



CLARKE, MODET Y Co

MEMORIA DESCRIPTIVA

para

solicitar una PATENTE DE INVENCION por VEINTE AÑOS en  
ESPAÑA, por "PREPARADOS Y PROCEDIMIENTOS PARA LA OBTEN-  
CION DE COLORANTES AZOICOS", a favor de la Sociedad I.G.  
Farbenindustrie Aktiengesellschaft, domiciliada en Frankfurt.  
a. Main (Alemania).

-----oo00oo-----

A tenor de un procedimiento conocido para la ela-  
boración de colorantes azoicos, se emplean como materias

5, .  
10  
iniciales disoluciones alcalino-caústicas de componentes de copulación y de compuestos diazoamídicos que en el radical no participante en la formación del colorante contienen grupos ácidos capaces de formar sales. De éstos preparados pueden ser desarrollados los colorantes por intervención de un ácido. El procedimiento entra en consideración en primera línea para la obtención de colorantes azóicos en la fibra. En éste caso, el colorante se desarrolla por tratamiento de la fibra estampada con vapor ácido a temperatura elevada.

15  
20  
Debido a que el tratamiento ulterior con ácido encierra ciertos inconvenientes, ya ha sido propuesto sortearlos, añadiendo a los preparados destinados a la elaboración de éstos colorantes unos agentes que separan un ácido, tales como las sales de ácidos fuertes con bases volátiles o el monocloracetato de sodio. Pero la experiencia ha demostrado que los preparados obtenidos con la adición de semejantes agentes disgregantes del ácido, no son suficientemente estables.

Todos los procedimientos mencionados y conocidos actualmente tienen de común que se emplean lo mismo los compuestos diazoamidos que los componentes de copulación en forma de sales con álcalis fijos

25  
30  
35  
El objeto de esta invención es una nueva modificación de los procedimientos para la fabricación de colorantes azóicos de los componentes de copulación y compuestos diazoamídicos que en el radical no participante en la formación del colorante llevan grupos ácidos capaces de formar sales. La invención está caracterizada por el hecho de que los compuestos diazoamídicos se emplean cuanto menos parcialmente en forma de sales con bases volátiles, y de que en las mezclas destinadas a la fabricación de los colorantes faltan los álcalis fijos o que su cantidad es tal que después del soplado de las bases volátiles quedan grupos ácidos no saturados. Al operar con arreglo a ésta invención sobra en muchos casos el tratamiento suplementario con un ácido o con un



CLARKE, MODET Y CA

agente disgregante de ácido, que hasta ahora era necesario; en éstos casos, bien por el contrario, es factible eliminar las bases volátiles por soplamiento con vapor de agua, creando así las condiciones necesarias para la disgregación del compuesto diazoamido y para la copulación. Cuando se trata de la preparación de colorantes en la fibra, trabajando conforme a ésta invención, en muchos casos basta por ejemplo vaporizar la fibra estampada. Esto tiene también la ventaja de que en la estampación puedan desarrollarse simultáneamente colorantes de cuba.

Bajo el concepto de "bases volátiles", se entienden aquellas que sean volátiles por sí (v.gr. amoniaco) o con vapor de agua (v. gr. piridina). El límite superior de la cantidad de álcalis fijos admisible es función del número de grupos ácidos capaces de formar sales y contenidos en los componentes de la reacción. Es así que, al aplicar ácido 2,4 disulfónico de anilina o ácido 2- carboxílico 4- sulfónico de anilina en calidad de estabilizador, se puede aplicar mayor cantidad de álcali fijo que cuando se recurre a la taurina o a la sarcosina. Se puede prescindir en absoluto a la aplicación de álcalis fijos, si en las mezclas destinadas a la elaboración de los colorantes se emplean como bases únicamente las de tipo volátil. En los preparados destinados al comercio, en general no se aplicará álcali fijo, puesto que da lugar a descomposiciones especialmente cuando el preparado se expone a temperaturas elevadas. Por otro lado es recomendable añadir a los tales preparados, antes de la aplicación práctica, álcalis fijos en el límite admisible, puesto que así se aumenta la afinidad de los componentes de copulación con respecto a la fibra.

Forman parte de ésta invención también los preparados convenientes a la realización del procedimiento descrito. Contienen componentes de copulación y compuestos diazoamidos que en el radical no participante en la formación del colorante llevan grupos ácidos capaces de formación de sales y se caracterizan porque las bases contenidas en ellos son del



CLARKE, MODEY & CO

75 tipo volátil. Estos preparados pueden presentarse lo mismo  
en forma de pastas que en la de polvos. En el último caso an-  
tes de la aplicación se les proporcionarán los aditamentos u-  
suales, tales como agentes de engrosamiento, etc. En todo ca-  
so y por las razones expuestas en el párrafo precedente, con-  
viene añadir antes de la estampación álcalis fijos en el lími-  
80 te admisible a tenor de, las observaciones que anteceden.

