



ABR. 1932.

C/L.

MEMORIA DESCRIPTIVA

para una patente de invención, por veinte años, por: " Procedimien
to para la preparación de colorantes de tina " a favor de la r. s.
I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT, residente en Frankfurt
a. Main (Alemania).-

=_=_=_=_=_=_=_=_=_=_=_=_=_=_=_=_=_

En la patente alemana número 239.761 se ha descrito la don
densación del 3.8-dibenzoilpireno puro en pirantrona mediante clo
ruro de aluminio, pero en esta patente no se hallan mencionados
los rendimientos obtenidos. En la publicación detallada A. 394.164
de R. Scholl sobre el mismo tema se indica el rendimiento del 25 %
del teórico. Considerando que también en la preparación del 3.8-di
benzoilpireno a partir del pireno y del cloruro benzofílico los ren
dimientos no exceden un 25 % aproximadamente (unos 3 gr. a partir
de 6 gr. de pireno) debido a la separación de los derivados diben
zófilico y tribenzofílico mediante varias cristalizaciones fracciona

5

10



das, se llega al resultado que los rendimientos en pirantrona obtenidos por Scholl y calculados por la cantidad de pireno empleada, han sido inferiores al 10 %.

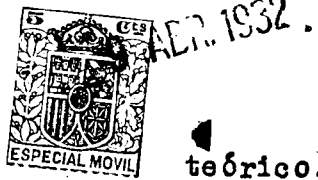
15 Ahora bien, se ha descubierto que se llega a colorantes de tina de la serie de la pirantrona haciendo reaccionar sobre pireno cloruros o anhídridos de ácidos aromáticos que por lo menos tienen una posición "orto" libre, -en presencia de cloruro de aluminio y de un medio deshidrogenador.- El rendimiento en colorantes según este procedimiento es de 50 - 60 % de la teoría por término medio. Si se tiene en vista los trabajos hasta la fecha conocidos 20 no ha sido de suponer que se llegaría a rendimientos tan considerables.

25 Al efectuar el procedimiento de la invención es ventajoso añadir a la masa fundida de cloruro de aluminio sustancias que favorezcan la fusión de la masa, como por ejemplo halogenuros alcalinos o un exceso de cloruro o de anhídrido de ácido. Como medios deshidrogenadores entran en cuestión el oxígeno gaseoso, el aire o medios oxidantes sólidos, como por ejemplo los óxidos de los metales pesados y ciertos óxidos de los metaloides.

30

E j e m p l o s.

1) Una solución de 20 partes en peso de pireno en 28,2 partes en peso de cloruro benzófico se deja correr a unos 110 - 120°C y bajo agitación en una masa fundida de 270 partes en peso de cloruro de aluminio y de 58 partes en peso de cloruro sódico. La masa 35 fundida es calentada rápidamente hasta unos 160° C y a esta temperatura se introduce oxígeno, agitando bien. El color de la masa fundida pasa de rojo amarillento al violeta y se vuelve finalmente azul. Después de una hora se descompone con agua y se limpia el producto en bruto de color pardo anaranjado regenerándolo en una tina o tratándolo con hipoclorito. El rendimiento en colorante puro es 40 de 20 partes en peso aproximadamente, lo que equivale al 50 % del



teórico. El colorante cristaliza en nitrobenzol en agujas amarillas rojizas y se disuelve con color azul en el ácido sulfúrico. En una tina de color violeta azul da tintos anaranjados sobre algodón, y se comporta del todo como la pirantrona.

45

2) 80 partes en peso de pireno se disuelven con 168 partes en peso de cloruro benzofílico a temperatura de baño-maría. La solución se deja correr a 130 - 150° C bajo agitación en una masa fundida de 1350 partes en peso de cloruro de aluminio y 250 partes en peso de cloruro de sodio. Se mantiene a unos 150 - 170° C, agitando enérgicamente, y se introduce oxígeno hasta que la masa fundida se vuelva azul. La masa se descompone con agua y se la sigue trabajando según el ejemplo 1, obteniéndose 80 partes en peso del colorante depurado e idéntico con él del ejemplo 1.

