

278024



1 10024

P A T E N T E D E I N V E N C I Ó N

a favor de
Don Joaquin, Juan, Manuel DE LUNA, - domiciliado en PARÍS
(Seine, Francia)

por :

"Procedimiento de preparación de los ácidos dimetil-hidroxi-
benzoicos y derivados"

---:---:---:---:---

Memoria descriptiva

La presente invención tiene por objeto el procedi-
miento de preparación de diversos ácidos dimetil-hidroxi-benzoi-
cos. Estos ácidos representan cuerpos de transición que inter-
vienen en la preparación de numerosos derivados ; la invención
incluye igualmente los procedimientos de preparación de estos
derivados.



5

La preparaci3n de los 6cidos dimetil-hidroxi-benzoicos puede hacerse a partir del xilenol, por ejemplo el xilenol 1-2-4, en el que se hace intervenir el sodio para obtener el xilenolato. Se pone por ejemplo, en un matraz de Keller, disponiendo de un refrigerante, 750 cc de tolueno anhidro y 6 gr. de sodio. Se calienta hasta la ebullici3n agitando. Se enfria entonces y se a1ade por peque1as fraccio-

nes 32 gr. de xilenol 1-2-4 en soluci3n en 50 cc de tolueno. Se calienta poco a poco durante dos horas agitando frecuentemente.

10

15

El xilenolato obtenido asi se trasiega en un frasco que se pone en un autoclave, el cual se carga entonces de CO² a 35 atm3sferas ; se calienta a la vez a 230-240° C. durante 40 horas. Se trata con agua, luego se decanta. En la preparacion industrial, con un autoclave de agitacion interior, se puede operar tan solo a 170 ° C. ; la reacci3n dura de 12 a 14 horas.

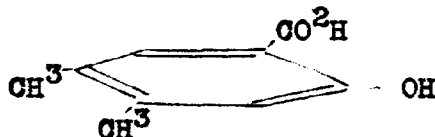
20

La soluci3n acuosa de la sal alcalina del 6cido dimetil-hidroxi-benzoico est1 precipitada por 80 cc de 6cido /clorh3drico /concentrado a1adido por peque1as porciones ; se filtra y despu3s se enjuega.

25

El 6cido se cristaliza luego en el alcohol a 95°C. Se obtienen asi hermosos cristales que funden a 208°C. Se recupera por destilaci3n el tolueno, asi como tambi3n el xilenol que no ha reaccionado.

Se puede atribuir al nuevo 6cido obtenido la f3rmula siguiente :



30

Se puede tratar de la misma manera los xilenoles 1-3-5 o 1-3-4 o 1-4-2.



Entre los nuevos ácidos obtenidos se citara :
el ácido dimetil 2-4 hidroxi-6-benzoico.....P.F.166°C.
el ácido dimetil 3-5 hidroxi-2-benzoico.....P F.181°C.
el ácido dimetil 2-5-hidroxi-6-benzoico.....P F.198°C.

5

Los nuevos ácidos sirven de cuerpos intermedios para la preparación de numerosos derivados. Uno de los más importantes será el derivado acetilado. Se trata, por ejemplo, en una matraz, 10 gr. de ácido dimetil-hidroxi-benzoico y 15 gr. de anhídrido acético. Se calienta durante 1 hora y media en el baño de Maria a 52-53° C. Una gran parte del derivado acetilado se cristaliza por enfriamiento. Se enjuga el mismo. El resto se disuelve con la benzina y se abandona a su cristalización. Se obtienen hermosos cristales fundiendo a 135°5 C.

10

15

Se prepara así :

El ácido 4-5 dimetil-2-acetoxi-benzoico
El ácido 3-5 dimetil-2-acetoxi-benzoico
El ácido 2-5 dimetil-6-acetoxi-benzoico
y sus sales, por ejemplo las sales alcalinas.

20

A partir de los ácidos dimetil-hidroxi-benzoicos se puede pasar a los ésteres de la función ácida, el ester metílico por ejemplo y a los éteres de la función fenol, el éter fenólico por ejemplo, así como también a los derivados halogenados, sulfurados o sulfonados.

25

Asimismo, se puede hacerlos reaccionar con los derivados del diazonio, por ejemplo la m-Nitramilina. Se puede preparar igualmente los derivados correspondientes por el método de Fischer, obteniendo así una serie de materias colorantes nuevas.

30

NOTA

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención son los siguientes :

1. Procedimiento de preparación de los ácidos *ortho*-hidroxi-benzoicos y derivados a partir del xileno, pasando al xilenato y tratando el xilenato con CO_2 .
2. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende de la preparación de los derivados acetilados de los ácidos dimetil-hidroxi-benzoicos por tratamiento con anhídrido acético.
3. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende de la preparación de los ésteres de los ácidos *ortho*-hidroxi-benzoicos por esterificación.
4. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende de la preparación de los diépsidos de los ácidos *ortho*-hidroxi-benzoicos por el método de Fischer.
5. Procedimiento de preparación de los ácidos dimetil-hidroxi-benzoicos y derivados.

Esta memoria consta de cuatro páginas, reducidas por una sola cara.

Paris, 7 de Abril 1947

Joaquim, Juan, Manuel DE NOVA

P.O.