La elaboración de las sales de bases volátiles  
con compuestos diazoamidos comprendiendo un grupo que per-  
mite la solubilidad en el agua, v.gr. grupos carboxílicos o  
sulfónicos, puede efectuarse de las más diferentes maneras.  
85 En primer lugar se echa mano de las sales amónicas. Conviene  
obtenerlas en forma que el ácido aminosulfónico o carboxíli-  
co destinado a estabilizador para el compuesto diazótico, se  
convierta por tratamiento con carbonato amónico en su sal de  
amonio y que ésta entre en reacción con el compuesto diazói-  
90 co. La componente de copulación al ser aplicada con arreglo  
a ésta invención puede ser convertida en su forma disuelta  
o dispersa, amasándola primero en presencia de agua con un  
agente de dispersión o un medio hidrotrópico, añadiendo lue-  
go una base volátil. En relación con éstas indicaciones que-  
remos dejar en suspenso la asertación de si entre la base vo-  
látil y la componente de copulación se verifica o no una sa-  
lificación.

#### E J E M P L O S

=====

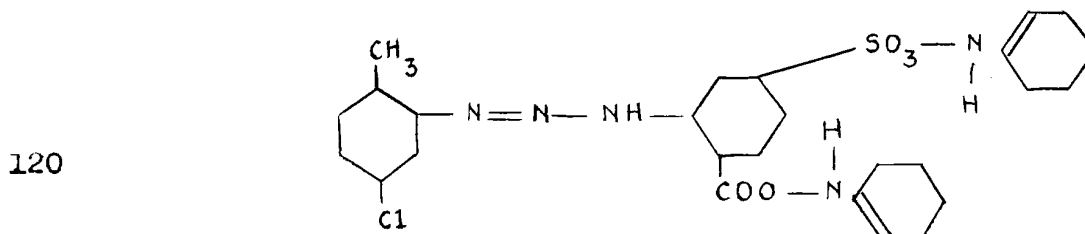
##### A.- Preparación de sales de compuestos diazoamidos con bases volátiles.

100 1).- 42,5 partes en peso de 4-cloro-2-toluidina  
se suspenden finamente con 250 partes en peso de agua y 115  
partes en peso de ácido clorhídrico bruto y se diazotan a  
10 - 12° con una disolución de 20,5 partes en peso de nitri-  
105 to sódico en 50 partes en peso de agua. Se filtra la solu-



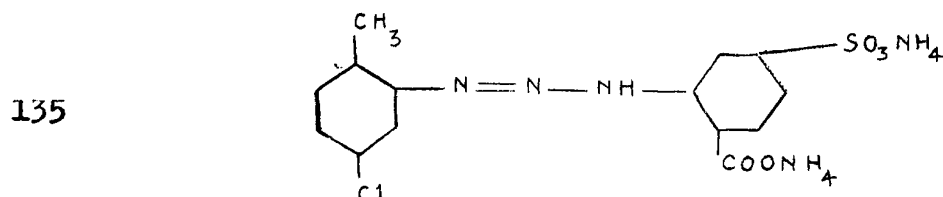
CLARKE, MODET Y CA

ción diazónica y a 0 - 4 5 se la hace afluir rápidamente, bajo buena agitación, a una solución de 80 partes en peso de ácido 4-sulfo-2-aminobenzóico en 700 partes en peso de piridina diluida con 300 partes en peso de agua. Al cabo de 4  
110 - 5 horas de agitación ya no se nota ningún compuesto diazoico. Luego se diluye con aproximadamente 1.000 partes en peso de agua y se añaden aproximadamente 500 partes en peso de cloruro amónico. La sal piridínica del compuesto diazoamide se precipita en cristales amarillos. El producto aspirado se seca al aire. Es de conjeturar que éste compuesto  
115 diazoamido tiene la siguiente constitución :



Si en lugar de piridina se utiliza quinolina, quinaldina y otras bases cíclicas similares, se obtienen las sales correspondientes del compuesto diazoamido.

125 2).- 42,5 partes en peso de 4-cloro -2-toluidina se diazotan conforme el ejemplo 1). El líquido diazótico filtrado se introduce a unos - 4° con rapidez y agitando vivamente en una solución preparada de 80 partes en peso de ácido 4-sulfo-2-amidobenzóico, 140 partes en peso de carbonato amónico y 800 partes en peso de agua. La copulación se verifica bajo desarrollo de ácido carbónico, precipitándose el compuesto diazoamido en cristales amarillos, cuya constitución puede conjeturarse sea la siguiente :



Luego de 3 a 4 horas aproximadas de agitación ya no se comprueba ningún compuesto diazótico. Se aspira y se seca pru-



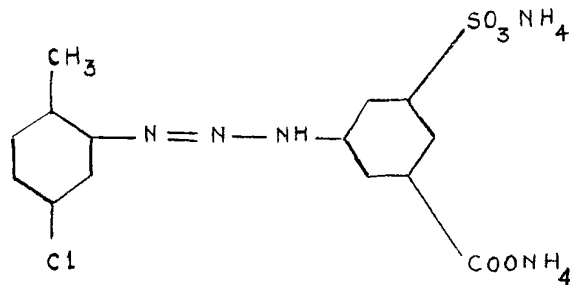
CLARKE, MODET Y CIA

dentemente.

