

PATENTE DE INVENCION

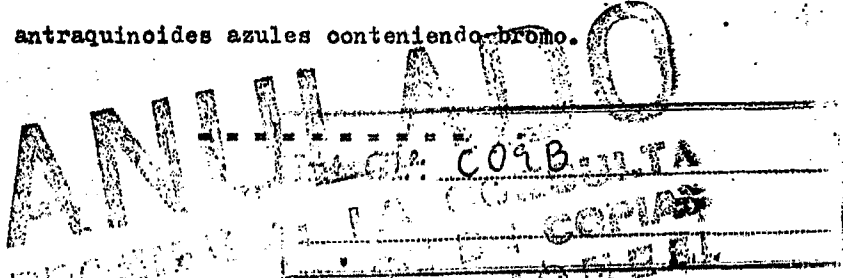
Ref: O.Z. 29 991

428050

Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para la obtención de colorantes de dispersión
antraquinoides azules conteniendo bromo.



Solicitante:

BASF AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en 6700
Ludwigshafen, República Federal Alemana.

La invención se refiere a un procedimiento para la
obtención de colorantes de dispersión antraquinoides conte-
niendo bromo, de la serie de las 1,5-diamino y/o 1,8-diamino
-antraquinonas.

5.

El cometido de la presente invención era hallar un

procedimiento, técnicamente de fácil manipulación y económico, para la obtención de colorantes de dispersión antraquinoides azules y sólidos a la luz.

5. Se ha descubierto ahora que se obtienen colorantes de dispersión antraquinoides sólidos a la luz, azules, por reducción de 1,5-dinitro-4,8-dimetoxiantraquinona, 1,8-dinitro-4,5-dimetoxi-antraquinona o mezclas de los mismos y bromación de los productos de reducción, si la reducción de la dinitro-dimetoxi-antraquinona se efectúa como mínimo con la cantidad estequiométricamente necesaria de azufre en oleum al 20 - 45% en peso en presencia de ácido bórico a temperaturas entre -10 y 50°C.

10. Los colorantes obtenidos según el procedimiento de la invención dan teñidos azules tirando a verde y sólidos a la luz sobre materiales de fibras sintéticas, especialmente sobre aquellos de poliésteres lineales. Los colorantes se pueden emplear para el teñido también con ayuda de carrier.

15. El procedimiento de la presente invención se realiza convenientemente disolviendo la 1,5-dimetoxi-4,8-dinitro-antraquinona, 1,8-dimetoxi-4,5-dinitro-antraquinona o las mezclas de las mismas, a temperaturas entre -5 y 25°C, en oleum, agregando a la solución entonces, bajo buena agitación, la cantidad necesaria de ácido bórico y a continuación agregando el azufre como agente reductor, en caso dado - después de haber ajustado la solución a la temperatura deseada.

20. El contenido en trióxido de azufre en el medio de reacción se encuentra por regla general entre un 20 y 45, preferentemente entre un 25 y 35% en peso de trióxido de azufre, referido al oleum.

25. La cantidad de oleum puede oscilar entre amplios límites. - La mezcla de reacción se debe poder agitar antes, durante y después de la reacción. Ventajosamente se emplea de 5 a 10 veces la cantidad en peso de oleum, referido a la dinitro-dimetoxi-antraquinona.

30.

5. La cantidad en ácido bórico asciende por lo general de un 1 a 10, preferentemente de un 2 a 5% en peso, referido a la dimetoxi-dinitro-antraquinona. Después de haberse disuelto el ácido bórico en el oleum se agrega el azufre bajo agitación. La cantidad de azufre asciende por regla general de 2,0 a 6,5, preferentemente de 2,2 a 3,5 gramo-átomos por mol de dimetoxi-dinitro-antraquinona.