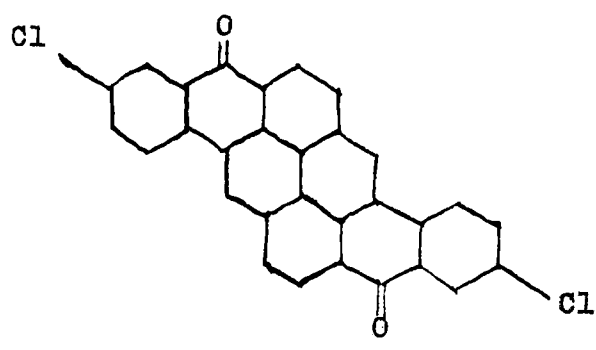
50

3) Una solución de 20 partes en peso de pireno en 350 partes en peso de cloruro m-clorobenzofílico se deja correr a unos 130° C en 400 partes en peso de cloruro de aluminio y cloruro potásico (1 mol Al₂Cl₆ por 1 mol KCl), introduciendo luego bajo agitación en pequeñas porciones cierta cantidad de peróxido de manganeso hasta que el color de la masa fundida se haya vuelto azul, lo que sucede en el curso de 20 - 30 minutos. El tratamiento ulterior de la masa fundida y la purificación del colorante en bruto se efectúan del mismo modo que en los ejemplos antecedentes. El colorante obtenido se disuelve en el ácido sulfúrico concentrado dando un color azul que tira más a verde que él del colorante obtenido según el ejemplo 1. En una tina azul violeta el nuevo colorante da tintos anaranjados sobre algodón y tiene probablemente la siguiente constitución:

60

60

65



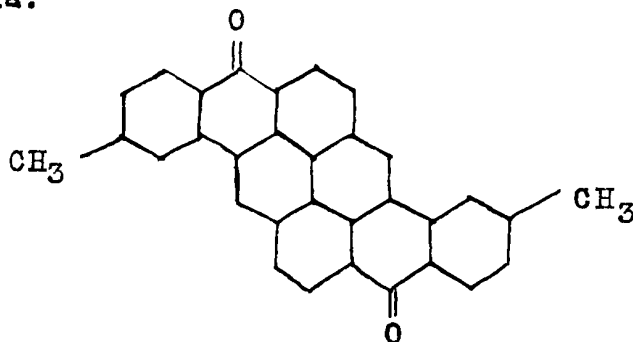


BR. 1932.

- 4. -

70 Empleando el cloruro p-clorobenzófico en lugar del m-cló
robenzófico se obtiene un colorante parecido al anterior.

75 4) 20 partes en peso de pireno y 31 partes en peso de cló
ruro p-tolufílico se funden juntas con 400 partes en peso de cloru
ro de sodio y cloruro de aluminio a unos 150 - 160° y bajo intro
ducción de aire hasta que el color de la masa fundida se vuelva
azul. El colorante aislado y purificado como en los ejemplos prece
dentes cristaliza en quinolina dando agujitas amarillas anaranja
das y da en una tina de color rojo azulado limpios tintes anaranja
dos de buena solidez. Al colorante corresponde presumiblemente la
siguiente fórmula:



80 Empleando el cloruro m-tolufílico en lugar del p-tolufílico
se obtiene un colorante parecido.

85 5) 20 partes en peso de pireno se introducen a 120 - 130°
bajo agitación en una solución de 30 partes en peso de anhídrido
benzóico en 400 partes en peso de cloruro de sodio y cloruro de
aluminio ($\text{NaCl} - \text{Al}_2\text{Cl}_6$). La masa fundida de color violeta rojizo
se agita velozmente bajo introducción de aire hasta obtenerse un
azul puro. Se descompone entonces la masa fundida con agua y se pu
rifica el colorante en bruto precipitado regenerándolo en una tina.
De esta manera se obtiene un colorante que es idéntico al obtenido
90 según el ejemplo 1.

6) Una solución de 20 partes en peso de pireno en 40 par
tes en peso de cloruro α -naftófico, calentada hasta unos 100° C,
se introduce a 110 - 120° bajo agitación en 500 partes en peso de
cloruro de sodio y de aluminio, y se trata entonces mediante aire

