

PATENTE DE INVENCION

Le. A 3103/Sp.

228020



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para la obtención de compuestos  
"diazamínicos".

SOLICITANTE: **FARBENFABRIKEN BAYER** Aktiengesellschaft,  
entidad alemana, domiciliada en Leverkusen-  
Bayerwerk, Alemania.

- Los compuestos diazoamínicos de bases diazotadas aromáticas sin grupos disolubilizantes y estabilizadores con grupos disolubilizantes en agua se obtienen generalmente dejando reaccionar el compuesto diazótico sobre la
5. amina de estabilización en un agente alcalino-sódico y, en caso necesario, precipitando a continuación con una sal. Este procedimiento falla sin embargo, si como base se utilizan aminas aromáticas sustituidas, ligeramente negativas, y como estabilizadores ácidos alquiloaminosulfobenzóicos. Así resulta que, si bien pueden obtenerse
- 10.



compuestos diazoamínicos de bases sustituidas ligeramente negativas, como por ejemplo monohalogenoanilinas, monohalogenotoluidinas, monohalogenoanisidinas, dihalogenoanilinas, dihalogenotoluidinas, nitrohalogenoanisidinas, o toluidinas y ácidos alquiloamino-sulfobenzóicos

15. por acoplamiento en agente alcalino-sódico, sin embargo, su separación de la solución de acoplamiento no es posible en la forma usual por adición de sal.

Se ha descubierto que se pueden aislar esta

20. clase de compuestos diazoamínicos en forma sencilla agregando a la solución de acoplamiento alcalina del compuesto diazoamínico sales alcalino-terrosas solubles, por ejemplo,  $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{SrCl}_2$ ,  $\text{BaCl}_2$  y, al mismo tiempo, o posteriormente, sal común o bien, si ya durante el acoplamiento se agrega

25. a la mezcla de compuesto diazónico y estabilizador una sal terrosa-alcalina en forma adecuada. En este último caso se puede aplicar la sal alcalino-terrosa en la forma de la sal alcalino-terrosa del ácido alquiloaminosulfobenzoico utilizado como estabilizador, o también como

30. carbonato alcalino-terroso en lugar de carbonatoalcalino, para la neutralización del ácido que se libera durante el acoplamiento. Después de terminado el acoplamiento se pueden precipitar las sales alcalino-terrosas formadas en los compuestos diazoamínicos agregando sal común.

35. De esta manera se pueden separar compuestos diazoamínicos, que precipitando con sal común en la forma usual no se aislan, en forma sencilla y de fácil filtración.

Las sales alcalino-terrosas de compuestos

40. diazoamínicos de la clase descrita y así obtenidas, se



- 3 - 228020

45. pueden separar en forma neutra y son excelentemente adecuadas para la obtención de colores de hielo en la impresión de tejidos. Al imprimir con colorantes de tina se obtienen tintes de fuerte y claro colorido ya que las impresiones son relativamente insensibles a los efectos de las sustancias reductoras.

En los siguientes ejemplos se aclara este procedimiento de trabajo, pero sin que el volumen del mismo quede limitado a los compuestos mencionados.

50. EJEMPLO 1.

41 g. de 1-amino-2-metilo-5-clorobenzol, se mezclan con 175 cm<sup>3</sup> de agua y 80 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico (36% de vol.) y se diazota en forma usual con 67 cm<sup>3</sup> de solución de nitrito de sosa al 30%, a 0-5°. La solución clara de sal diazónica se vierte durante el espacio de tiempo de 45 minutos agitando bien a 0-5° en una solución de 90 g. de 2-etiloamino-5-ácido sulfobenzóico en 100 cm<sup>3</sup> de agua, 500 cm<sup>3</sup> de sosa cáustica (36° Bé) y 70 g. de carbonato de sosa sólido. Después de terminado el acoplamiento se agregan a esta solución 50 cm<sup>3</sup> de sosa cáustica y después 200 g. de cloruro de calcio exento de agua y finamente molido. La precipitación que se inicia inmediatamente de la sal del calcio del compuesto diazoamínico, se completa añadiendo 50 g. de sal común a la solución de reacción.

65.

EJEMPLO 2.

45,7 g. de 1-amino-2-metoxi-5-clorobenzol se diazotan como se ha indicado en el ejemplo 1, y se acoplan con 2-etilo-amino-5 ácido sulfobenzóico. A la solución de acoplamiento se agregan entonces 50 cm<sup>3</sup> de sosa

70.



diazoamínico en forma bien aislable.

EJEMPLO 5.

228020

105. 47 g. de 2,5-dicloroanilina, se mezclan durante la noche con 160 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico concentrado (36 % vol). A continuación se enfria con hielo a 0 - 5 ° y se diazota con 67 cm<sup>3</sup> de solución de nitrito de sodio al 30%. Después de agitar durante 2 horas se filtra la solución de sal diazónica y se vierte lentamente en una solución, enfriada por hielo a 0 - 5 °, de 140 g. de 2-isopropilamino-5-ácido sulfobenzóico en 200 cm<sup>3</sup> de agua, 60 cm<sup>3</sup> de sosa cáustica concentrada, 100 g. de acetato de sodio y 60 g. de sal común. Después de haber terminado casi el acoplamiento se pone alcalina con sosa cáustica concentrada. A continuación se agregan 200 g. de cloruro de bario sólido y 90 g. de sal común. Se agita la solución durante la noche precipitándose así la sal de bario del compuesto diazoamínico que se puede aislar bien.
- 110.
- 115.

EJEMPLO 6.