10. Para lograr una reducción llana y rápida se emplea ventajosamente azufre pulverulento o molturado. El empleo de más de 6,5 gramo-átomos de azufre por mol de dimetoxi-dinitro-antraquinona no es perjudicial pero tampoco aporta ninguna ventaja. La reducción se efectúa por regla general a temperaturas entre -10 y 50°C . La reducción se puede efectuar también a temperaturas inferiores a -10°C cuando la mezcla de reacción es líquida a esta temperatura.

15. Para lograr en la reducción grandes rendimientos por volumen-tiempo se trabaja ventajosamente a temperaturas entre 0 y 25°C . Bajo estas condiciones la reducción ha terminado por regla general después de 2 a 5 horas.

20. Para el aislamiento del producto de reducción se le agrega primeramente a la mezcla de reducción, con cuidado, tanta agua hasta que se disponga de una solución del producto de reducción en ácido sulfúrico al 96% en peso hasta oleum al 5% en peso. Durante la adición del agua la temperatura no deberá sobrepasar los 25°C . Sin embargo, una elevación durante breve tiempo de la temperatura a 30°C tiene solo muy reducida influencia sobre el rendimiento y la calidad del producto de reacción. De la solución así obtenida en ácido sulfúrico al 96% en peso hasta oleum al 5% en peso se puede precipitar el producto de reacción mediante introducción de un gran exceso de agua, preferentemente vertiendo sobre hielo/agua y aislando por filtración. Convenientemente contiene la solución de precipitación hidrogenosulfito sódico.

25.

30.

5. El producto de reacción aislado, que esencialmente contiene (1,5) (1,8)-diamino-4,8(4,5)-dihidroxi-antraquinona o mezclas de las mismas, se disuelven convenientemente en 5 a 10 veces su cantidad en peso de ácido sulfúrico al 96 - 100% en peso se broma después de agregar un catalizador de halogenización, tal como sulfato de hierro-III, pentacloruro de antimonio o preferentemente iodo y/o azufre. La cantidad en catalizador asciende por lo general a 0,5 - 2% en peso, referido al producto de reducción empleado. La bromación se puede efectuar en presencia de ácido bórico.

10. La cantidad en bromo depende del contenido en bromo deseado en el colorante. Por regla general se emplearán 0,25 a 0,9 molés de bromo por mol de producto de reducción (dihidroxi-diamino-antraquinona). Por colorísticas, tales como alta solidez a la luz, elevada solidez a la termofijación, tienen preferencia a aquellos productos de bromación que contienen un 10 a 30% en peso, ante todo aquellos que contienen un 10 a 25% en peso de bromo.

15. La bromación se efectúa a temperaturas entre temperatura ambiente y 135°C, preferentemente entre 110 y 125°C. Tienen especial preferencia una variante de la bromación según la cual la cantidad de bromo necesaria se agrega a temperaturas entre temperaturas ambiente y 80°C a la solución del producto de reducción y después se calienta la mezcla de reacción lentamente a 100 a 135°C, preferentemente a 110 a 125°C. La bromación está terminada, a estas temperaturas por regla general después de 1,5 a 3 horas.

20. La bromación se puede realizar también con exceso en bromo e interrumpir la bromación, al alcanzar el contenido de bromo deseado en el producto de reacción, mediante la introducción de la mezcla de reacción en hielo/agua o agua. El momento de la interrupción de la reacción se pueden determinar, por ejemplo, mediante determinación del contenido de bromo en una muestra elaborada.

30.

5. La bromación del producto de reducción se puede realizar también en la solución que se obtiene en la cuidadosa dilución de la mezcla de reducción en ácido sulfúrico al 96% hasta oleum al 5% en peso - bajo las condiciones arriba mencionadas. Esto quiere decir que la reducción y la bromación se pueden realizar en el mismo recipiente sin aislar el producto de reducción y de esta manera ahorrarse los costes de aislamiento, elaboración y secado del producto de reducción.

10. Si la bromación del producto de reducción se efectúa en la mezcla de reducción cuidadosamente diluida puede servir como catalizador de halogenización un reducido exceso de azufre empleado en la reducción. Sin embargo, a la solución también se le pueden agregar los catalizadores antes mencionados.

