

AM/

169379



169379

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

=====

a favor de

Don Juan BATLLÓ IBÁÑEZ, - domiciliado en B a r c e l o n a

por:

"Un procedimiento de fabricación de dimonoclorofenilmetilcloroformo"

-----:oOo:-----

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

En el año 1874, Othmar Zeidler (Berichte der  
Deutschen Chemischen Gesellschaft, volumen 7, 2ª parte,  
página 1180), descubrió la interesante condensación que ocurre  
entre el cloral y el clorobenceno, en medio sulfúrico y que  
permite obtener el dimonoclorofeniltricloroetano, más concre-

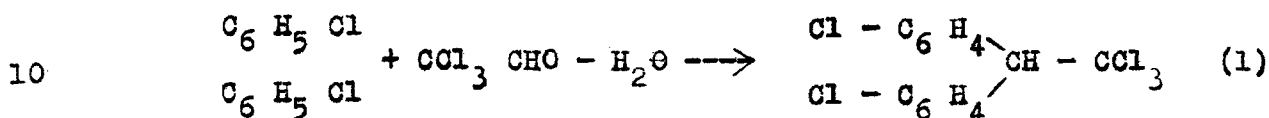
5



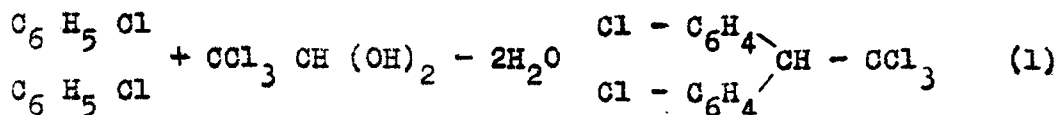
tamente designado con la denominación de dimonoclorofenilmetilcloroformo, pero el indicado procedimiento, de carácter exclusivamente científico, no es adecuado para la síntesis de este compuesto en escala industrial.

5 La reacción del clorobenceno con el cloral o el hidrato de cloral, se establece de acuerdo con la siguiente formulación:

a) a partir del cloral anhidro:



b) a partir del hidrato de cloral:

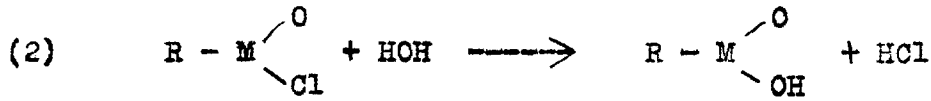


15 Ambos procesos tienen lugar con eliminación de una o dos moléculas de agua, respectivamente, operando en presencia de un deshidratante.

Las modernas aplicaciones de dicho compuesto, derivadas de sus poderosísimas propiedades insecticidas y antiparasitarias en general, han conducido a hallar un nuevo procedimiento de fabricación del mismo, que es el objeto de la presente invención, y que permite obtener en escala industrial el dimonoclorofenilmetilcloroformo, compuesto cuya constitución química es la indicada por (1).

25 El procedimiento objeto de esta patente, consiste esencialmente, en que partiendo del cloral o del hidrato de cloral, se emplean, como agentes de condensación, los cloruros de ácido, debido a las poderosas propiedades deshidratantes de los mismos.

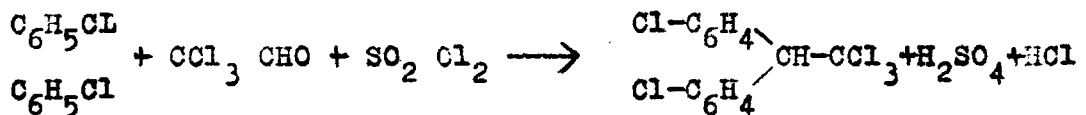
30 En efecto los cloruros de ácido, compuestos del tipo de la fórmula general (2), combinan los elementos del agua con formación de los ácidos correspondientes, según el esquema general siguiente:



siendo M el elemento no metálico del grupo ácido (por ejemplo un átomo de azufre, de carbono, o de fósforo), cuyo cloruro de ácido debe reunir la condición esencial, para la práctica del procedimiento, de no ejercer acción química alguna diferente de la netamente deshidratante sobre el proceso, no siendo pues, por ejemplo, conveniente al efecto el monocloruro del ácido sulfúrico, denominado también ácido clorosulfúrico o clorhidrina sulfúrica, debido a su conocida acción clorosulfonante sobre los anillos bencénicos.

Los cloruros de ácido mas adecuados para la práctica del procedimiento en escala industrial son los cloruros de sulfurilo, de fosforilo y de acetilo, pudiendo emplearse directamente, o aun mejor previamente disueltos en un disolvente químicamente no nocivo, como por ejemplo, el sulfuro de carbono, el tetracloruro de carbono, el tricloroetileno o el cloroforno, siendo también adecuado al ácido sulfurico concentrado como disolvente, en el caso de los cloruros de sulfurilo o de fosforilo, o bien, incluso el ácido acético glacial, en el del cloruro de acetilo. Algunos hidrocarburos o mezclas de los mismos, como, por ejemplo, el benceno y el éter de petróleo, pueden igualmente emplearse, si bien con resultados poco prácticos.

Operando en tales condiciones, partiendo, por ejemplo, del cloral anhidro y del cloruro de sulfurilo, la reacción se desarrolla en conjunto, de acuerdo con el siguiente esquema:



Para la práctica industrial del procedimiento se opera en una caldera provista de agitador mecánico y en ciertos casos, de dispositivo de refrigeración por agua, para poder conducir la operación a la temperatura ambiente, según el cloruro



de ácido y el disolvente empleados al efectuar el proceso de condensación objeto de esta patente.

