

mc/

203884

29WA



203884

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

a favor de

D. Esteban SERRA RODRIGUEZ - de nacionalidad española -
domiciliado en c/ Mayor de Gracia, 96 - BARCELONA,

por:

" Procedimiento para la obtención de sales de tetrabenzopor-
firacina utilizables como pigmentos colorantes ".

====:OOO:=====

M e m o r i a D e s c r i p t i v a

Son ya conocidos diversos procedimientos para la
obtención de sales de tetrabenzoporfiracina, los cuales
parten del anhídrido ftálico, de la ftalimida o del fta-



lonitrilo, teniendo lugar en el primer caso la reacción con amoniaco o con un cuerpo que produzca amoniaco, en los otros casos la presencia de dicho producto ya que en las moléculas de las sustancias de partida ya se encuentra el nitrógeno formando parte de ellas. En general, se utiliza preferentemente el ftalonitrilo para la obtención de las sales citadas, pero la preparación previa de este producto es muy costosa y difícil, por lo que se ha ideado otro nuevo procedimiento.

El procedimiento objeto de esta patente, consiste esencialmente en producir, partiendo del anhídrido ftálico, una reacción con la urea y con un agente metálico tal como una sal metálica, empleándose la urea como fuente productora de amoniaco y por lo tanto de nitrógeno. La reacción que se produce es exotérmica y en ella se forma ftaloilurea como producto intermedio inestable, que en presencia de la sal metálica, conduce a la ftalocianina o tetrabenzoporfirazina del metal correspondiente.

Para que la reacción tenga lugar, sería suficiente, teóricamente, emplear doble número de moles de urea y de anhídrido ftálico, pero en la práctica es necesario aumentar esta proporción, llegando a precisarse por lo menos 5 moles de urea, por cada mol. de anhídrido ftálico para que se obtengan buenos rendimientos.

La reacción como se ha dicho, es exotérmica, debe mantenerse entre ciertos límites, evitando que la temperatura sobrepase los grados deseados. Para ello, según la presente invención, se utiliza un disolvente de alto punto de ebullición que diluye los reactantes y proporciona una mayor amplitud de oscilación de la temperatura, siendo más fácilmente controlable.

Para obtener sales cupricas, en ciertos procedi-



mientos conocidos, se introduce en la reacción el cloruro cuproso, que es un producto de muy poca estabilidad y cuyo rendimiento suele depender del grado de pureza o de riqueza de la sal.

5 Según la presente invención, y en la reacción básica antes señalada, se emplea como agente metálico, el óxido cuproso agente metálico, lo cual dá muy buenos resultados, puesto que el óxido cuproso es un compuesto mucho más estable que reacciona en mejores condiciones con la urea y el anhídrido ftálico.

10 Una vez obtenido el producto de la reacción o sea la ftalodiamina, se filtra el conjunto con lo cual se recupera el disolvente de punto de ebullición elevado y se eliminan impurezas solubles, después de lo cual se trata
15 la pasta filtrada con una solución de ácido clorhídrico para eliminar el metal no combinado y otras impurezas solubles en dicho ácido, filtrando y secando. Después se trata con ácido sulfúrico que disuelve la sal metálica de la tetra-
20 benzoporfirazina, y esta disolución sulfúrica es precipitada en agua a fin de obtener una perfecta dispersión. El precipitado filtrado es secado y mezclado con algún agente dispergente y molido. Para mayor aclaración del objeto de la presente patente se anota a continuación uno de los procedimientos que han dado mejores resultados, significando
25 que las cantidades anotadas no son limitativas sino tan solo enunciativas y además el proceso de purificación puede variar en amplios límites de orden químico sea por lavados, extracciones, etc.

30 Se condensa en recipiente apropiado y bajo buena agitación una mezcla compuesta de 50 p. de anhídrido ftálico con 100 p. de urea y 10 p. de óxido cuproso y 200 p. de ftá-



lato de dietilo, el total se calienta durante 3 a 5 horas hasta unos 150° y seguidamente otras 3 a 5 horas a 200°, luego se filtra y el producto insoluble se trata con ácido clorhídrico (30 Kgs. de 20° Bé por cada 1000 l. de agua), se filtra y seca. El producto seco se disuelve en ácido sulfúrico de 66° Bé y precipita sobre agua abundante, se filtra el precipitado y trata con un emulsionante y muele. Se seca en estufas de vacío, la sal de cobre obtenida.

10

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

Se reivindica como objeto de esta patente:

15

1.- Procedimiento para la obtención de sales de tetrabenzoporfiracina, utilizables como pigmentos colorantes, que consiste esencialmente en hacer reaccionar anhídrico ftálico con la urea junto con un agente metálico, preferentemente una sal metálica, produciéndose una reacción exotérmica que, en ciertas fases o períodos, debe mantenerse a temperaturas determinadas del orden de 150° a 200° C., desarrollándose la reacción en presencia o con la adición de disolventes de punto de ebullición elevado con objeto de diluir los reactantes y permitir un mejor control de la temperatura, con lo que se forma ftaloilurea como producto intermedio inestable que, en presencia de la sal metálica, conduce a la ftalocianina o tetrabenzoporfirazina del metal correspondiente.

20

25

30

2.- Procedimiento según la reivindicación anterior, caracterizado en que como agente o compuesto metálico, se emplea el óxido cuproso que tiene gran estabilidad y reacciona favorablemente con los productos de partida antes mencionados.

203884

29 MAY



- 5 -

3.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado en que como disolvente de alto punto de ebullición, se emplea un ftalato de dietilo.

5

4.- Procedimiento para la obtención de sales de tetrabenzoporfirazina utilizables como pigmentos colorantes.

Esta memoria consta de cinco páginas, escritas por una sola cara.

BARCELONA, 29 MAY. 1952

P.A.
[Handwritten signature]