcalinos), 2,3-oxinaftoeácido, 1-acidilamino-8-oxinaftalinsulfonácidos, colorantes azóicos capaces de ser copulados así como aminas como m-fenilendiamina, beta-naftilamina, alquil-beta-naftilamina y sus sulfonácidos etc.



CLARKE MOBET Y Co  
160

Los colorantes conseguidos según el presente procedimiento pueden ser empleados ante todo, conforme se ha dicho, para el teñido de la fibra vegetal. Sin embargo se prestan igualmente para teñir, con el mismo éxito, la celulosa regenerada, por ejemplo de la seda artificial viscosa  
165 o cúprica, así como de la seda natural. En el caso de contener los nuevos colorantes sustitutos apropiados, pueden ser diazotados sobre la fibra y ser revelados con componentes de copulación ulteriores o también por tratamiento con compuestos diazoicos. Cuando los colorantes han sido obte-  
170 nidos con ayuda de o-aminofenoles, o-aminocarbonácidos o sus ésteres y éteres, o cuando contienen la agrupación del ácido salicílico u otras agrupaciones atómicas productoras de lacas, resultan ser transformables en compuestos metáli-

cos. Como metales apropiados entran en consideración aparte  
175 de los ya mencionados cobre y cromo el níquel, cobalto,  
hierro, zinc, etc. Es evidente que tales compuestos metáli-  
cos pueden ser obtenidos tanto sobre la fibra como en subs-  
tancia.

E J E M P L O 1.

\*\*\*\*\*

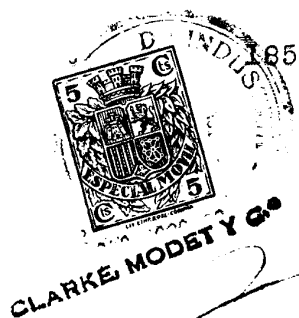
180 22,6 partes de monoacetilbencidina finamente mo-  
lida se remueven con 50 partes de agua y un poquito de hie-  
lo, mezclando con 30 partes de ácido clorhídrico  $d = 1,15$ .  
A la temperatura de  $0-10^{\circ}$  se introduce poco a poco a gotas  
una disolución de 7 partes de nitrito de sodio en unas 20  
partes de agua y después de haber añadido todo el nitrito  
se sigue removiendo durante 1 hora, filtrando después.

La solución diazónica filtrada se introduce a  $0-5^{\circ}$   
bajo removido intenso en una mezcla refrigerada desde el ex-  
terior de 100 partes de cloruro de estaño de aproximadamente  
190 63 % y 50 partes de ácido clorhídrico  $d = 1,15$ .

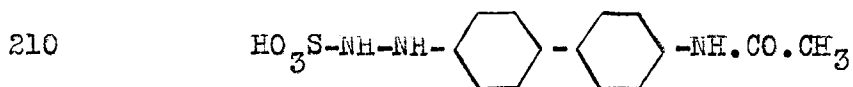
La hidracina formada se precipita casi insoluble.  
Se sigue removiendo aún unas 12 horas, se escurre, se lava  
con ácido clorhídrico diluído y luego con agua.

Por removido del producto separado, en caso dado  
195 después de haber separado el estaño con álcalis diluídos,  
se obtiene la hidracina libre. Por cristalización con al-  
cohol forma pequeñas agujas de color amarillo claro de F.  
227 $^{\circ}$ .

También puede ser introducida la solución azónica  
200 bajo removido en una mezcla de 632 partes de lejía de bi-  
sulfito al 40 %, 30 partes de carbonato de sodio y 50 par-  
tes de disolución de hidróxido de sodio 36 $^{\circ}$  Bé. Se remueve



durante la noche, se termina de separar por salificación y se escurre. El producto es removido en 2000 partes de agua y calentado hasta la cocción después de haber añadido 60 partes de ácido acético. Luego se añaden paulatinamente unas 60 partes de polvo de zinc y se sigue cociendo hasta la decoloración. Se filtra en caliente y después del enfriamiento se separa el hidracinsulfonácido de la fórmula



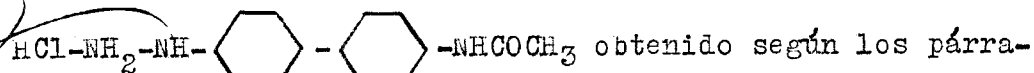
por salificación.

