

176059



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

176059

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE PRODUCTOS DE ACUMULACION DE CLORO A BASE DE COMPUESTOS AROMATICOS", a favor de la razón social suiza J.R. GEIGY A.G., domiciliada en Basilea (Suiza).-

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

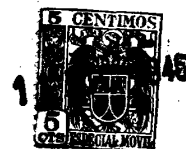
Es conocida la acumulación de cloro a base de compuestos aromáticos, por ejemplo, obteniendo del benzol una mezcla de cuatro hexaclorociclohexanos isómeros. La realización práctica de esta reacción, sin embargo, tropieza con dificultades considerables; con lo cual, el rendimiento en productos de acumulación de cloro resulta frecuentemente reducido. Al introducir cloro tiene lugar, después de un tiempo relativamente breve, una obstrucción del tubo de alimentación, debido al producto de reacción que se va separando por cristalización.

5. Como sea que la reacción tiene un transcurso exotérmico, el control de la temperatura ofrece bastantes dificultades.

10. Se ha intentado obviar dichos inconvenientes, a base de interrumpir la reacción después de un tiempo relativamente breve, separando el producto de reacción que se ha segregado, y seguidamente continuar clorando la lejía madre de nuevo,

15.

1 76059



en caso dado después de adicionar material de partido fresco. Pero este método de trabajo resulta extraordinariamente molesto, y no constituye ningún procedimiento racional. También se ha intentado efectuar la acumulación de cloro a base de cloro líquido. Pero esto requiere la realización de la reacción en recipientes de presión y a temperatura baja, y por consiguiente, un procedimiento esencialmente más complicado.

5. Se ha encontrado que se puede llevar a cabo la acumulación de cloro a base de compuestos aromáticos, bajo adición de disolventes o diluyentes, de una manera extraordinariamente fácil y sencilla. Por el empleo de disolventes o diluyentes, suben los rendimientos en grado considerable. Puede evitarse con toda seguridad, la obstrucción de los tubos de alimentación de cloro; pudiéndose, asimismo, dominar mejor la tonalidad térmica de la reacción.

10. Como disolventes o diluyentes entran en consideración, por una parte: compuestos que bajo las condiciones de reacción, no reaccionan con cloro, como los hidrocarburos alifáticos o cicloalifáticos, como bencenos, querosenos, nafta, etc., los hidrocarburos clorados, como cloroformo, tetracloruro de carbono, tetracloruro de etano, etc., los ácidos, como ácido fórmico, ácido acético glacial, etc. Por otra parte, se puede emplear con frecuencia, asimismo, los disolventes o diluyentes que de por sí son aptos de acumular cloro, como benzol, toluol, xiloles, clorobenzol, diclorobenzoles, etc.

20. Por selección adecuada del disolvente o diluyente, se obtiene, aparte de un método de trabajo simplificado, diferentes efectos muy adecuados. Así, por ejemplo, resulta posible disgregar los productos de acumulación directamente de la mezcla de reacción, de forma ampliamente pura. En la preparación del
- 25.
- 30.

176059



hexaclorociclohexano, es posible alcanzar un enriquecimiento o concentración del isómero- $\gamma$ , técnicamente valioso. Por acumulación de cloro en benzol, el cual está diluido con clorobenzol, se obtiene una mezcla de productos de acumulación de cloro del benzol y clorobenzol, la cual se distingue, en comparación con el hexaclorociclohexano, obtenido de forma ya conocida, por un efecto insecticida mejorado.

5.

Como compuestos aromáticos que con cloro proporcionan compuestos de acumulación, a título de ejemplo se citan: el benzol y sus homólogos, como toluol, xiloles, cumol, cimol, así como los productos substituidos en el halógeno de los mismos, como clorobenzol, diclorobenzoles, bromobenzoles, fluorbenzoles, clorotoluoles, etc.; además, también los compuestos aromáticos condensados y polinucleares, como difenilo, difenilmetano, naftalina, antraceno. etc.

10.

15.

