



37939

EB/. =

MEMORIA DESCRIPTIVA

para una patente de ADICION, por " Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal No. 115.467 " a favor de la r. s. Schering Kahlbaum A. G., residente en Berlin N. 65 /Alemania/ Müllerstrasse, 170/171. -

= = = = =

Es sabido, que por actuación de las aminas aromáticas diazoadas sobre 2,6-diaminopiridina se obtienen colorantes que poseen una fuerte acción bactericida.

Es sabido además que se obtienen colorantes fuertemente bacteriocidas copulando con mono y diaminopiridinas las aminocombinaciones diazoadas de la serie de la piridina o quinolina, cuyo grupo amino no posee caracter tautómero y las cuales, además del grupo amino, llevan también por lo menos otro sustituyente.

Ahora bien, se ha descubierto que se obtienen productos muy eficaces cuando se hacen actuar aril-aminas diazoadas o sus productos de sustitución sobre 3,5 diaminopiridinas o sus derivados.

En la preparación de estas combinaciones debe señalarse como inesp...



rado y sorprendente bajo el punto de vista químico el que la copula -  
ción se realice en las piridinas sustituidas además de en la posi -  
ción 3, también en la posición 5, En todas las combinaciones antes  
5 descritas la posición 3 ó la 5, está desocupada y la cópula tiene lu -  
gar siempre en este punto; también por el hecho de que por ejemplo  
la 3- ó 5-aminopiridina no dé la reacción de la heliantina, esto es,  
no se copule con ácido sulfonílico diazoado (sobre la reacción de  
la heliantina, vease Gattermann, Práctica de la Química Orgánica,  
ed. 22, p. 287) era de sospechar que la copulación no se efectuaría  
10 en piridinas sustituidas en ambas posiciones.

(Ejemplo, 1ª). 218 partes de 3,5-diaminopiridina se disuelven en  
ácido clorhídrico. A esta disolución enfriada por adición de hielo  
se agrega agitando una disolución clorhídrica también enfriada con  
hielo, de diazobenzol obtenida por diazoado de 186 partes de anili -  
15 na con una disolución concentrada de 138 partes de nitrito sódico.  
Después de media hora se alcaliniza con disolución de carbonato só -  
dico, separándose el colorante como precipitado rojo amarillo. Se  
separa el colorante por aspiración y se recristaliza en poco alcohol.  
Así se le obtiene en cristales rojo oscuros que funden a 178°. El  
20 rendimiento es cuantitativo.

(Ejemplo, 2ª). 33 partes de 3,5-diaminopiridina se disuelven en  
ácido clorhídrico y se enfrían agregando hielo. A esta disolución se  
incorpora agitando una disolución clorhídrica enfriada con hielo,  
de p-clorodiazobenzol, obtenida por diazoado de 38 partes de p-clo -  
25 ranilina con una disolución acuosa concentrada de 21 partes de nitrí -  
to sódico. Después de media hora se alcaliniza, precipitándose el  
nuevo colorante. Por recristalización en metanol diluido se obtiene  
la substancia como cristales pardo-rojos que funden a 209° (descomp).  
El rendimiento es cuantitativo.

30 (Ejemplo, 3ª). Si en el ejemplo 2, se reemplaza la disolución de



p-clorodiazobenzol por una disolución de p-metoxidiazobenzol obteni -  
da por diazoado de 37 partes de p-anisidina con una disolución acuo -  
sa concentrada de 21 partes de nitrito sódico, se obtiene, operando  
de igual manera, un colorante azo, que en piridina se separa con ren -  
5 dimiento cuantitativo en cristales de color naranja que funden a 245<sup>o</sup>  
(descomp).

(Ejemplo, 4). Si en el ejemplo 2, la disolución de p-clorodiazobenzol se reemplaza por una disolución de  $\beta$ -diazonaftalina, obteni -  
da por diazoado de 43 partes de  $\beta$ -naftilamina con una disolución  
10 acuosa concentrada de 21 partes de nitrito sódico, se obtiene, ope -  
rando de igual manera un colorante azo que de la piridina se separa  
con rendimiento cuantitativo en cristales pardo negros que funden a  
192<sup>o</sup>.

(Ejemplo, 5). 66 partes de 3,5 diaminopiridina se disuelven en  
15 ácido clorhídrico. A la disolución enfriada con hielo se agrega agi -  
tando una disolución también enfriada con hielo, de ácido p-diazoben -  
zolsulfónico, obtenido en la forma usual por diazoado de 126 partes  
de ácido sulfanílico con 42 partes de nitrito sódico. La disolución  
se alcaliniza con lejía de sosa caústica para completar la cópula.  
20 Con largo reposo se separa el nuevo colorante parcialmente en forma  
de su sal sódica. Esta después de recrystalizar en poca agua forma  
cristales amarillo naranja.

De las aguas madres reunidas puede precipitarse el colorante todavía  
disuelto agregando ácido acético como ácido sulfónico libre. Después  
25 de separar por aspiración se lava radicalmente con agua y después  
de seco se obtiene como polvo rojo. De esta forma se obtiene el co -  
lorante con rendimiento cuantitativo.

(Ejemplo, 6<sup>o</sup>). 33 partes de 3,5 diaminopiridina se disuelven en  
ácido clorhídrico diluido. A la disolución enfriada con hielo se a -  
30 grega agitando otra disolución también enfriada con hielo de ácido



o-diazobenzoico, obtenida en la forma usual por diazoado de 41 partes de ácido antranílico, con 21 partes de nitrito sódico. La disolución se alcaliniza con amoniaco para completar la cópula y agregando ácido acético se precipita el colorante. Después de separar por aspiración se lava radicalmente con agua y el preparado después de seco se obtiene como polvo rojo con rendimiento casi cuantitativo. Es muy poco soluble en agua fría y caliente y en los disolventes orgánicos usuales, y soluble en los álcalis diluidos.

Ejemplo, 7º). 19,8 partes de 2-oxi-3,5-diaminopiridina, obtenida por reducción de la conocida 2-oxi-3,5-dinitropiridina con cloruro estannoso por el método usual, se disuelven en ácido clorhídrico diluido. A la disolución enfriada con hielo se agrega agitando una disolución de diazobenzol obtenida por diazoado de 9,3 partes de anilina con 6,9 partes de nitrito sódico en la forma usual. La disolución se alcaliniza con amoníaco para completar la cópula, separándose el colorante como precipitado rojo obscuro. Después de lavar radicalmente con agua se obtiene el colorante con rendimiento cuantitativo.

N O T A. =  
 =====

Descrito suficientemente el presente invento lo que se declara como de novedad é invención propia, son las siguientes reivindicaciones:

1. - Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal No. 115.467, caracterizadas porque se hacen actuar arilaminas diazoadas o sus productos de sustitución sobre la 3,5-diaminopiridina o sus derivados.
2. - " Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal No. 115.467 " según se describe y reivindica en esta memoria descriptiva.



5. -

Consta esta descripción de cinco hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, á 16 de Abril de 1935. -

Guillermo Roeb. =