Por tratamiento con ácido clorhídrico el hidracinsulfonácido puede ser transformado en el clorhidrato de la base de la hidracina.

215 De modo parecido se procede con las materias de partida indicadas en el 4º y 5º párrafos de la introducción.

EJEMPLO 2.

El hidracinclorhidrato de la fórmula



220 en 500 partes de agua y 100 partes de ácido clorhídrico d = 1,15. El clorhidrato del 4-hidracino-4'-amino-difenilo pasa en solución. Se separa el estaño en caso dado con hidrógeno sulfurado, se filtra y se deja enfriar. Una gran parte del clorhidrato se convierte en precipitado. De la lejía madre puede ser separado por salificación más clorhidrato o bien se puede poner en libertad la base con álcalis. Esta última, recristalizada por alcohol, forma cristales blancos de F 179º que se vuelven pardos al aire.



CLARKE, MODET Y C<sup>o</sup>

230 El producto correspondiente de monoacetil-o,o'-  
tolidina, recristalizado por alcohol, forma pequeñas hojas  
blancas de F 184<sup>o</sup>.

E J E M P L O 3.

\*\*\*\*\*

235 24,1 partes de la hidracina del ejemplo 1<sup>o</sup> se di-  
suelven en unas 200 partes de alcohol mezclado con poca  
cantidad de vinagre helado; se añade 14 partes de éster  
acetoacético y se hierve durante 1 hora. Luego se deja en-  
friar añadiendo a la mezcla 20 partes de sosa cáustica de  
36<sup>o</sup> Bé removiendo durante 24 horas. Se calienta expulsando  
240 la mayor parte del alcohol bajo sustitución por agua, se  
filtra y se precipita la pirazolona con ácido.

Partiendo del hidracinlorhidrato, la condensa-  
ción también puede tener lugar en medios acuosos.

De modo parecido se procede con las demás hidra-  
245 cinas obtenibles según las indicaciones del ejemplo 1.

En lugar de éster acetoacético pueden ser emplea-  
dos cualquier otros ésteres de beta-quetocarbonácido, como  
entre otros: éster benzoilacético, éster tereftaloildiacé-  
tico, éster oxalacético respectivamente su compuesto sódico.

250 E J E M P L O 4.

\*\*\*\*\*

255 27,2 partes del clorhidrato de la hidracina del  
ejemplo 2<sup>o</sup> se introducen en agua caliente. Se condensa con  
14 partes de éster acetoacético a unos 60<sup>o</sup> amortiguando  
paulatinamente el ácido que queda libre en la condensación.  
Terminada ésta última se deja enfriar, se convierte en



fenolftalein-alcalino con álcali cáustico, se remueve durante 12 horas y se calienta hasta que todo haya quedado disuelto y finalmente se precipita la pirazolona por neutralización.

260 El nuevo producto se presenta en forma de un polvo blanco de F. 1942, soluble en lejía de sosa diluída así como en ácidos minerales diluídos.

E J E M P L O 5.

\*\*\*\*\*

265 Se disuelven 30,7 partes de 1-fenil-(4'-fenil-4"-acetilamino)-3-metil-5-pirazolona del ejemplo 3 en unas 500 partes de agua que contenga 10 partes de lejía de sosa de 362 Bé y 15 partes de carbonato sódico.

La solución filtrada se mezcla paulatinamente con el compuesto diazoico de 17,5 partes de sulfanilácido. Una vez terminada la copulación se calienta, se separa por salificación y se aísla el colorante formado como de costumbre. Este último se presenta en forma de polvo amarillo-naranja que tiñe el algodón en tonos amarillos.

275 Sustituyendo el sulfanilácido de éste ejemplo por otros compuestos diazóicos, pueden ser obtenidos colorantes sucesivos de acción directa. Por el empleo de compuestos diazoicos no sulfurados se forman pigmentos valiosos, mientras que empleando compuestos o-oxi- o o-carboxi-diazoicos pueden ser obtenidos colorantes metalizables.