EJEMPLO.1.-

150 partes de cloro son introducidas, durante 1-1/2 horas, bajo agitación y exposición a la luz, en una mezcla libre de metal, de 30 partes de benzol y 30 partes de clorobenzol. Por refrigeración mediante agua, se mantiene la temperatura de cloración lo más baja posible (por debajo de 60°). De la papilla cristalina que se origina, se separa el exceso de cloro mediante aire, expulsándose fracciones volátiles a base de vapor de agua. Se recuperan 18 partes de clorobenzol. El residuo es secado en el vacío a 60-70°. Se obtienen 116 partes de un turtó (torta) que se va solidificando en el frío, con punto de fusión de 90-130°; contenido de cloro de 73,8 %.

20.

25.

El producto se distingue por su buen efecto insecticida. Otra elaboración puede realizarse a base de la siguiente manera: La papilla cristalina se separa, por absorción, después

30.



176059

de una ventilación, y prensada. Los cristales son secados, a 60-70°, en el vacío. Se obtienen 70 partes de un producto que consiste de cristales blancos, y que funde a 115-137°.

El contenido de cloro es: un 73,4 %. La lejía madre es desti-

5. lada mediante vapor de agua, separando y desecándose el aceite remanente (46 partes). La fracción oleaginosa tiene un contenido de cloro de un 74,8 % .

EJEMPLO 2.

10. 300 partes de cloro son introducidas, dentro o sea durante 6 horas y a 58-67°, en una mezcla de 100 partes de benzol y 100 partes de tetracloruro de carbono, bajo exposición a la luz. Después de terminada la cloración, se separa el exceso de cloro mediante aire, expulsándose el disolvente a base de vapor de agua. Se recuperan 82 partes de disolvente.
15. El turtó (torta) cristalino que se va solidificando después del enfriamiento, es desecado en el vacío a 60-70°. Se obtienen 238 partes de producto de cloración, del punto de fusión 115-128°, y con un contenido de cloro de un 73,5 %.

20. En lugar del benzol, se pueden emplear en los Ejemplos anteriores, otro compuesto aromático, como el bromobenzol, el fluorbenzol, la naftalina, etc., y en vez del clorobenzol, o del tetracloruro de carbono, uno o varios otros de los compuestos enumerados en la descripción.

25. Como es natural, queda sobreentendido que la protección que se recaba para la invención, no queda limitada a los ejemplos de ejecución práctica indicados en la descripción, pues la protección se extiende a todas aquellas formas equivalentes de ejecución basadas en la solución lograda por el invento.

170059



NOTA

Hecha la descripción del presente invento, se hace constar que esta solicitud se acoge a los derechos de prioridad de la patente depositada en Suiza, bajo el N<sup>o</sup> 7466, en fecha 12 de Diciembre de 1945, y se declaran como nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones:

5.

1<sup>a</sup>.- Procedimiento para la preparación de productos de acumulación de cloro a base de compuestos aromáticos, caracterizado esencialmente por el hecho de tratar compuestos aromáticos en presencia de disolventes o diluyentes con cloro.

10.

2<sup>a</sup>.- Procedimiento para la preparación de productos de acumulación de cloro a base de compuestos aromáticos, según la reivindicación 1<sup>a</sup>, caracterizado porque se emplean como disolventes o diluyentes, aquellas combinaciones que bajo las condiciones de reacción, no reaccionan con cloro.

15.

3<sup>a</sup>.- Procedimiento para la preparación de productos de acumulación de cloro a base de compuestos aromáticos, según la reivindicación 1<sup>a</sup>, caracterizado porque se emplean como disolventes o diluyentes, compuestos aromáticos que de por sí son aptos de acumular cloro.

20.

4<sup>a</sup>.- Procedimiento para la preparación de productos de acumulación de cloro a base de compuestos aromáticos, según las reivindicaciones 1<sup>a</sup> y 3<sup>a</sup>, caracterizado

25.



1 16059

porque se trata benzol en presencia de clorobenzol con cloro.

5ª.- Procedimiento para la preparación de productos de acumulación de cloro a base de compuestos aromáticos.

5. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de seis hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 11 de Diciembre de 1946.

J.R. GEIGY A.G.

p.a. JAIMES ICERN

*[Handwritten signature]*