15. La cantidad de catalizador asciende a 0,5 a 2% en peso, referido a la dimetoxi-dinitro-antraquinona. En caso de que la bromación se desee realizar en la mezcla de reducción, cuidadosamente diluida, se evitará convenientemente en la reducción un exceso grande de azufre y se emplearán por lo tanto, preferentemente 2,2 a 3,5 gramos-átomos de azufre por mol de dimetoxi-dinitro-antraquinona.

20. La mezcla de reacción de la bromación se precipita entonces, en forma en sí conocida, mediante introducción en mucha agua o hielo/agua y de la suspensión ácida se aislará el colorante.

25. Los colorantes obtenidos por bromación en ácido sulfúrico se pueden mejorar aún en su brillo si el colorante húmedo aislado se agita con una solución acuosa de un medio de efecto alcalino, tal como - carbonato potásico, carbonato sódico, hidróxido sódico, hidróxido potásico o sulfuro sódico y a temperatura ambiente. La concentración de los medios de efecto alcalino depende de la fuerza de base del medio alcalino y asciende convenientemente a un 1 a 10% en peso, referido a la solución. Para el tratamiento del colorante se emplea por lo general 30. 5 a 20 veces la cantidad en peso de la solución, referido al colorante.

5. La bromación se puede realizar también en disolventes orgánicos inertes bajo las condiciones de bromación. Para ello se suspende o disuelve el producto de reducción, secado, en disolventes inertes, tales como clorobenceno, diclorobenceno, triclorobenceno o nitrobenzeneo y se broma después de agregar el catalizador de halogenación, tal como iodo o azufre. La cantidad de catalizador de halogenación ascien-
de también aquí a un 0,5 a 2% en peso, referido a la diamino-dihidroxi-antraquinona (producto de reducción). La cantidad de bromo a emplear depende, al igual que la bromación en ácido sulfúrico, del contenido del bromo deseado en el colorante.

10.

También aquí se emplearán por lo general 0,25 a 0,9 moles -- por mol de diamino-dihidroxi-antraquinona (producto de reducción).

La bromación se realiza ventajosamente a temperaturas entre temperatura ambiente y 135°C, preferentemente entre 110 y 125°C.

15.

Tiene especial preferencia la siguiente variante de la bromación: Se agrega el bromo a temperaturas entre temperatura ambiente y 80°C a la solución o suspensión del producto de reducción y la mezcla de reacción se calienta entonces lentamente a 100 a 135°C, preferentemente a 110 a 125°C. La reacción ha terminado, por lo general después de 1,5 a 3 horas. El colorante se precipita de la mezcla de reacción diluyendo con disolventes que no disuelvan, o solo muy poco, al colorante, tales como metanol o acetona y se separa.

20.

Por bromación en disolventes orgánicos se obtienen colorantes que sobre materiales fibrosos de poliésteres lineales dan tejidos más brillantes que los colorantes que se obtienen por bromación en ácido sulfúrico.

25.

Una variante especialmente económica del procedimiento de la presente invención consiste, a partir de la 1,5-dimetoxi-antraquinona, 1,8-dimetoxi-antraquinona o mezcla de las mismas, en efectuar la nitración, reducción y bromación como procedimiento de un solo recipiente.

30.

5. Para ello se realiza primeramente la nitración de la 1,5-(1,8)-dimetoxi-antraquinona, o de la mezcla, en ácido sulfúrico al 85 - 100, preferentemente 85 - a 96% en peso, por lo general con 1,0 a 1,2 veces la cantidad estequiométricamente necesaria de ácido nítrico. Al agregar el ácido nítrico se mantiene la mezcla a temperaturas entre 0 y 15°C y, después de agregar la mezcla de reacción, se calienta a 60 a 70°C. Terminada la nitración se ajusta, mediante adición de oleum de alto porcentaje, a un contenido en trióxido de azufre de un 20 a 45, preferentemente de un 25 a 35% en peso de SO₃. Aquí la temperatura no debe sobrepasar los 25°C. A la solución de la dimetoxi-dinitro-antraquinona en oleum obtenida se agregan entonces el ácido bórico y a continuación el azufre. La reducción y la bromación se efectúan conforme a las indicaciones anteriores.