140

3).- Si en el ejemplo 2, en lugar del ácido 4-sulfo-2-amidobenzóico, se aplican 76 partes en peso de ácido 5-sulfo-3-amidobenzóico, se obtiene conjeturablemente el siguiente compuesto diazoamido :

145



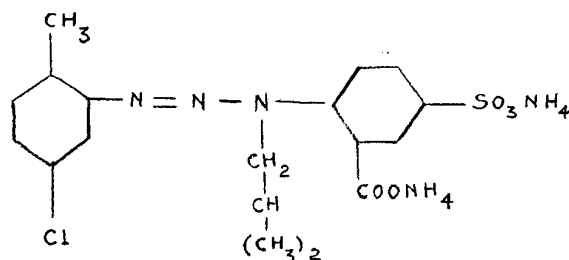
Puesto que no se precipita de la disolución, se le separa por adición de aproximadamente 350 partes en peso de cloruro de sodio. Es también de tonalidad amarilla.

150

4).- Empleando 115 partes en peso de ácido 2-isobutil-amino-5-sulfo-benzóico en las condiciones indicadas en el ejemplo 2, el compuesto diazo-amido obtenido es verosimilmente el siguiente :



155



160

El producto cristaliza en cristales amarillos. Se le elabora de acuerdo con el ejemplo 2.

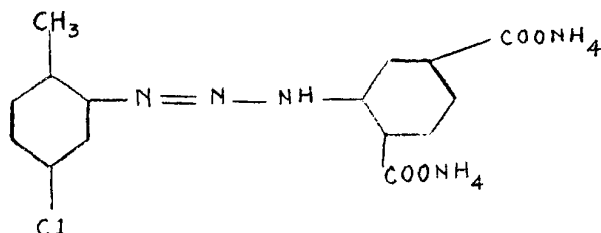
165

5).- 42,5 partes en peso de 4-cloro-2-toluidina se diazotan a tenor del ejemplo 2 y se amortiguala acidez hasta la reacción débilmente ácida al congo mediante una disolución de 25 partes en peso de carbonato amónico en 100 partes en peso de agua. El líquido diazótico filtrado se añade rápidamente a una temperatura inferior a 0° bajo agitación detenida a una

170

disolución conteniendo 58,5 partes en peso de ácido 2 amino-tereftálico y 115 partes en peso de carbonato amónico en 800 partes en peso de agua. El compuesto diazo-amido se precipita en cristales de un amarillo profundo, siendo la constitución probablemente la siguiente :

175



180

La elaboración se efectúa, tal como se indica precedentemente. Substituyendo el ácido amino-tereftálico en el ejemplo arriba citado por el ácido 2.5-disulfónico de anilina, se obtiene el compuesto diazo-amino correspondiente, que se separa también en cristales amarillos de la mezcla resultante de la reacción

185

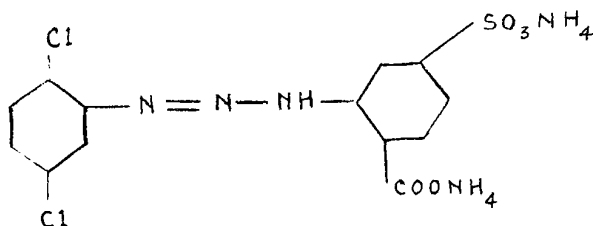
6).- 48,6 partes en peso de 2,5-diclor-anilina se suspenden finamente en una disolución de 130 partes en peso de ácido clorhídrico bruto en 230 partes en peso de agua y se diazotan a 10 - 15° bajo buena agitación con 20,5 partes en peso de nitrito sódico disuelto en 50 partes en peso de agua. El líquido diazótico se amortigua con aproximadamente 25 partes en peso de carbonato amónico en 100 partes en peso de agua, siendo además filtrado caso de ser necesario. Luego, bajo buena agitación y a unos -4° hasta 0° se le vierte en gotas a una disolución de 80 partes en peso de ácido 4-sulfo-2-amino-benzóico en 800 partes en peso de agua, a la cual se habrán aditado 115 partes en peso de carbonato amónico. El compuesto diazo-amino de color amarillo y constitución conjeturablemente como sigue

190

25 partes en peso de carbonato amónico en 100 partes en peso de agua, siendo además filtrado caso de ser necesario. Luego, bajo buena agitación y a unos -4° hasta 0° se le vierte en gotas a una disolución de 80 partes en peso de ácido 4-sulfo-2-amino-benzóico en 800 partes en peso de agua, a la cual se habrán aditado 115 partes en peso de carbonato amónico. El compuesto diazo-amino de color amarillo y constitución conjeturablemente como sigue

195

200



CLARKE, MOSEY & CO

se precipita en seguida. Por ser de solubilidad bastante difícil en agua, luego de la aspiración se le somete a una purificación ulterior con agua y se le seca prudentemente.

205

7).- 48,6 partes en peso de 2.5-dicloro-anilina se diazotan según las indicaciones del ejemplo 6 y a 0 - + 10° se les añade a gotas, bajo buena agitación, a una solución de 80 partes en peso de ácido 4-sulfo-2-amino-benzóico en 840 partes en peso de disolución de sosa al 16.5 %. Cuando ya no se nota ningún compuesto diazótico, se añaden aproximadamente 200 partes en peso de cloruro amónico, se agita todavía unas 2 horas y luego se aspira. El compuesto diazo-amino aislado de ésta manera se presenta cuanto menos parcialmente en la forma de su sal amónica.

210

215

8).- Conforme a las indicaciones del ejemplo 6, se diazota 2.5 dicloro-anilina y se amortigua la solución diazótica. Respetando las mismas condiciones, se substituye el ácido 4-sulfo-2-amino-benzóico por 72 partes en peso del ácido 5-sulfo-2-amino-benzóico. El compuesto diazo-amino se separa en éste caso por adición de aproximadamente 350 partes en peso de cloruro de sodio y luego de lavar con solución de sal común saturada al 75 %, se le seca prudentemente.