120. 37 g. de 1-amino-3-clorobenzol se diazotan como indicado en el ejemplo 1. La solución clara de sal diazónica se vierte en el espacio de tiempo de una hora, agitando bien a una temperatura de 0 - 5 °, en una solución de 140 g. de 2-isopropilamino-5-ácido sulfobenzóico en 200 cm<sup>3</sup> de agua, 50 cm<sup>3</sup> de sosa cáustica y 70 g. de carbonato de sosa sólido. Después de agitar durante 2 horas se agregan a la solución de acoplamiento 50 cm<sup>3</sup> de sosa cáustica concentrada 200 g. de cloruro de calcio exento de agua y 75 g. de sal común. Después de agitar durante la noche se ha precipitado la sal de calcio del compuesto diazoamínico que se puede aspirar.
- 125.
- 130.

228020



EJEMPLO 7 .

135. 41 g. (0,29 mol. de 1-amino-2-metilo-5-clorobenzol se mezclan con 175 cm<sup>3</sup> de agua y 80 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico (36 % vol.) y en forma usual se diazota con 67 cm<sup>3</sup> de solución de nitrito de sodio al 30 % a 0 - 52.

140. La solución de sal diazónica se vierte lentamente en una solución de 90,5 g. (0,32 mol.) de la sal de calcio del 2-etiloamino-5-ácido sulfobenzóico en 100 cm<sup>3</sup> de agua y 30 cm<sup>3</sup> de solución de amoníaco (25%). El compuesto diazónico se transforma rápidamente; después de agitar durante 2 horas la solución de acoplamiento se puede aislar el compuesto diazoamínico en forma de sal de calcio agregando sal común, en forma de fácil filtración.

145. Si en lugar del compuesto diazónico del 1-amino 2-metilo-5-clorobenzol se utiliza 1-amino-3-clorobenzol o 1-amino-2,5-diclorobenzol diazotados se obtiene por acoplamiento con la sal de calcio del 2-etiloamino-5-ácido sulfobenzóico las sales de calcio de los correspondientes compuestos diazónicos, que en cada caso se pueden aislar fácilmente agregando sal común.

150.

EJEMPLO 8 -

155. 49 g. (0, 29 mol.) de 1-amino-2-metoxi-4-nitro-benzol se diazotan como indicado en el ejemplo 1. La solución clara de sal diazónica se vierte simultáneamente con 60 cm<sup>3</sup> de solución de amoníaco concentrada en una solución de 90,5 g. (0,32 mol.) de la sal de calcio del 2-etiloamino-5-ácido sulfobenzóico en 100 cm<sup>3</sup> de agua. Después de terminarse el acoplamiento se limpia la solución por filtración. Agregando sal común se puede aislar la sal Ca del compuesto diazoamínico.

160.



228020

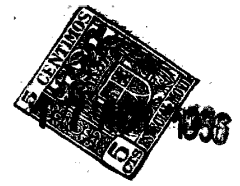
EJEMPLO 9.

165. 49 g. (0,29 mol.) de 1-amino-2-metoxi-4-nitrobenzol se diazotan como inclado en el ejemplo 1. La solución de sal diazónica se vierte lentamente en una suspensión de 40 g. de carbonato de calcio en una solución que contiene 92 g. (0,32 mol.) de la sal diazónica del 2-etilamino-5-ácido sulfobenzóico. Después de terminado el acoplamiento se pone, con poca sosa cáustica triacenoalcalino y se filtra la solución. Del filtrado se
170. puede aislar en buen rendimiento la sal de calcio del compuesto diazoamínico agregando sal común.

N O T A

175. 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. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Alemania con fecha 30 de junio de 1955, nº F 17.830 IVb/12q, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del
180. referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años, en España: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE COMPUESTOS DIAZOAMINICOS"; caracterizándose por lo
185. siguiente:

190. 1º.- Procedimiento para la obtención de compuestos diazoamínicos, separándose dichos compuestos, obtenidos por acoplamiento, en agente alcalino-sódico, de aminas diazotadas sustituidas, ligeramente negativas, de la serie



de ambiente, la cual será también la temperatura del baño.

- Tan pronto como el material inicial sea extraído del baño se deberá secar bien, efectuándose este secado preferentemente con un trapo limpio o papel. Las tiras así preparadas se pegan mediante un disolvente, por ejemplo, éter acético, sobre el objeto, por ejemplo un tubo, efectuándose esta aplicación bajo tensión de tiro. Una tira de material que, por ejemplo, en original, antes de reblandecer, tenía una longitud de aproximadamente 140 cms se pone en el baño de reblandecimiento a aproximadamente 170 cms. de longitud y al ser aplicada sobre el tubo se estirará a aproximadamente 200 cms. para evitarse así la formación de burbujas de aire entre el objeto y la tira.
- 75.
- 80.
- 85.
- 90.
- Al pegarla sobre el objeto, los bordes se pegarán uno encima del otro con el agente disolvente y los bordes de unión entre sí. Aquí y al pegar en general, es conveniente ayudar el pegado mediante pasadas con el pulgar o con un trapo limpio haciendo presión sobre el objeto y el revestimiento. Aquí es necesario trabajar deprisa ya que el material tiene la tendencia de encogerse.

- Si es necesario pegar piezas sueltas del material de revestimiento sobre el objeto, entonces estos bordes de las piezas se pegarán uno encima del otro y este proceso se deberá efectuar en un solo trabajo. Debido a la ductibilidad del material, es posible, friccionando con el pulgar o con el dedo, hacer desaparecer casi totalmente el lugar donde se han pegado los bordes uno encima del otro.
- 95.

100. El tiempo de secado es de 24 horas. Las ulteriores