10. Según el procedimiento de la presente invención se obtienen colorantes de dispersión antraquinoides azules, sólidos a la luz, que también pueden teñir con ayuda de carrier. Este resultado no era de prever, ya que por la literatura (Berichte der Deutschen Chemischen Gesellschaft 29 (1.896), página 2939), es conocido que en la reducción de 1,5-dinitro-antraquinona en oleum y azufre (sesquióxido de azufre) se forman los correspondientes compuestos de antraquinona hidroxilados que, en el caso de la 1,5-diamino-antraquinona, se transforman bajo las condiciones de reacción en tetrahidroxi-antraquinonas.

15. Los ejemplos a continuación explican con más detalle el procedimiento de la invención. Las partes y las indicaciones de porcentajes mencionadas a continuación, se refieren al peso.

20. Ejemplo 1

25. 17,9 partes de una mezcla, que contiene aproximadamente un 90% de 1,5-dinitro-4,8-dimetoxi-antraquinona y 1,8-dinitro-4,5-dimetoxi-antraquinona y en total aproximadamente un 10% de 1,6-, 2,6- y 2,7-dinitro-antraquinona, se disuelven, a 0 a 15°C, en 143 partes de oleum al 30%.

En esta solución se introducen, en porciones 6,5 partes de ácido bórico y se sigue agitando durante 1/2 hora. A una temperatura de 20°C se introducen 4 partes de azufre y se agita durante 2,5 horas a 20 - 25°C. A la misma temperatura se gotean entonces 8 partes de agua. Después -

5. de la adición de 0,2 partes de yodo se agregan a temperatura ambiente, gota a gota, 3,2 partes de bromo y la mezcla se calienta durante 2,5 horas a 120 - 125°C. Después de enfriar se vierte la mezcla de reacción en agua, que contiene hidrógeno-sulfito sódico, el precipitado - se separa por succión, se lava neutro y se seca.

10. Rendimiento: 15,0 partes de un colorante azul con un contenido en bromo de un 14,3%. El colorante tiñe las fibras de poliéster en tonalidades azules con buenas solidez.

Ejemplo 2

15. 2,7 partes de una mezcla de 1,5- y 1,8-dimetoxi-antraquinona se disuelven a 0 - 15°C en 8 partes de ácido sulfúrico al 96%. A esta solución se gotean, a 10 - 15°C, 2,7 partes de una mezcla 1 : 1 de ácido nítrico (al 100%) en ácido sulfúrico (al 100%) (1:1 de partes). La mezcla de reacción se calienta a continuación durante media hora a 25°C, durante media hora a 40°C y durante 5 horas a 60°C. A la mezcla de reacción se agregan 18,2 partes de oleum al 65% no debiendo sobrepasar la temperatura los 20°C. A continuación se introducen, en porciones, 1,3 partes de ácido bórico y se sigue agitando durante 1/2 hora. A 20°C - se introducen 0,8 partes de azufre y se sigue agitando durante 2,5 horas a 20 - 25°C. Se gotean entonces 1,6 partes de agua, no debiendo -
20. sobrepasar la temperatura los 20°C. Después de agregar 0,04 partes de yodo se gotean, a 20°C, 0,7 partes de bromo y la mezcla de bromación se calienta durante 3 horas a 120 a 125°C. Después de enfriar se vierte la mezcla en agua, que contiene hidrógeno-sulfito sódico, el precipitado se separa por succión, se lava neutro y se seca.

30. Rendimiento: 3,3 partes de un colorante azul con un contenido

do en bromo de un 15%. Las fibras de poliéster se tiñen en tonalidades azules con buenas solidez.