220

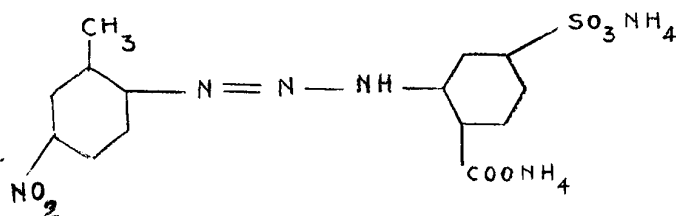


225

9).- 46,4 partes en peso de 5-nitro-2-toluidina tamizada se introducen bajo agitación en una disolución de 115 partes en peso de ácido clorhídrico bruto en 150 partes en peso de agua y se diazotan a 10 - 12° con 20,5 partes en peso de nitrito sódico, disuelto en agua. Después de amortiguar la solución diazótica con aproximadamente 125 partes en peso de solución de carbonato amónico al 20 % se filtra y de acuerdo con las indicaciones del ejemplo 6, se hace actuar la disolución diazótica sobre la disolución de 80 partes en peso del 4-sulfo-2-amino-benzoato amónico, indicada en el mismo. El compuesto diazo-amino, probablemente de la composición

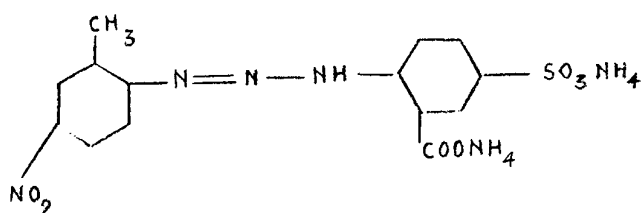
230

235



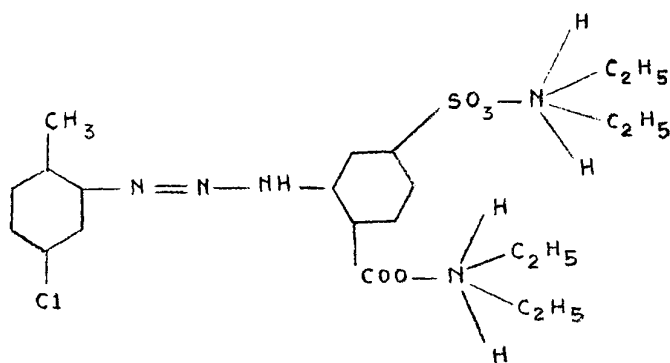
se separa en cristales de un amarillo profundo por adición  
de aproximadamente 300 partes en peso de cloruro amónico  
y luego se seca dicho compuesto prudentemente, previa as-  
piración

10).- En la substitución del ácido 4-sulfo-2-amino  
benzónico por el 5-sulfo-2-amino-benzónico se obtiene, según  
las indicaciones del ejemplo 9, un compuesto, probablemente  
de la siguiente composición :



250 que por adición de cloruro amónico puede separarse igualmen-  
te de la mezcla resultante de la reacción.

11).- A tenor de las indicaciones del ejemplo 5,  
se diazotan 42,5 partes en peso de 4-cloro-2-toluidina y se  
amortigua la solución diazónica. Luego, a una temperatura in-  
ferior a 0° y bajo buena agitación, se añade la solución dia-  
zónica filtrada a otra de 4-sulfo-2-amino-benzoato de dietil-  
amina en 800 partes en peso de agua. (El estabilizador fué  
preparado con 80 partes en peso de ácido 4-sulfo-2-amino-ben-  
zónico y 48 partes en peso de dietilamina al 98.5 %). Para fi-  
jar el ácido clorhídrico liberado se añaden a la disolución  
mencionada todavía 75 partes en peso de carbonato amónico an-  
tes de la intervención del compuesto diazónico. El compuesto  
diazoaminico precipitado, que probablemente tiene la composi-  
ción siguiente :



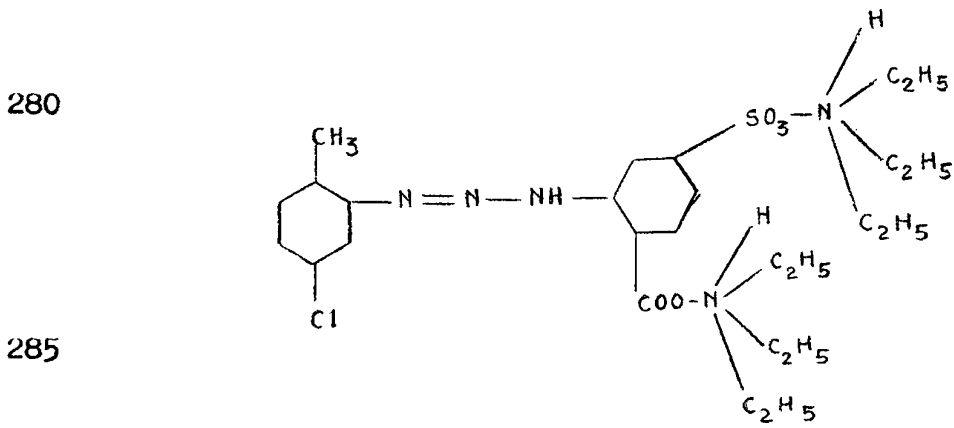
CLARKE, MOSEY & CO.

