

PATENTE DE INVENCION

Le. A 320.

200495



16 N°

200495

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para la obtención de colorantes tinables
"de antraquinona".

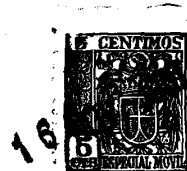
SOLICITANTES: FARBENFABRIKEN BAYER, domiciliados en
Leverkuse-Bayerwerk, Alemania.

- En gran escala se obtiene el colorante azul tivable, conocido bajo el nombre de "indantreno", es decir, la N,N'-dihidro-antraquinonazina, mediante fusión de 2-amino-antraquinona con potasa cáustica. Puesto que la 1-amino-antraquinona resulta tan fácil de preparar como la 2-amino-antraquinona, no faltaron ensayos para utilizar para esta síntesis el primero de estos compuestos en concepto de materia prima. Por la patente alemana N° 175.626 se conoce el método de obtener el colorante mediante fusión, a temperaturas más elevadas, de 1 parte en peso de 1-amino-
- 5.
- 10.



16 NOV

- antraquinona con 10 partes en peso de fenol y 5 partes en peso de potasa caustica, empleando eventualmente tambien un oxidante. Tambien se ha propuesto hacer reaccionar 1-amino-antraquinona mediante ebullición en ácidos minerales, o bien mediante calentamiento con sulfatos metálicos o cloruros metálicos, obteniendo a presión la N,N'-dihidro-antraquinonazina. (DRP N^o 186.636 y 186.637). Según la patente alemana N^o 161.923 dicho colorante ha de producirse al entrar cloro o bromo en 1-amino-antraquinona fundida.
- 15.
20. Todos los métodos hasta ahora conocidos para obtener la N,N'-dihidro-antraquinonazina partiendo de 1-amino-antraquinona dan rendimientos notablemente inferiores que los obtenidos mediante fusión de potasa con 2-amino-antraquinona.
25. Ahora bien, hemos descubierto que se puede obtener con muy buen rendimiento la N,N'-dihidro-antraquinonazina por fusión de 1-amino-antraquinona con fenolatos alcalinos en presencia de un oxidante, si se adicionan a la preparación sales alcalinas de ácidos grasos de reducido peso molecular, empleando en este caso por cada parte en peso de 1-amino-antraquinona una cantidad de fenolato alcalino que en esencia no pase de las 3 - 4 partes en peso. Tambien se puede realizar la reacción empleando presión.
30. Este nuevo procedimiento conduce sorprendentemente a rendimientos notablemente mejores que los obtenidos según el procedimiento descrito en la patente alemana N^o 175.626. Y, basándose en las condiciones óptimas a continuación citadas, los rendimientos serán tambien superiores a los obtenidos en la fusión de potasa con
35. 2-amino-antraquinona.
- 40.



El presente procedimiento se diferencia principalmente de los hasta ahora conocidos por el hecho de trabajar con menores cantidades de fenolato alcalino y porque se adiciona una sal alcalina de un ácido graso de reducido peso molecular. Preferentemente se emplean aproximadamente

45. de 1 - 2 partes en peso de fenolato alcalino por cada parte en peso de l-amino-antraquinona.

Conviene que no exista un exceso de fenol, ni tampoco de álcali cáustico. De las sales alcalinas de

50. ácidos grasos de reducido peso molecular vienen en primer lugar en consideración los acetatos sódico y potásico; pero igualmente se prestan los formiatos, propionatos y butiratos alcalinos. En concepto de oxidantes se emplean cloratos alcalinos, nitratos alcalinos, persulfato potásico, etc., trabajando a temperaturas entre los 150° y

55. los 220° C., resultando ventajoso empezar con la temperatura más baja y aumentarla paulatinamente durante el curso de la reacción. Convenientemente se adicionan todavía pequeñas cantidades de óxido férrico o de bióxido

60. de manganeso.

Aparte del hecho de obtener, según el presente procedimiento el colorante con un mayor rendimiento, resulta posible recuperar de un modo sencillo, del colorante bruto o de los residuos que se producen en la

65. purificación, gran parte de la l-amino-antraquinona no transformada, por ejemplo, mediante sublimación en el vacío.

EJEMPLO 1.

En 150 partes en peso de fenol fundido a 100 - 120°

70. C., se introducen 100 partes en peso de potasa cáustica

200495

- 4 -



- (90%). A este fenolato potásico así preparado se adicionan a 160 - 180° C, 40 partes en peso de acetato sódico anhidro. En esta fusión, ahora muy fluida, se introduce en porciones una mezcla de 100 partes en peso de l-amino-antraquinona (98%) y 5 - 20 partes en peso de clorato sódico en el transcurso de 1/2 hasta 1 hora, agregando finalmente 1 parte en peso de óxido férrico o bióxido de manganeso. Se calienta la fusión a 200° C. y, aumentando la temperatura lentamente a 210° C., se remueve hasta 7 horas.