Ejemplo 3

5. Se procede como en el ejemplo 2, pero en lugar de 8 partes se emplean 10 partes de ácido sulfúrico al 96% y en lugar de 18,6 partes, 21 partes de oleum al 65%. Para diluir la mezcla de reducción se emplean, - en lugar de 1,6 partes, 1,8 partes de agua. Se obtienen 3,3 partes de un colorante de dispersión azul con un contenido en bromo de un 14,5%.

Ejemplo 4

10. 2,7 partes de una mezcla de 1,5- y 1,8-dimetoxi-antraquinona se disuelven, a 0 - 15°C, en 10 partes de ácido sulfúrico al 85%. A esta solución se gotran, a 10 - 15°C, 2,7 partes de una mezcla de ácido nítrico (al 100%) y ácido sulfúrico (al 100%) (1 : 1 partes). La mezcla de reacción se calienta a continuación durante 1/2 hora a 25°C, durante 15. 1/2 hora a 35°C, durante 1/2 hora a 45°C y durante 1/2 hora a 60°C. Seguidamente se enfría. A 20°C se le agregan al preparado de nitración 35,8 partes de oleum al 65%. Se introducen a continuación, en porciones, 1,3 partes de ácido bórico y se agita durante 1/2 hora. En la solución obtenida se introducen, a 20°C, 0,8 partes de azufre y se 20. agita durante 2,5 horas a 20 - 25°C. En esta mezcla de reacción se gotrean 3,2 partes de agua, no debiendo sobrepasar la temperatura los 20°C.

La solución ácido sulfúrico se vierte entonces sobre agua, a la cual se le ha agregado solución industrial de bisulfito. El precipitado se separa por succión, se lava neutro y se seca.

25. Rendimiento: 2,34 partes de un polvo azul que esencialmente contiene una mezcla de 1,5 - (1,8)-diamino-4,8-(4,5)-dimetoxi-antraquinona.

30. 2,7 partes del polvo azul así obtenido se disuelven en 10 cc de nitrobenzeno. Se agregan 0,04 partes de yodo y a 70 - 80°C se gotrean en el plazo de 1 hora 1,1 partes de bromo y entonces se calienta du-

rante 2 horas a 120 - 125°C. Después de enfriar se diluye la mezcla de reacción con 8 partes de metanol, el precipitado se separa y se seca.

Rendimiento: 2,7 partes de un colorante azul con un contenido en bromo de un 15,4%. Las fibras de poliéster se tiñen en tonos brillantes con buenas solideces:

5.

Ejemplo 5

26,8 partes de 1,5 - (1,8-)-dimetoxi-altraquinona se disuelven a 10 - 15°C en 100 partes de ácido sulfúrico al 85%. A esta solución se gotean, a 10 - 15°C, 26 partes de una mezcla 1 : 1 de ácido nítrico (al 100%) y ácido sulfúrico (al 100%). La mezcla de reacción se calienta a continuación durante 1/2 hora a 25°C, durante 1/2 hora a 35°C y durante 1/2 hora a 45°C, Seguidamente se enfría. A 10 - 15°C se le agregan al preparado de nitración 281 partes de oleum al 65%. A continuación se introducen, a esta temperatura, 13 partes de ácido bórico y se agita durante 1/2 hora. En la solución obtenida se introducen, a 15 - 20°C, 8 partes de azufre pulverizado y se agita durante 2,5 horas a 15 - 20°C. En esta mezcla de reacción se gotean, a una temperatura de 10 - 15°C, 22,3 partes de agua. Después de agregar 0,4 partes de yodo se agregan, a temperatura ambiente, 10 partes de bromo y la mezcla se calienta durante 1/2 hora, a 30°C, durante 1/2 a 50°C, durante 1/2 hora a 80°C, durante 1/2 a 100°C y durante 2 horas a 120 - 125°C. Después de enfriar se vierte la mezcla de reacción en 1.600 partes de agua, que contiene 25 partes de hidrosulfitosódico. El precipitado se separa por succión, se lava neutro y se seca.

