

141875



Memoria descriptiva que se acompaña a la Solicitud de Patente de Invención por VEINTE años, a favor de I. G. F a r b e n - i n d u s t r i e A k t i e n g e s e l l s c h a f t, residente en Frankfurt am Main (Alemania), por: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE COLORANTES PIGMENTARIOS", presentada en el Ministerio de Industria y Comercio.

Es sabido que, calentando o-dinitrilos aromáticos, o combinaciones que pueden convertirse en o-dinitrilos aromáticos, con sales de cobre en presencia de disolventes, se obtienen valiosos colorantes. Los disolventes empleados hasta ahora para esto son
5 en parte antieconómicos, (por ejemplo piridina y quinolina), y en parte dan rendimientos bajos, circunstancias que se oponen a la ejecución del procedimiento en mayor escala.

Ahora bien, se ha descubierto que la reacción puede ejecutarse esencialmente más rápida, más uniforme y en general con rendi-
10 mientos esencialmente mejores, cuando la piridina o quinolina se reemplaza parcialmente por cualesquiera diluyentes orgánicos. Para esto se emplean por ejemplo hidrocarburos aromáticos y sus derivados halogenados y nitrados, por ejemplo el di- y triclorobenzol, nitrobenzol y nitrotoluenol y también fenoles, ácidos carboxílicos,
15 aromáticos y sus esteres, por ejemplo el ester dietílico del ácido ftálico, el ester glicólico o dibutílico, el mesitileno, anisol y otros éteres fenólicos. Pueden, también, calentarse en presencia de los citados diluyentes los dinitrilos aromáticos, o combinaciones transformables en los mismos, con las combinaciones complejas
20 que pueden obtenerse de combinaciones metálicas y piridinas o quinolinas. Las indicadas combinaciones metálicas complejas pueden, por ejemplo, obtenerse tratando combinaciones del correspondiente



metal, por ejemplo del cobre, cobalto, níquel o hierro, con cantidades limitadas de una piridina o quinolina; en este caso se calienta la mezcla. Inmediatamente se continua calentando convenientemente durante algún tiempo. La cantidad de piridina o quinolina necesaria para obtener las indicadas combinaciones complejas es diversa según la combinación metálica utilizada; llega por ejemplo a 1 mol de piridina por 1 mol de combinación metálica; sin embargo, pueden emplearse también cantidades menores o mayores, por ejemplo tanto cuanto la combinación compleja correspondiente del metal sea capaz todavía de fijar. Muchas veces puede también emplearse una cantidad superior de piridina o quinolina.

El procedimiento permite también utilizar diluyentes que solos son inadecuados o poco adecuados para la transformación, cuando se los utiliza juntamente con bases de la clase de la piridina o quinolina. Estas bases pueden también agregarse en cantidades pequeñísimas, de suerte que no sea necesario recuperarlas. El valor especial del nuevo método se halla, ante todo, en que los disolventes antieconómicos pueden en gran parte reemplazarse por diluyentes baratos, que por sí solos son poco o nada utilizables. Además, los rendimientos son muchos mejores que trabajando con, por ejemplo, piridina únicamente. Otra ventaja del nuevo método se halla en que, reduciendo el contenido de la mezcla de transformación en bases de la clase de la piridina o quinolina, resulta muchas veces el colorante más claro y puro. Por bases de la clase de la piridina o quinolina deben entenderse aquellas que con combinaciones metálicas forman combinaciones de adición, por ejemplo la piperidina, picolina, lutidina y colidina.

50

EJEMPLO 1.

Se tratan 198 partes de cloruro cuproso con 160 partes de piridina, y se calienta durante breve tiempo la mezcla a unos 100°C. Luego se agrega una mezcla de 512 partes de ftalodinitrilo y 4.800 partes de nitrobenzol o 2.300 partes de nitrotoluel o fenol, y



55 se calienta la masa, agitando vivamente. A unos 150°, y, si se emplea como disolvente fenol, ya a unos 90° C, comienza a formarse el colorante. A 180-190° C se separa el colorante por completo. Se calienta todavía, durante una hora próximamente, a 210° C, y la piridina, que queda libre, se separa convenientemente por destilación.

60 Ahora el colorante pigmentario se priva del disolvente. El nitrobenzol puede, por ejemplo, eliminarse mediante vapor de agua. Hirviendo una o dos veces con ácido clorhídrico diluido, y lavando inmediatamente con agua, caliente, se obtiene finalmente el colorante, con rendimiento casi teórico, y completamente puro.

65 EJEMPLO 2.

130 partes de cloruro cobáltico anhidro se convierten, con 160 partes de piridina, en la combinación compleja de dipiridina. Se disuelve ésta en un poco de nitrobenzol y la disolución se agrega a una mezcla de 256 partes de ftalodinitrilo y 2.400 partes de nitrobenzol y, después, agitando, se calienta a ebullición. Después de algún tiempo, se destila la piridina quedada libre y, eventualmente, una parte del disolvente. El aislamiento y la purificación del colorante se efectúan como en el ejemplo 1.

