



135227

EB/. =

MEMORIA DESCRIPTIVA

para una patente de invención, por veinte años, por: " Procedimiento para la preparación de 3.4.5.6-tetrahalogeno-2-amino-1-oxibenzol " a favor de la razón social I. G. Farbenindustrie A. G., residente en Frankfurt am Main /Alemania/.

-----

Según Th. Zincke (Berichte 21 (1888), 2724) por cloración del clorhidrato de 2-amino-1-oxibenzol en ácido acético cristizable debe originarse el tetracloro-2-amino-1-oxibenzol. Sin embargo el examen del producto analizado ha demostrado que en éste no se trata de un individuo químico sino de una mezcla de cloruros de o-aminofenoles diversamente clorados. El tetracloro-o-aminofenol no llegó a obtenerlo Zincke. Más tarde también Bures y Havlinova (C. 1929, II, 1403) han mencionado la obtención del tetracloro-o-aminofenol como producto secundario en la saponificación de la tetracloracetil-o-anisidina con lejía de sosa cáustica. Un método industrial para preparar el tetracloro-2-amino-1-oxibenzol no ha podido basarse en esta literatura anterior.

Como ahora se ha comprobado, el 3.4.5.6-tetrahalogeno-2-amino-1-oxibenzol puede prepararse industrialmente con buenísimo rendimiento y pureza cuan-



do el 3.4.6-tricloro-2-amino-1-oxibenzol facil de obtener, se convierte por tratamiento con fosgeno en la oxazolona correspondiente, y esta por halogenacion, por ejemplo por cloracion o bromacion se transforma en el dihidruro (2.3) de 2-oxo-4.5.6.7-tetraclorobenzoxazol (o en el dihidruro (2.3) de 2-oxo-4.5.7-tricloro-6-bromobenzoxazol y finalmente el anillo del oxazol se saponifica. Entonces se obtiene el 3.4.5.6-tetracloro-2-amino-1-oxibenzol o el 3.4.6.tricloro-5-bromo-2-amino-1-oxibenzol. Estos cuerpos sirven como productos intermedios para la preparaci3n de colorantes y preparados farmaceuticos.

Ejemplo 1: 42,5 partes de 3.4.6.-tricloro-2-amino-1-oxibenzol se disuelven en una disoluci3n de 8 partes de hidroxido de sodio solido en 1.600 partes de agua, y despues se introduce fosgeno a 0-52 hasta que no exista nada diazoable. El dihidruro (2.3) de 2-oxo-4.5.7-triclorobenzoxazol se separa por aspiraci3n y se lava con agua. La pasta obtenida se disuelve en una disoluci3n de 16 partes de carbonato de sodio en 1150 partes de agua caliente; luego a 20-252 se introduce cloro hasta que la reacci3n sea claramente 3cida al congo. En el decurso de la cloraci3n se precipita el producto de la reacci3n. Despues de terminada la cloraci3n se calienta durante 1 hora a 80-852 C y luego se incorpora carbonato s3dico hasta que se enrojezca fuertemente el papel brillante; (o sea papel impregnado de amarillo brillante) a continuaci3n se agregan 5 partes de sulfito s3dico cristalizado y despues de agitar durante un cuarto de hora proxicamente, finalmente se filtra. El filtrado se acidifica en caliente hasta reacci3n debilmente 3cida al congo y por aspiraci3n se separa el dihidruro (2.3) de 2-oxo-4.5.6.7-tetraclorobenzoxazol.

El cuerpo obtenido se hierve con reflujo durante dos horas con una disoluci3n de 28 partes de hidr3xido s3dico s3lido en 750 partes de agua. El liquido se trata luego con 3cido clorhidrico hasta reacci3n muy debil al congo y despues por aspiracion se separa el 3.4.5.6-tetracloro-2-amino-1-oxibenzol precipitado, se lava y se seca. El rendimiento es de 44 partes = unos 90 % de te3rico referidos al tricloro-2-amino-oxibenzol empleado.



Ejemplo 21. El dihidruro (2.3) de 2-oxo-4.5.7-triclorobenzoxazol obtenido según el ejemplo 1, de 2,5 partes de 3.4.6-tricloro-2-amino-1-oxibenzol se disuelve en caliente en una disolución de 18 partes de carbonato sódico en 1150 partes de agua. Luego gota a gota se agregan 35 partes de bromo, *después* durante dos horas se calienta a 85°C y se trabaja como en el ejemplo 1. El dihidruro (2.3) de 2-oxo-4.5.7-tricloro-6-bromobenzoxazol (Pt. 2662, se saponifica como se ha indicado en el ejemplo 1, y con buen rendimiento se obtiene el 3.4.6-tricloro-2-bromo-2-amino-1-oxibenzol.

N O T A.

---

Descrito suficientemente el presente invento lo que se declara como de novedad é invención propia, son las siguientes reivindicaciones:

1. - Un procedimiento para la preparación de 3.4.5.6-tetrahalogeno-2-amino-1-oxibenzol, caracterizado porque el 3.4.6-tricloro-2-amino-1-oxibenzol se convierte mediante fosgeno en la oxazolona, ésta por halogenación se transforma en el dihidruro (2.3) de 2-oxo-4.5.6.7-tetrahalogenobenzoxazol y se saponifica el amino del oxazol.
  2. - Un procedimiento para la preparación de 3.4.5.6-tetrahalogeno-2-amino-1-oxibenzol según se describe y reivindica en esta memoria descriptiva.
- Consta esta descripción de tres hojas foliadas y escritas a máquina a por una sola de sus caras.

Madrid, á 2 de Agosto de 1934. -

Leocadio López y López. =

P.1.=

