



# 137907

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

a favor de la SOCIEDAD PARA LA INDUSTRIA QUÍMICA EN BASILEA,  
residente en BASILEA (Suiza), por "PROCEDIMIENTO PARA LA OB-  
TENCION DEL 1.2-DIAMINOBENZOL".-

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Se ha comprobado que se puede obtener ventajosa-  
mente el 1.2-diaminobenzol a partir de 1.2-diclorbenzol ó  
de 1-amino-2-clorbenzol, tratando estos productos a tem-  
peraturas alrededor de 150°, en presencia de cobre con  
5 amoniaco acuoso de tal forma que al final de la reacción  
la presión del sistema de amoniaco acuoso a 150° sea por  
lo menos de 80 atmosferas de sobrepresión. Es conveniente  
proceder de tal forma que la combinación halógena aromá-  
tica sea de antemano tratada con sistemas de amoniaco  
10 acuoso, cuya presión a 150° sea al menos de unas 80 atmós-



feras de sobrepresión, y que durante la conversión la presión de amoniaco se mantenga constante mediante la adición de nuevas cantidades de amoniaco. El cobre se adiciona a la masa de reacción convenientemente en forma de una mezcla de sales cúpricas y cobre metálico. Es esencial que esté presente una cantidad de cobre tal que la cantidad principal del 1.2-diaminobenzol formado pueda separarse en forma de una sal de cobre compleja. Después de efectuar la reacción el 1.2-diaminobenzol se separa por la división del compuesto complejo con la separación simultánea del cobre en forma de sulfuro de cobre.

EJEMPLO 1.-

600 partes de o-diclorobenzol, 250 partes de volumen de amoniaco acuoso, 30 partes de cloruro cúprico cristalizado y 70 partes de cobre desmenuzado se calientan en un autoclave bajo agitación a 140-150°. A continuación se introduce por presión el amoniaco, hasta que la presión haya subido a 100 atmósferas de sobrepresión. Después de 10-20 horas la reacción está terminada, completándose el amoniaco absorbido durante la reacción por nueva introducción bajo presión, dos o tres veces, de modo que la presión a lo largo de toda la duración de la reacción sea de 90-100 atmósferas de sobrepresión. Después de expulsar el amoniaco se adiciona una solución acuosa de 150 partes de sulfuro de sodio y 680 partes de volumen de una solución de hidróxido de sodio de 30% y se calienta durante una hora a 110-115°. Después de aventar el amoniaco producido, se separa por filtración el sulfuro de cobre, a continuación de lo cual, al refrigerar el filtrato, se separa por cristalización el o-diaminobenzol. Este último puede



ser purificado en vacio por destilación.

También puede acidularse la masa de reacción, introduciendo a la temperatura de ebullición hidrógeno sulfurado hasta que todo el cobre haya sido precipitado. Se filtra y del filtrato se separa el o-diaminobenzol mediante el hidróxido de sodio.

En vez de adicionar amoniaco durante el proceso, puede procederse también de forma tal que de antemano se introduzca en los autoclaves el amoniaco en cantidad tal, que sea suficiente para producir la presión necesaria hasta el final de la conversión. Se prosigue el tratamiento de la misma manera.

También puede variar la proporción entre cobre y las sales cúpricas dentro de amplios límites y en cualquier dirección. Particularmente favorables son las proporciones en que la cantidad de metal de cobre es considerablemente mayor que la cantidad de sales cúpricas. En vez de adicionar sales cúpricas, pueden adicionarse también a la masa de reacción productos que dan lugar a la formación de sales cúpricas en el transcurso de la reacción, tales como por ejemplo cloruro amoniacal u otras sales amoniacales.

#### EJEMPLO 2.-

300 partes de o-cloranilina, 60 partes de volumen de amoniaco acuoso concentrado, 45 partes de cloruro cúprico y 45 partes de cobre desmenuzado se calientan en un autoclave a 150° imprimiéndose una cantidad de amoniaco tal, que la presión haya subido a unas 80-90 atmósferas de sobrepresión. Se mantiene durante 10-20 horas a 150°, manteniéndose la presión aproximadamente constante mediante



la introducción espaciada de amoniaco. Después de que la  
reacción se haya efectuado, el amoniaco es expulsado. Lue-  
go se agregan 100 partes de agua a la masa de reacción, y  
esta última se acidula con 300 partes de volumen de ácido  
75 clorhídrico de 25% y se introduce bajo ebullición durante  
dos horas hidrógeno sulfurado. Después de efectuar la fil-  
tración, el filtrato es alcalinizado con lejía o solución  
de sosa cáustica, a continuación de lo cual la o-fenilen  
diamina es separada por cristalización. Esta última se pu-  
80 rifica luego por destilación en vacío.

#### N O T A

Es objeto de esta patente de invención que se  
solicita "Procedimiento para la obtención del 1.2-diami-  
nobenzol", que se caracteriza y define por las reivindi-  
85 caciones siguientes que constituyen su novedad y sobre  
las cuales ha de recaer la propiedad y explotación exclu-  
siva: -

1.- Procedimiento para la obtención del 1.2-  
diaminobenzol a partir de 1.2-diclorbenzol ó 1-amino-2-  
90 clorbenzol, c a r a c t e r i z a d o, porque estos pro-  
ductos en presencia de cobre se tratan a temperaturas al-  
rededor de 150° con amoniaco acuoso de forma tal, que al  
final de la reacción la presión del sistema de amoniaco  
acuoso a 150°, sea por lo menos de 80 atmósferas de so-  
95 brepresión.



2.- En el procedimiento según la reivindicación 1, una forma de ejecución c a r a c t e r i z a d a, porque el 1.2-diclorbenzol ó el 1-amino-2-clorbenzol se tratan en presencia de cobre a temperaturas alrededor de 150° con sistemas de amoniaco acuoso cuya presión a 150° sea al menos de 80 atmósferas de sobrepresión y porque durante la conversión la presión de amoniaco se mantiene constante mediante la adición de nuevas cantidades de amoniaco.

3.- En el procedimiento según la reivindicación 1, una forma de ejecución c a r a c t e r i z a d a, porque el cobre es adicionado a la masa de reacción en forma de una mezcla de sales cúpricas y cobre.

4.- En el procedimiento según la reivindicación 2, una forma de ejecución c a r a c t e r i z a d a, porque se emplea una cantidad de cobre tal que la cantidad principal del 1.2-diaminobenzol formado se separe en forma de una sal cúprica compleja.

5.- El procedimiento según las reivindicaciones 2, 3 y 4, c a r a c t e r i z a d o, porque después de la conversión efectuada el cobre es separado de la masa de reacción en forma de sulfuro de cobre.

6.- Procedimiento para la obtención del 1.2-diaminobenzol.-

La presente memoria consta de seis hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 11 de Abril de 1935.-

JAIMÉ ISERÉ MIRALLES  
P. P.