EJEMPLO 3.

75 290 partes de nitrato de níquel se calientan con 320 partes (4 mol) de piridina; a continuación, se incorpora la combinación compleja, formada, a una disolución de 256, partes de ftalodinitrilo en 1.200 partes de nitrobenzol y se calienta, lentamente, agitando. A unos 175°C se separa del colorante, con reacción enérgica. El aislamiento del colorante pigmentario azul, formado, se realiza como se ha indicado en el ejemplo 1.

EJEMPLO 4.

Se mezclan partes iguales de cloruro cuproso y piridina, a 100°C. 4 partes de la mezcla se incorporan a 50 partes del ester



85 dietílico de ácido ftálico y, luego, se introducen en esta mezcla
10 partes de ftalodinitrilo. Se calienta, agitando, durante una
hora próximamente, a 200°C. El colorante azul originado con muy
buen rendimiento se separa del disolvente, y se seca.

En lugar del ester dietílico del ácido ftálico, pueden emplear-
90 se también otros esteres de este ácido.

EJEMPLO 5.

500 partes de ftalodinitrilo se mezclan con 5000 partes de
o-diclorobenzol, y agregando 200 partes de cloruro cuproso y
160 partes de piridina, se hierve durante algún tiempo, separán-
95 dose, por destilación, la piridina agregada y una parte del dicloro-
benzol. Luego se destila el resto de este último, preferentemente
al vacío, se recoge el residuo en agua, se le trata luego, para
eliminar la sal de cobre libre, con ácido clorhídrico, y se aísla
el colorante en la forma usual.

100

EJEMPLO 6.

20 partes de ftalodinitrilo, 8,45 partes de cloruro cuproso
y 2 partes de piridina pura se hierven (179-180°C), durante tres
horas, en 100 partes de o-diclorobenzol. Rendimiento: 20,9 partes
= 93,5% del teórico.

105

En lugar de piridina puede también emplearse la cantidad
correspondiente de quinolina.

EJEMPLO 7.

20 partes de ftalodinitrilo, 7,8 partes de cloruro cuproso
y 2 partes de piridina pura se calientan, a 180°C durante 3 ho-
110 ras, con 100 partes de nitrobenzol, y se trabajan según uno de los
métodos arriba indicados. Rendimiento: 20,8 partes = 93,3% del
teórico.



EJEMPLO 8.

20 partes de ftalodinitrilo, 8,45 partes de cloruro cuproso
115 y 2 partes de piridina pura se hierven (punto de ebullición, 162°C)
durante 5 horas, en 100 partes de mesitileno. Rendimiento: 19 par-
tes en peso = 85% del teórico.

La transformación puede también realizarse con la cantidad
correspondiente de otra base de la clase de la piridina.

120

EJEMPLO 9.

Se calienta a ebullición, durante media hora, una mezcla de
128 partes de ftalodinitrilo, 50 partes de cloruro cuproso y 1.000
partes de triclorobenzol. Se forma una pequeña cantidad de ftalocia-
nina de cobre. Ahora se enfría la mezcla a unos 100°C, se agregan
125 40 partes de piridina y se sigue calentando a ebullición. La masa
se torna pastosa, e inmediatamente comienza una viva formación del
colorante. Se calienta todavía algún tiempo a ebullición, sepa-
rándose, por destilación, una parte de la piridina, se separa por
aspiración el colorante, y se le lava con triclorobenzol. La sal
130 de cobre adherida se elimina, por cocción con ácido clorhídrico
diluido. El rendimiento es por lo menos el 90% del calculado. El
colorante es muy puro y de gran poder de coloración.

:--:--:--:--:--:--:--:--: N O T A :--:--:--:--:--:--:--:--:--:--:

Se reivindica como nuevo y de propia invención:

135

1.- Un procedimiento para la obtención de colorantes pigmen-
tarios, por reacción de o-dinitrilos aromáticos, o de combinacio-
nes transformables en éstos, con metales o combinaciones metálicas,
caracterizado por que la reacción se realiza en presencia de una
mezcla de disolventes, utilizables de por sí, de la clase de la
140 piridina o quinolina con otros diluyentes orgánicos.

2.- Un procedimiento según lo reivindicado en el punto 1,
en una forma de ejecución, caracterizada por que, en presencia
de disolventes o diluyentes orgánicos distintos de la piridina o



quinolina, se hacen reaccionar mezclas de o-dinitrilos aromáticos,
145 o combinaciones transformables en éstos, con las combinaciones
complejas que pueden obtenerse de combinaciones metálicas y de
piridinas o quinolinas.

Esta patente recae sobre "UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN
DE COLORANTES PIGMENTARIOS", como queda descrito en la presente
memoria,^y caracterizado en la anterior Nota.

Madrid, 4 de Abril de 1936.