265

270

275 se aspira, se purifica con una solución saturada de cloruro de sodio al 75 % y se seca con prudencia.

12).- Por substitución de la dietil-amina en el ejemplo 10 por 69 partes en peso de trietil-amina al 95 % se obtiene con verosimilitud el siguiente compuesto diazo-amido :



El producto que se precipita se elabora con arreglo a las indicaciones del ejemplo 10

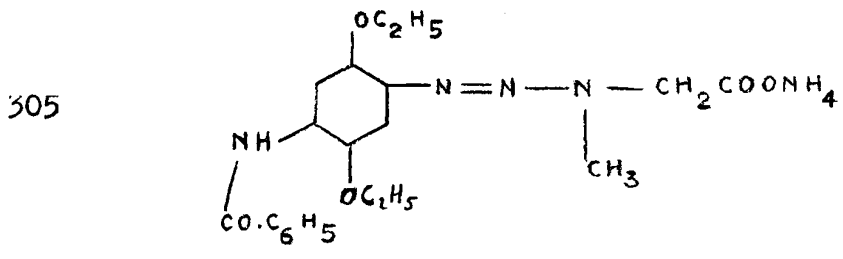
290 13).- 111,1 partes en peso de una pasta al 80 % de éter 2-amino-5-benzoil-amino-hidroquinona-dietílico se suspenden finamente con 90 partes en peso de agua y 140 partes en peso de ácido clorhídrico bruto y se diazotan a 15 - 20º con una disolución de 26 partes en peso de nitrito sódico en 65 partes en peso de agua. El diazotado se filtra y

295 15 g se le incorpora por gotas a una disolución de 41,1 partes en peso de clorhidrato de sarcosina y 164 partes en peso de carbonato amónico en 500 partes en peso de agua, agitando bien. Cuando no haya ya vestigios de compuesto diazónico, se aspira y purifica con cuidado el compuesto diazo-amido separado, cuya constitución es de creer será la siguiente :

300

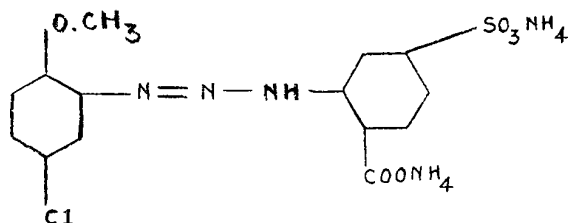


CLARKE MODEL



Representa un polvo debilmente amarillo.

310 14).- 59,4 partes en peso de clorhidrato de la  
4-cloro-2-anisidina se diazotan según las indicaciones del  
ejemplo 1. La solución diazótica filtrada se incorpora a una  
temperatura inferior a 0° y bajo buena agitación a un líqui-  
do compuesto de 80 partes en peso de ácido 4-sulfo-2-amido-ben-  
zónico, 140 partes en peso de carbonato amónico y 500partes en  
315 peso de agua. El compuesto diazo-amido, de la constitución  
conjeturable :

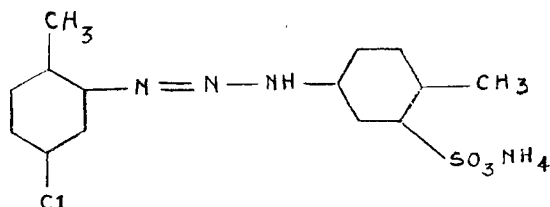


320

se precipita y se le aisla según costumbre.

325 15).- El compuesto diazótico preparado según el  
ejemplo 13, se añade a 15° por gotas y agitando vivamente  
a una solución compuesta de 80 partes en peso de ácido 4-  
sulfo-2-amino-benzónico, 130 partes en peso de carbonato  
amónico y 500 partes en peso de agua. Terminada la copula-  
ción se aspira la sal amónica amarilla del compuesto diazo-  
amido y se le seca cuidadosamente.

330 16).- Empleando 65,7 partes en peso de ácido 4-  
toluidina-2-sulfónico con arreglo a las condiciones senta-  
das en el ejemplo 2, se obtiene probablemente el siguiente  
compuesto diazo-amido :



335

El producto se presenta en cristales debilmente amarillos.

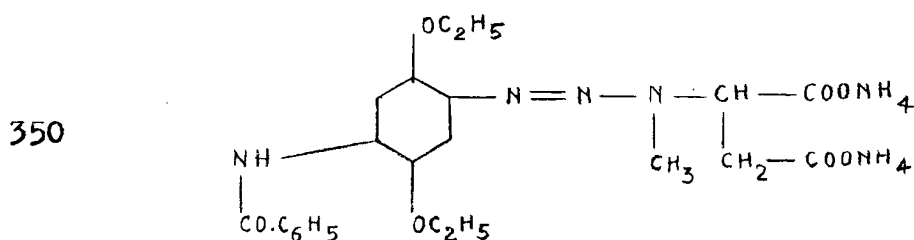
17).- Aplicando 44,5 partes en peso de metil-  
taurina, conforme a las prescripciones del ejemplo 13, se



330  
S. ANKE MOEY & C.

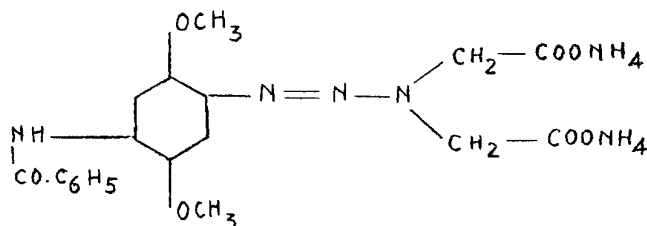
340 obtiene conjeturablemente la sal amónica del compuesto diazo-amido de la metil-aurina y del éter 2-amino-5-benzoil-amino - hidroquinona-dietílico en calidad de polvo de un verde grisáceo.