280 Así por ejemplo, el colorante de sulfoantranilácido diazotado y 1-fenil-(4'-fenil-4"-acetilamino)-3-metil-5-pirazolona produce sobre la viscosa o sobre seda natural tintes amarillos que se convierten en colores sólidos



CLARKE, MODET & Co.  
270

285 por tratamiento cúprico ulterior. El compuesto cúprico del colorante actúa directamente con color amarillo sobre algodón o seda artificial viscosa.

290 Otros productos que tiñen amarillo hasta rojo pardo se obtienen por sustitución del sulfoantranilácido por o-aminofenolsulfonácidos de la serie de benzoles o naftalinas como sulfoaminosalicilácido, 4-cloro-2-aminofenol-6-sulfonácido, 4-nitro-2-aminofenol-6-sulfonácido, 1-amino-2-oxinaftalina-4-sulfonácido, 2-amino-1-oxinaftalina-4,8-disulfonácido etc. y transposición de los nuevos colorantes azóicos en sus compuestos cúpricos.

295 Colorantes parecidos pueden ser obtenidos por sustitución de la 1-fenil-(4'-fenil-4"-acetilamino)-3-metil-5-pirazolona por el correspondiente 1-fenil-(4'-fenil-4"-acetilamino)-5-pirazolona-3-carbonácido. Además, el grupo 4"-acetilamino puede ser sustituido por un grupo amínico sustituido por otro residuo ácido orgánico. Tales residuos ácidos pueden ser los de monocarbonácidos como, benzoeácido, ácido cinámico, sulfobenzoeácido etc. El grupo 4"-acetilamínico también puede ser sustituido por residuos de dicarbonácidos como ácido carbónico, ácido oxálico, ácido fumárico respectivamente maleínico, ácido ftálico, ácidos sulfoftálicos, pudiendo ser substituidos dos o también solo un residuo de carbonácido, Finalmente la 4"-NH<sub>2</sub> puede ser sustituida por residuos de ácido que no son residuos de carbonácido. Como tales pueden ser citados los residuos de los p-toluolsulfonácidos o del ácido ciánico. La introducción de éstos residuos también pueden tener lugar según métodos conocidos, en colorantes de la fórmula general

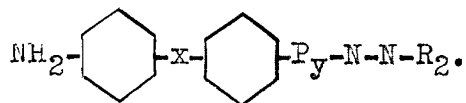
300

305

310



CLARKE, MODET Y C<sup>o</sup>



(R<sub>2</sub> significa el residuo de un componente diazoico).

315

De éste modo se pueden combinar también los productos de la presente solicitud con colorantes que contengan otros cromóforos. Así por ejemplo el producto de condensación que es obtenido por aligación de 1 mol del colorante azóico de sulfoantranilácido diazotado y 1-fenil-  
320 (4'-fenil-4"-amino)-3-metil-5-pirazolona con 1 mol 1-amino-4-(4'-amino)-fenilaminoantraquinona-3,3'-disulfonácido con ayuda de 1 mol de producto de condensación primario de 1 mol de cianuro muriato y 1 mol de anilina, tiñe la seda artificial viscosa de color verde.



CLARKE, MODET Y CIA  
325

Otro colorante de buen rendimiento directo puede ser obtenido del modo siguiente:

59,1 partes del colorante de dehidrotiotoluidin-sulfonácido diazotado y 1-fenil-(4'-fenil-4"-amino)-3-metil-5-pirazolona son tratadas como de costumbre con fosgeno.  
330 no. Terminada la reacción se aísla el colorante formado. Se presenta en forma de polvo pardo que tiñe fibras de celulosa con colores sólidos de tonos naranja.

#### E J E M P L O 6.

\*\*\*\*\*

Se disuelven 26,5 partes de 1-fenil-(4'-fenil-  
335 4"-amino)-3-metil-5-pirazolona del ejemplo 4 en unas 500 partes de agua, conteniendo 10 partes de lejía de sosa de 36° Bé y 15 partes de carbonato sódico. A la solución filtrada se añade el compuesto diazoico de 27,7 partes de

aminobenzol-p-sulfonácido. Para terminar la copulación se  
340 calienta, separando el colorante azoico formado por salifi-  
cación y se extrae como de costumbre.