La caldera lleva un tubo de desprendimiento de gases, hallándose, pues, en comunicación con el exterior a través de dicho tubo, mediante el correspondiente refrigerante de reflujo.

Introducido en la caldera el disolvente elegido y, acto seguido, el cloruro de ácido a emplear, se pone en marcha el agitador y se agrega el clorobenceno y el cloral anhidro o su hidrato. La reacción procede entonces a temperatura próxima a la del ambiente (unos 35°) o ligeramente superior, dependiendo ello, conforme se ha expuesto, del cloruro elegido como agente de condensación y del disolvente empleado.

Cuando se emplean disolventes de bajo punto de ebullición y cloruros de ácido fácilmente descomponibles, se hace preciso, una vez iniciada la reacción, operar con buena refrigeración de la masa reaccionante, de modo que la temperatura de la misma se mantenga alrededor de los cuarenta grados.

Terminada la reacción (lo que se reconoce por separarse en masa el producto de la misma, en caso de no ser muy soluble en el disolvente elegido, o bien, por cesar prácticamente el desprendimiento de gas clorhídrico, en los demás casos, así como en el precedente), se separa por sedimentación el producto formado, incluso concentrando previamente al efecto el disolvente correspondiente.

A continuación se indican a modo de ejemplo con mayor detalle los procesos correspondientes a dos condiciones operatorias extremas y a otras dos intermedias: X

#### EJEMPLO NUMERO 1.

Se parte de 160 kgs. de cloral anhidro o de 180 Kgs. de hidrato de cloral y de 225 Kgs. de clorobenceno, que se vierten sobre una mezcla de 2.500 Kgs. de ácido sulfúrico concentrado, de 66° Beaumé, y 250 Kgs. de cloruro de sulfurilo.

Agitado el conjunto a la temperatura ambiente se



inicia la reacción con formación de una emulsión, mientras se observa una suave elevación de temperatura de la masa reaccionante (del orden de los 25° sobre la del ambiente), no siendo, pues, preciso refrigeración alguna.

5 Al cabo de una media hora de formada, la emulsión adquiere la misma consistencia sólida, separándose en forma de suspensión que se sedimenta al cesar la agitación.

Decantada la masa sólida sedimentada, de color blanco, y purificada convenientemente, funde a 105°, previa  
10 recristalización en alcohol, tratándose del producto objeto del procedimiento descrito en la presente patente de invención.

#### EJEMPLO NUMERO 2.

Como el precedente, pero substituyendo el ácido sulfúrico y el cloruro de sulfurilo, por una mezcla de 250 Kgs.  
15 de sulfuro de carbono y de otros 250 de cloruro de fosforilo.

Puesto en marcha el agitador, se inicia la reacción, llegando a calentarse a ebullición la mezcla reaccionante, siendo, pues, preciso una eficiente refrigeración para condensar el sulfuro de carbono y evitar pérdidas de cloruro de  
20 fosforilo.

Transcurridas seis horas de iniciado el proceso, queda el mismo terminado, eliminándose entonces por destilación la mezcla de sulfuro de carbono y de cloruro de fosforilo.  
25

El residuo sólido resultante, de color blanco consiste en el producto deseado, que puede purificarse por recristalización.

#### EJEMPLO NUMERO 3.

30 Como el precedente, pero substituyendo el sulfuro de carbono y el cloruro de fosforilo por las mismas cantidades de ácido acético glacial y de cloruro de acetilo.

Puesto en marcha el agitador, la reacción procede de modo similar al del ejemplo nº. 1., pero la duración del

169379

5 M



169379

proceso es mayor (unas ocho horas).

Eliminada por destilación a ligera presión reducida, la mezcla de ácido acético y cloruro de acetilo, queda el mismo residuo del ejemplo precedente.

5

EJEMPLO NUMERO 4.

Como el n.º 3., pero substituyendo la mezcla de ácido acético glacial y cloruro de acetilo, por 300 Kgs. de cloruro de acetilo, con lo que el resto de la operación marcha de modo idéntico al de dicho ejemplo.

10

N O T A

Se reivindica como objeto de esta patente:

15

1) Procedimiento de fabricación de dimonoclorofenilmetilcloroformo, que consiste esencialmente en emplear como agente deshidratante para la condensación entre el cloral anhidro o el hidrato de cloral, por una parte, y el clorosenceno, por la otra, los cloruros de ácido, que tienen la propiedad de combinar los elementos del agua con formación de los ácidos correspondientes.

20

2) Procedimiento según la reivindicación anterior, caracterizado por el empleo, como cloruros de ácido, de cloruros de sulfurilo, de fosforilo o de acetilo, ya sea directamente, ya disueltos en un disolvente no nocivo, tal como el sulfuro de carbono, el tetracloruro de carbono, el tricloroetileno u otro conveniente.

25

3) Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado en que la reacción se lleva a cabo operando a la temperatura ambiente, o a temperaturas ligeramente superiores, dependiendo del cloruro de ácido elegido como agente de condensación y del disolvente empleado, y siendo conveniente emplear si es necesario, buenos elementos de refrigeración, a fin de que la temperatura de la reacción se mantenga alrededor de unos 40º C.

30

4) Un procedimiento de fabricación de dimono-

169879

169379



clorofenilmetilcloroformo.

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

BARCELONA, 5 de Marzo de 1945.

P. A.

169879

*M. Domínguez*