10.

15.

20.

25.

Rendimiento: 34 partes de un colorante azul con un contenido en bromo de 21,6%. El colorante tiñe las fibras de poliéster en tonalidades brillantes con buenas solideces.

Ejemplo 6

Se procede como en el ejemplo 5, pero la reducción se efectúa a 30°C.

30.

Rendimiento: 32,6 partes de un colorante azul con un conte-

nido en bromo de un 21,2%.

Ejemplo 7

Se procede como en el ejemplo 5, pero la reducción se efectúa a 40 - 45°C.

5. Rendimiento: 31,2 partes de un colorante azul con un contenido en bromo de un 20%.

Ejemplo 8

Se procede como en el ejemplo 5, pero la reducción se efectúa a 50°C.

10. Rendimiento: 32 partes de un colorante azul con un contenido en bromo de un 21,7%.

Ejemplo 9

Se procede como en el ejemplo 5, pero la reducción se efectúa a 0°C.

Duración: 5 horas.

15. Rendimiento: 34 partes de un colorante azul con un contenido en bromo de un 22,9%.

Ejemplo 10

Se procede como en el ejemplo 5, pero, en lugar de 8 partes de azufre, se emplean 10 partes de azufre como agente de reducción y en la bromación se emplean 11 partes de bromo en lugar de 10 partes de bromo.

20. Rendimiento: 32,8 partes de un colorante azul con un contenido en bromo de un 20,4%.

Ejemplo 11

Se proceda como en el ejemplo 5, pero la reducción se efectúa con 15 - partes de azufre y en lugar de 10 partes de bromo se emplean 11 partes de bromo.

25. Rendimiento: 34,5 partes de un colorante azul con un contenido en bromo de un 15,3%.

Ejemplo 12

26,8 partes de una mezcla de 1,5-/1,8-dimetoxi-antraquinona se disuelven a 10 - 15°C en 100 partes de ácido sulfúrico al 85%.

- 30.

A esta solución se gotean, a 10 - 15°C, 26 partes de una mezcla 1 : 1 de ácido nítrico (al 100%) y ácido sulfúrico (al 100%).

5. La mezcla de reacción se calienta a continuación durante 1 - hora a 25°C. Después se enfría. A 10 - 15°C se le agregan al preparado de nitración 281 partes de oleum al 65%; temperatura: 10 - 15°C. A continuación se introducen 13 partes de ácido bórico, y a 10 - 15°C se agita durante 1/2 hora. En la solución obtenida se introducen, a 15 - 20°C, 8 partes de azufre y se agita durante 2,5 horas a 10 - 20°C. En esta mezcla de reacción se gotean, a una temperatura de 10 - 15°C, ---
10. 22,3 partes de agua. Después de agregar 0,4 partes de yodo se agregan, a 10 - 15°C, 1 parte de SOCl₂ y se agita durante 10 minutos. Se agregan a continuación 8 partes de bromo y la mezcla se calienta, cada vez, durante 30 minutos a 30°C, a 50°C y a 100°C y después durante 2 horas a 120 - 125°C. Después de enfriar se vierte la mezcla de reacción en -
15. 1.600 partes de agua que contiene 25 partes de hidrógeno-sulfito sódico. El precipitado se separa por succión, se lava neutro y se seca.

Rendimiento: 33,3 partes de un colorante azul con un contenido en cloro de un 2,4% y un contenido en bromo de un 15,2%.

20. El colorante tiñe las fibras de poliéster en tonalidades brillantes con buena solidez y buena capacidad de penetración en carrier.

Ejemplo 13

- Se procede como indicado en el ejemplo 5, 100 partes de la torta de prensado húmeda con agua (correspondiente a 20 partes de producto de bromación seco) se agitan con 100 partes de agua, se agregan 0,3 partes de sulfuro sódico industrial y se agita durante 5 horas a temperatura ambiente. La suspensión se vierte entonces en 1.000 partes de agua caliente. El precipitado se separa por succión y se lava neutro.
- 25.