345 18).- Si se emplean 53 partes en peso de ácido metil-amino-succínico en las condiciones mencionadas en el ejemplo 13, el compuesto diazo-amido que se obtiene, es probablemente el siguiente :



El producto es también de color amarillo.

355 19).- 136,2 partes en peso de una pasta al 60 % de éter-2-amino-5-benzoil-amino-hidro-quinona-dimetílico se diazotan según el ejemplo 13 y con arreglo a las condiciones prescritas en el mismo, se hacen actuar sobre una solución de 43,5 partes en peso de ácido imino-diacético. Probablemente se engendra el siguiente compuesto diazo-amido :

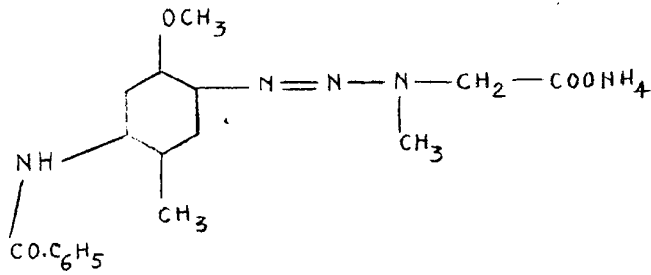


365 El compuesto es un polvo amarillo

370 20).- 95 partes en peso de una pasta al 80 % de 2-amino-5-benzoil-amino-4-metil-1-anisol se hacen actuar sobre clorhidrato sarcosínico y carbonato amónico en las condiciones estipuladas en el ejemplo 13. Verosímilmente se origina el siguiente compuesto diazo-amido :



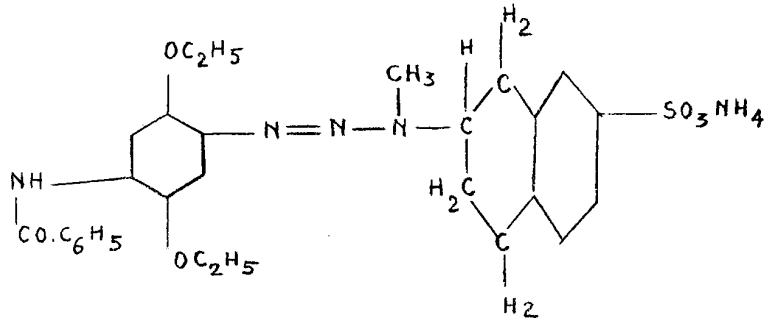
CLARKE, MODET Y Co  
360



375

21).- Echando mano de 78.4 partes en peso de un ácido monosulfónico de la  $\beta$ -metil-amido-tetra-hidro-naftalina (el grupo sulfónico está en el núcleo no hidrogenado, desconociéndose su posición exacta) se origina bajo las condiciones del ejemplo 1) el siguiente compuesto diazo-amido :

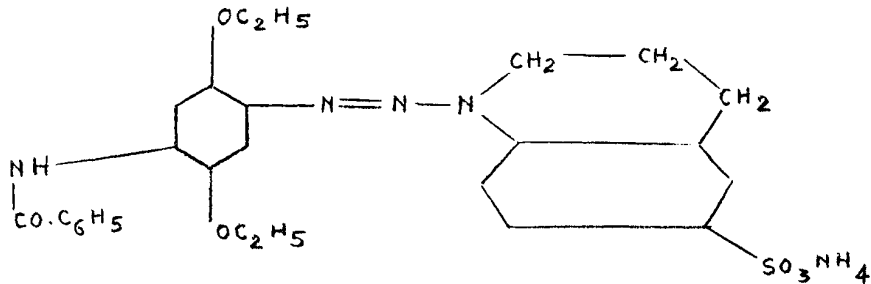
380



385

Se trata de un producto de color pardo.

22).- Si se recurre a 69,4 partes en peso de ácido monosulfónico de la tetra-hidro-quinolina (el grupo sulfónico se halla en el núcleo no hidrogenado, ignorándose su posición exacta) se obtiene a tenor de las condiciones del ejemplo 1) probablemente el siguiente compuesto diazo-amido :



395

400

Tiene la forma de polvo anaranjado profundo.