- 75.
80. La fusión, hasta el final muy fluida, se calienta entonces en 3000 partes en peso de agua durante aproximadamente una hora, hasta la ebullición. Se aspira el colorante bruto, se lava y se seca. Después de disolver en ácido sulfúrico concentrado se ajusta la concentración mediante agua aproximadamente a un 83% , precipitándose entonces la N,N'-dihidroantraquinonazina en forma pura y bien cristalizada. Se obtienen 68'2 partes en peso de colorante puro, resultando un rendimiento de aproximadamente un 70% calculado sobre la l-amino-antraquinona empleada.
- 85.
90. Siguiendo con la dilución con agua del filtrado al ácido sulfúrico, se precipita un producto gris-pardo a partir del cual se recupera mediante sublimación en el vacío la l-amino-antraquinona no transformada durante la reacción, recuperando de este modo 9'6 partes en peso de l-amino-antraquinona y resultando así un rendimiento de colorante de unos 77'5% calculado sobre la l-amino-antraquinona puesta en reacción.
- 95.

100. Si se emplean en la preparación antes citada 200 partes en peso de l-amino-antraquinona y 34 partes en peso



de clorato sódico, aumentando la temperatura durante 8½ horas desde 190° a 220° C., se obtiene también un buen rendimiento del colorante. Igualmente puede purificarse el colorante, de un modo por sí conocido, pasando por la sal tinable de la N,N'-dihidro-antraquinonazina.

105. Sustituyendo en la preparación arriba citada el acetato sódico anhidro por cantidades iguales de formiato, propionato o butirato sódico, se obtiene el colorante con el mismo buen rendimiento.

110. EJEMPLO 2.

Sustituyendo en el ejemplo 1 la potasa cáustica por 75 partes en peso de sodio cáustico, y el acetato sódico por 40 partes en peso de acetato potásico, se obtiene la N,N'-dihidro-antraquinonazina, igualmente con buen rendimiento.

115.

EJEMPLO 3.

Se calienta una mezcla compuesta de

	100	partes	en	peso	de	fenolato	potásico,
	20	"	"	"	"	acetato	sódico,
120.	50	"	"	"	"	1-amino-antraquinona,	
	5	"	"	"	"	clorato	potásico,

removiéndola durante algunas horas*, tal como se indica en el ejemplo 1. De la fusión se obtiene, de acuerdo con la elaboración descrita en el ejemplo 1, la N,N'-dihidro-antraquinonazina con buen rendimiento.

125.

EJEMPLO 4.

Si se realiza la fusión bajo presión, se puede trabajar como sigue: Se calienta en un autoclave provisto de agitador, una mezcla compuesta de

130. 100 partes en peso de fenolato potásico,



- 20 partes en peso de acetato sódico,
 50 " " " " 1-amino-antraquinona,
 9 " " " " clorato potásico,
130. calentando durante 4 - 8 horas a 150 - 160° C., y durante otras 2 - 4 horas a 180 - 190° C. Después se elabora la fusión de acuerdo con ejemplo 1, obteniendo la N,N'-dihidro-antraquinonazina con buen rendimiento.

N O T A

135. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo
140. que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España: " PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE COLORANTES TINABLES DE ANTRAQUINONA"; caracterizándose por lo siguiente:

145. 1º.= Procedimiento para la obtención de colorantes tinables de antraquinona, mediante fusión de 1-amino-antraquinona con fenolatos alcalinos en presencia de un oxidante, caracterizándose porque se adiciona a la preparación una sal alcalina de un ácido graso de reducido peso molecular, empleando en este caso por cada parte en peso
150. de 1-amino-antraquinona una cantidad de fenolato alcalino que en esencia no pase de las 3 - 4 partes en peso.

- 2º.= Procedimiento para la obtención de colorantes tinables de antraquinona según reivindicación 1ª, caracterizándose porque se realiza la reacción empleando presión.
155. 3º.= Procedimiento, según reivindicación 1ª,

200495

- 7 -



16 NOV

caracterizándose porque se emplean preferentemente una a dos partes en peso de fenolato alcalino por cada parte de l-amino-antraquinona, cuidando que no exista un exceso de fenol, ni tampoco de álcali cáustico.

160.

4º.= Procedimiento para la obtención de colorantes tinables de antraquinona; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de 7 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 16 de noviembre de 1951.

FARBENFABRIKEN BAYER.

P.P. de J. GOMEZ ACEBO y MODET