- Rendimiento: 17,6 partes de un colorante azul con un contenido en bromo de un 21,7% que, sobre poliéster, suministra unos teñidos azules que son más brillantes que los que se obtienen con el colorante
- 30.

según el ejemplo 5.

Ejemplo 14

26,8 partes de mezcla de 1,5 - /1,8-dimetoxi-antraquinona, se disuelven, a 30 - 35°C, en 100 partes de ácido sulfúrico al 85%.

5. A esta solución se agregan, a 10 - 15°C, 27 partes de ácido de nitración (52% de ácido nítrico al 100%/48% de ácido sulfúrico al - 100%). Se sigue agitando durante 1 hora y la mezcla de reacción se calienta a continuación durante 1 hora a 25°C. Seguidamente se enfría. A 10 - 15°C se le agregan al preparado de nitración 282 partes de oleum al 65%. A continuación se introducen, a 10 - 15°C, 13 partes de ácido bórico y, a 15 - 20°C, se agita durante 1/2 hora. En la solución obtenida se introducen, a 15 - 20°C, 8 partes de azufre y se agitan durante 1 1/2 horas a 20 - 25°C. En esta mezcla de reacción se gotean, a una temperatura de 10 - 15°C, 17,97 partes de agua. Después de agregar 0,4 partes de yodo se agregan, a 20 - 25°C, 2 partes de SOCl_2 y se agita durante 20 minutos. Se agregan a continuación 8 partes de bromo y la mezcla se calienta, cada vez durante 30 minutos, a 30°C a 50°C, a 80°C, durante 1 hora a 100°C y durante 2 1/2 horas a 120 - 125°C.
- 10.
- 15.

20. Después de enfriar se vierte la mezcla de reacción en 989,73 partes de agua. El precipitado se separa por succión, se lava neutro y se seca.

Rendimiento: 33 partes de un colorante azul con un contenido en cloro de un 4% y un contenido en bromo de un 13%. El colorante tinte las fibras de poliéster en tonalidades brillantes con buenas solidos.

25. Ejemplo 15

Se procede como indicado en el ejemplo 14 y se emplean 16 partes de bromo.

Rendimiento: 36,3 partes de un colorante azul con un contenido en bromo de un 28,3%.

30. Ejemplo 16

Se procede como indicado en el ejemplo 14 y se emplean 20 partes de --
bromo.

Rendimiento: 38,3 partes de un colorante azul con un conteni
do en bromo de un 31,4%.

5. Ejemplo 17

Se procede como indicado en el ejemplo 14 y se emplean 25 partes de --
bromo.

Rendimiento: 39,6 partes de un colorante azul con un conteni
do en bromo de un 34,7%.

10.

- N O T A -

15.

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 modificacio
nes 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 7 de julio de 1.973, bajo el número
P 23 34 657.8, acogiendo por lo tanto a los beneficios que conceden
20. los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la --
esencia del referido invento, y por lo que se solicita Patente de In--
vención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN
DE COLORANTE DE DISPERSIÓN ANTRAQUINOIDES AZULES CONTENIENDO BROMO; ca
racterizándose por lo siguiente:

25.

1º. Procedimiento para la obtención de colorantes de disper
sión antraquinoides azules conteniendo bromo, caracterizado porque 1,5-
dinitro-4,8-dimetoxi-antraquinona, 1,8-dinitro-4,5-dimetoxi-antraquino
na, o mezclas de las mismas, se reducen en oleum que contiene un 20 --
45% en peso de trióxido de azufre, en presencia de ácido bórico, a tem
30. peraturas entre -10 y 50° C, como mínimo con la cantidad estoquiométri