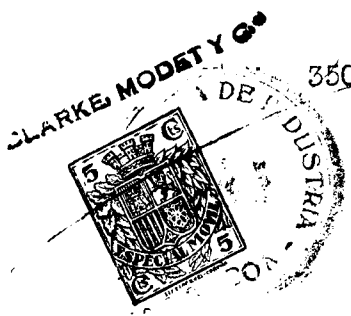
En estado seco, el colorante se presenta en for-  
ma de un polvo pardo, que da tintes amarillos sobre algo-  
dón, que diazotados sobre la fibra y revelados por ejemplo  
345 con 1-fenil-3-metil-5-pirazolona o beta-naftol se trans-  
forman en tonos desde naranja a rojo resistentes al lavado.

Habiéndose empleado componentes de diazotación  
que en la posición-o al grupo diazoico contienen OH, OCH<sub>3</sub>  
o COCH<sub>3</sub>, pueden obtenerse los productos mencionados en el  
Ejemplo 5 por introducción de residuos de ácidos orgáni-  
cos en el 4"-grupo amínico estable y en caso dado por me-  
talización de los colorantes.

De acuerdo con el presente ejemplo, pueden ob-  
tenerse numerosos colorantes mono- y poliazoicos sucesivos,  
355 revelables sobre la fibra, entre los que también han de  
entenderse aquellos en que el grupo amínico del residuo  
difenílico diazota en substancia y es aligada con compo-  
nentes de copulación que rindan colorantes, que a su vez  
pueden ser diazotados y revelados sobre la fibra.

360 E J E M P L O 7.

El colorante obtenido por la aligación de 26,5  
partes de 1-fenil-(4'-fenil-4"-amino)-3-metil-5-pirazolona  
con el compuesto diazoico de 20,7 partes de 2-cloro-1-  
aminobenzol-4-sulfonácido en un medio alcalino sódico se  
365 disuelve en lejía de sosa diluída, mezclando la solución



con 7 partes de nitrito sódico y diazotando por introducción en ácido clorhídrico frío diluido.

370 El compuesto diazoico separado del ácido del colorante se escurre siendo unido el producto en un medio acético con 2-amino-8-oxinaftalina-6-sulfonácido. Terminada la copulación se separa el colorante. En estado seco se presenta en forma de polvo pardo oscuro que se disuelve en agua con color pardo y que tiñe el algodón en tonos pardos sólidos.

375 El cloranilinasulfonácido del ejemplo puede ser sustituido por compuestos amínicos diazotables cualesquiera de la serie de los benzoles y naftalinas, así como por los que son capaces de formar compuestos metalizables (véase ejemplo 5), y también por colorantes azóicos diazotables.

380 También el componente final copulable puede ser variado a voluntad y ser llevada a cabo la copulación además en medios neutros o alcalinos; ésta clase de colorantes vienen explicados en el ejemplo siguiente:

E J E M P L O 8.

385 El compuesto diazóico del colorante de o-clor-sulfanilácido diazotado y 1-fenil-4'-fenil-4"-amino)-3-metil-5-pirazolona obtenido según el párrafo 1 del ejemplo 7 es unido en un medio alcalino sódico con el colorante monoazóico obtenido por copulación ácida de 2,4-dicloranilina diazotada y 1-amino-8-oxinaftalina-3,6-disulfonácido.

390 El colorante aislado se presenta en forma de polvo negro verde que se disuelve en agua con color verde y que tiñe el algodón en puros tonos verdes de color intenso.



395

Otros productos que tiñen en verde pueden ser obtenidos cuando se sustituye la 3-metilpirazolona por el 3-carbonácido correspondiente, el residuo de bencidina por tolidina, diclorbencidina etc. Del mismo modo puede ser variado de un modo muy amplio la parte amarilla de la pirazolona lo mismo que la parte azul del aminonaftol del colorante triazóico.

400

405

Por tales modificaciones se consiguen colorantes que aparte del verde tiñen en otros colores muy diferentes. Cuando por ejemplo en la parte de pirazolona el o-clorsulfanilácido es sustituido por aminoazobenzolsulfonácido se obtienen productos que tiñen en color verde oliva. Colores pardos muy sólidos se consiguen además cuando en la parte de la pirazolona se emplea un componente de diazotación productor de laca de los propuestos o explicados en el ejemplo 5, y cuando se aliga el colorante azóico de pirazolona diazotado y, en caso dado, ya cuprificado respectivamente metalizado con tales colorantes azoicos capaces de ser copulados que por sí mismos han sido obtenidos por aligación de 1 mol de un compuesto diazoico como anilina, sulfanilácido, antranilácido, o-amino-2-oxinaftalina-4-sulfonácido con 1 mol de un compuesto del grupo de la resorcina, m-fenilendiamina, m-toluilendiamina, m-aminofenol, naftoresorcina, resorcina etc. Resultan especialmente valiosos los colorantes que también en la segunda parte de la molécula han sido metalizados, pudiendo ser empleados como componentes de copulación colorantes que ya han sido metalizados.