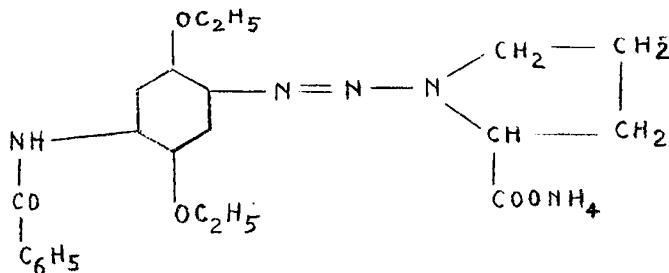


CLARKE, MODET Y CIA

23).- 37,2 partes en peso del ácido carboxílico  
de la pirolidina se aplican en las condiciones indica-  
das en el ejemplo 13 para preparar el compuesto diazo-amido.  
Se conjetura el engendramiento del siguiente producto :

405

410



El compuesto diazo-amino precipita en cristales debilmente  
grises

B.- Transformación de los componentes de copulación  
en su forma disuelta o dispersa con la aplica-  
ción exclusiva o parcial de bases volátiles.

415



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

2,8 partes en peso de 2,3 -oxi-naftoil-1'-amino-  
2'-metil-benceno y 5 partes en peso de la sal amónica del  
compuesto diazo-amino de la 4-clor-c-toluidina diazotada  
y ácido 4-sulfo-2-amino-benzóico, preparado según el ejem-  
plo A.2, se disuelven bajo agitación con 20 partes en peso de  
solución de dietil-amina al 75%. Añadiéndole los agentes de  
engrosamiento necesarios, puede aprovecharse ésta solución  
para el estampado.

420

425

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

La prescripción del ejemplo B 1, se modifica en el

430 sentido de que a la disolución, además de las 20 partes en peso de dietil-amina al 75 %, se añaden todavía 0,4 - 0,6 partes en peso de sosa caústica en solución acuosa.

E J E M P L O 3  
=====

435 1,3 partes en peso de 2,3-oxinaftoil-1'-aminobenceno y 2,6 partes en peso de la sal amónica del compuesto diazo-amido de éter 2-amino-5-benzoilamino-hidroquinona-dietílico diazotado y sarcosina, preparada según el ejemplo A 13, se disuelven con 5 partes en peso de alcohol bencílico, 10 partes en peso de agua y 8 partes en peso de dietil-amina. Es conveniente añadir a ésta disolución 5 partes en peso de urca.

E J E M P L O 4  
=====

440

445 1,6 partes en peso del compuesto metilol de la sal sódica de 2,3-oxi-naftoil-1'-aminobenceno y 2,6 partes en peso de la sal amónica del compuesto diazo-amido de éter 2-amino-5-benzoil-amido-hidroquinona-dietílico diazotado y de sarcosina, elaborada según el ejemplo A 13, se disuelven con 5 partes en peso de tiodiglicol, 10 partes en peso de agua y 5 partes en peso de isopropilamina. La adidura de aproximadamente 5 partes en peso de urca produce un efecto ventajoso.



CLARKE MODET Y CIA

E J E M P L O 5  
=====

450

455 3,1 partes en peso de 2,3-oxi-naftoil-1'-amino-2'-etoxi-benceno y 5 partes en peso del compuesto diazo-amino, aplicado en el ejemplo B 1, se disuelven con 3 partes en peso de tiodiglicol, 12 partes en peso de agua y 10 partes en peso de propilamina.

E J E M P L O 6  
=====

460 1,4 partes en peso de 2.3-oxi-naftoil-1'-amino-2'-metil-benceno y 3.1 partes en peso de la sal amónica del compuesto diazo-amido del éter 2-amino-5-benzoil-amido-hidroquinona dietílico diazotado y metil-aurina, se disuelven conforme a las indicaciones del ejemplo B 3.

E J E M P L O 7  
=====

465 1,9 partes en peso de 3.5'-dimetil-diaceto-acetil-4.4'-diamino-difenilo y 5 partes en peso del compuesto diazo-amido aplicado en el ejemplo B 1, se disuelven con 3 partes en peso de tiodiglicol, 10 partes en peso de agua y 10 partes en peso de butilamina secundaria.

E J E M P L O 8  
=====

470 3,1 partes en peso de 2.3-oxi-naftoil-1'-amino-2'-etoxi-benceno y 6.5 partes en peso de la sal dietil-amónica del compuesto diazo-amido del ácido 5-sulfo-2-amino-benzóico y 2.5-dicloro-anilina diazotada se disuelven con 5 partes en peso de tio-diglicol, 10 partes en peso de agua y 8 partes en peso de dietil-amina.



CLARKE, MODET Y CIA

475

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

480 1.3 partes en peso de 2.3-oxi-naftoil-1'-amino-benceno y 3.5 partes en peso de la sal amónica del compuesto diazo-amido del ácido amino-diacético y éter 2-amino-5-benzoil-amino-hidroquinóna-dimetílico diazotado, elaborado según el ejemplo A 19, se disuelven con arreglo al ejemplo B 3.

E J E M P L O 10  
=====

485 1,3 partes en peso de 2.3-oxi-naftoil-1-amino benceno y 3.7 partes en peso de la sal amónica del compuesto diazo-amido del éter 2-amino-5-benzoil-amino-hidroquinóna-dietílico diazotado y ácido succínico, preparado según el ejemplo A 18, se disuelven igualmente conforme al ejemplo B 3.

E J E M P L O 11

490 1,3 partes en peso de 2.3-oxi-naftoil-1-amino benceno y 2.2 partes en peso de la sal trietil-amínica del compuesto diazo-amido del 2-amino-5-benzoil-amino-4-metil-anisol diazotado y sarcosina se disuelven con 5 partes en peso de tiodiglicol, 10 partes en peso de agua y 7 partes en peso de dietil-amina.