5. camente necesaria de azufre y el producto de reacción obtenido se bromo en ácido sulfúrico al 96% en peso hasta oleum al 5% en peso en disolventes orgánicos inertes bajo las condiciones de reacción, a temperaturas entre temperatura ambiente y 135^oC, hasta que el producto de reacción contenga un 12 a 30% en peso de bromo.
- 2^o. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la reducción del compuesto dinitro se efectúa en oleum al 25 - 35% en peso.
10. 3^o. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque la reducción se efectúa a temperaturas entre 0 y 25^oC.
- 4^o. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque por cada mol de compuesto dinitroantraquinónico se emplean 2,0 a 6,5 gramo-átomos de azufre.
15. 5^o. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la reducción se efectúa en presencia de un 1 a 10% en peso de ácido bórico, referido a la dinitro-dimetoxi-antraquinona.
- 6^o. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la reducción se efectúa en presencia de un 2 a 5% en peso de ácido bórico, referido a la dinitro-dimetoxi-antraquinona.
20. 7^o. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, 5 y 6, caracterizado porque por mol de dinitro-dimetoxi-antraquinona se emplean 2,2 a 3,5 gramo-átomos de azufre.
- 8^o. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque como medio de reacción se emplea 5 a 10 veces la cantidad en peso de oleum, referido a la dinitro-dimetoxi-antraquinona.
25. 9^o. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque para la bromación del producto de reducción se emplean 0,25 a 0,9 moles de bromo por mol de producto de reducción.
30. 10^o. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 9, caracterizado porque la bromación se efectúa a 110 - 125^oC.

- 11^a. Procedimiento según las reivindicaciones 1, 9 y 10, caracterizado porque la bromación se efectúa en ácido sulfúrico al 96% - en peso hasta oleum al 5% en peso, en caso dado en presencia de un catalizador de halogenización.
5. 12^a. Procedimiento según las reivindicaciones 1, 9 y 10, caracterizado porque la bromación se efectúa, en disolventes inertes, en presencia de un catalizador de halogenización.
10. 13^a. Procedimiento según las reivindicaciones 1, 9, 10 y 11, caracterizado porque la bromación se efectúa en el preparado de reducción diluido en ácido sulfúrico al 96% en peso hasta oleum al 5% en peso, en caso dado en presencia de catalizadores de halogenización.
15. 14^a. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 13, caracterizado porque la 1,5-dinitro-4,8-dimetoxi-antraquinona, 1,8-dinitro-4,5-dimetoxi-antraquinona y las mezclas de las mismas se emplean para la reducción en forma de la solución obtenibles por nitración en ácido sulfúrico después de ajustar a un contenido en trióxido de azufre de - un 20 - 45% en peso.
20. 15^a. Procedimiento según la reivindicación 14, caracterizado porque la bromación del producto de reducción se efectúa en el preparado de reducción diluido con ácido sulfúrico al 96% en peso hasta oleum al 5% en peso.
25. 16^a. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 15, caracterizado porque el producto de bromación se trata ulteriormente con medios de efecto alcalino.
30. 17^a. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 15, caracterizado porque se broma hasta que el producto de reacción contenga - un 12 a 30% en peso en bromo.
- 18^a. Procedimiento para la obtención de colorantes de dispersión antraquinoides azules conteniendo bromo, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

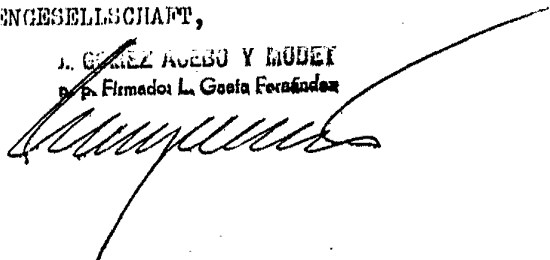
Esta memoria consta de 17 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

- 8 OCT. 1974 /

Madrid,

BASF AKTIENGESELLSCHAFT,

L. GÓMEZ ACEDO Y MOJER
p. Firmado: L. Gómez Fernández



5.