415

420



CLARKE, MODET Y Co

418

Como ejemplo de un colorante de ésta índole citaremos el modo de su obtención siguiente:

425 Se disuelven 26,5 partes de 1-fenil-(4'fenil-4"-amino)-3-metil-5-pirazolona del ejemplo 4 en unas 500 partes de agua, conteniendo 10 partes de lejía de sosa de 36<sup>a</sup> Bé y 15 partes de carbonato sódico. A la solución filtrada se añade el compuesto diazótico de 32 partes de dehidrotio-p-toluidinmonosulfonácido. Perminada la copulación  
430 se separa el colorante por salificación y se le aísla.

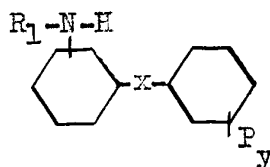
El colorante aminoazótico de éste modo obtenido es diazotado ulteriormente y aligado con 37,4 partes del compuesto cúprico del colorante azótico de 1-oxi-2-amino-benzol-4-sulfonácido diazotado y resorcina. Después de la  
435 copulación, el colorante diazótico cuprífero formado es aislado como de costumbre.

En estado seco se presenta en forma de un polvo pardo obscuro a negro que se disuelve en agua con color  
440 pardo y que tiñe el algodón en tonos pardos sólidos.

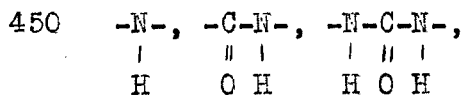
N O T A  
\*\*\*\*\*

Procedimiento de obtención de colorantes azóticos y sus productos intermedios, caracterizado en que se copulan derivados de pirazolona de la fórmula general

445

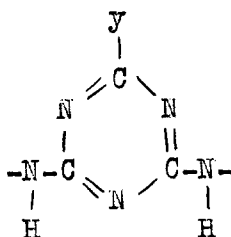


en la cual x se aplica para un aligamiento difenílico o un puente como -C-, -S-, -CH=CH-, -CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-, -CH<sub>2</sub>-,



o bien para un anillo heterocíclico, como

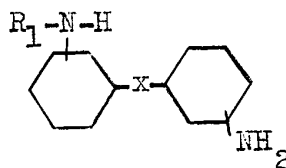
455



(y = hidrógeno o cualquier sustituto) etc. significando R<sub>1</sub>

460

hidrógeno o el residuo de un ácido orgánico y P<sub>y</sub> una pirazolona apta para ser copulada, (cuyos derivados de pirazolona, a su vez, pueden ser obtenidos según métodos conocidos de compuestos de la fórmula general



465

en la cual x tiene la significación ya indicada y R<sub>1</sub> representa un residuo de un ácido orgánico, por hidracinación del grupo amino, condensación de las hidracinas de éste modo obtenibles con compuestos de quetona apropiados en derivados de pirazolona, pudiendo tener lugar una saponificación del residuo ácido R<sub>1</sub> durante o después de la transposición del grupo NH<sub>2</sub> en el grupo de pirazolona), o bien se diazo-

470



CLARKE, MOSEY & Co

tan dichos derivados de pirazolona aligándolos con componen-  
475 tes de copulación y, en caso de contener aún los colorantes  
así obtenidos grupos amínicos libres, condensando éstos ya  
sea con derivados capaces de reaccionar de ácidos orgánicos,  
o bien siguiendo diazotando, aligándolos con componentes de  
copulación.

480 2).- Procedimiento de obtención de colorantes  
azóicos y sus productos intermedios, conforme a la presente  
memoria descriptiva.



====oo00oo====

27 de junio 1928

CLARKE, MODET Y C<sup>o</sup>

*[Handwritten signature]*