E J E M P L O 12

500 1.4 partes en peso de 2.3-oxi-naftoil-1'-amino-2'-metilo-benceno y 2.8 partes en peso de la sal amónica del compuesto de diazo-amido de éter 2-amino-5-benzoil-amino-hidroquinona-dietílico diazotado y ácido carboxílico de la pirolidina, preparado según el ejemplo A 23, se disuelven con tenor de las indicaciones del ejemplo B 3.-

C).- Obtención de preparados de estampación de las mezclas mencionadas bajo A y B.

505 1) Para la elaboración de mezclas secas estables se mezclan íntimamente 2.8 partes en peso de 2.3-oxi-naftoil-1'-amino-2'-metil-benceno con 5 partes en peso de la sal amónica seca del compuesto diazo-amino de la 4-clor-o-toluidina diazotada y del ácido 4-sulfo-2-amino-benzóico.

510 2).- 3.1 partes en peso de 2.3-oxi-naftoil-1'-amino-2'-etoxi-benceno se mezclan íntimamente con 6.5 partes en peso de la sal dietil-amínica seca del compuesto diazo-amino del ácido 5-sulfo-2-amino-benzóico y de la 2.5-dicloro-anilina diazotada.



CLARKE, MODET Y CIA

515

D).- Elaboración de colorantes azóicos con los preparados mencionados bajo C).

520

1).- Las disoluciones preparadas según los ejemplos B 1 y 2, se aditan con un agente de engrosamiento neutro y luego se estampan en el tejido y después de sacado éste, se desarrollan en el "Mather-Platt". Se obtiene un carnado subido.

525

2).- Los preparados secos, elaborados según los ejemplos C 1 y 2, se disuelven con aproximadamente 20 partes en peso de disolución dietil-amínica al 75 %, a la cual se habrá añadido 0.2 - 0.8 partes en peso de sosa caústica en solución acuosa, y luego se estampan y se desarrollan conforme al ejemplo D 1. Operando según el ejemplo C 1, se obtiene un rojo subido y según el ejemplo C 2 un anaranjado claro.

530

3).- Las disoluciones elaboradas según los ejemplos B 3, B 4, B 6, B 10 y B 12, luego de haberles añadido un agente neutro de engrosamiento, según las indicaciones del ejemplo D 1, se aplican al estampado. Se obtiene un azul verdoso.

535

4).- Luego de aditada de un agente neutro de engrosamiento, la solución preparada según el ejemplo B 5, produce en la estampación una escarlata clara.

5).- La solución obtenida según el ejemplo B 7, da en el estampado un amarillo claro.

6).- La disolución a tenpr del ejemplo B 8, proporciona en el estampado un anaranjado.

7).- Un azul rojizo es el resultado del estampado con la disolución elaborada según el ejemplo B 9.

8).- El colorante producto de la estampación de la disolución mencionada bajo el ejemplo B 11 es un violeta.

545

9).- Se prepara 2 pastas de estampado :

550

a).- Una mezcla compuesta de 28 partes en peso de 2.3-oxi-naftoil-1'-amino-2'-metil-benceno y 50 partes en peso de la sal amónica del compuesto diazo-amino de la 4-cloro-2-toluidina diazotada y del ácido 4-sulfo-2-amino-benzóico (preparado según las indicaciones del ejemplo A 2),



CLARKE MODET Y Co

200 partes en peso de solución dietil-amínica al 75 %, 220 partes en peso de agua y 500 partes en peso de espesante neutro de adraganta y almidón.

- 555 b).- 100 partes en peso Bz2-Bz2'-dimetoxi-diben-  
zantrona (en forma pastosa  
al 20 % ,  
500 " " " de espesante neutro de adra-  
ganta y almidón,  
80 " " " de glicerina,
- 560 120 " " " de carbonato potásico,  
100 " " " de rongalita y  
100 " " " de agua.

Las dos pastas se estampan en el tejido y se desarrollan en el "Mather-Platt". Aparte de estampados rojos, se obtienen verdes.

REIVINDICACIONES

1).- Procedimiento para la obtención de colorantes azóicos a partir de componentes de copulación y de compuestos diazo-amidos, que en el radical no participante en la formación del colorante llevan grupos ácidos capaces de formar sales, caracterizado por el hecho de que los compuestos de diazo-amido se aplican en forma de sales con bases volátiles, con ausencia de álcalis fijos en las mezclas destinadas a la elaboración de los colorantes o existentes en cantidad calculada de modo que tras de la eliminación de las bases volátiles por soplamiento, quedan grupos ácidos no saturados.

2).- Procedimiento para la obtención de colorantes azóicos según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el desarrollo se efectúa por soplado de las bases volátiles con vapor de agua.

3).- Preparados para la realización del procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, consistentes en componentes de copulación y compuestos diazo-amidos que en el radical no involucrado en la formación de colorantes llevan grupos ácidos, caracterizados porque en concepto de bases existen



CLARKE, MODET Y CIA

570

575

580

585

preferentemente las volátiles.

4).- Preparados y procedimientos para la obtención de colorantes azóicos, conforme a la presente memoria y las reivindicaciones anteriores.



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

==oo00ee==

28 Oct. 28

*[Handwritten signature]*