

178468



CERTIFICADO

DE

ADICIÓN

17846

por "MEJORAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE PRINCIPAL N° 178.405"
 por "Procedimiento para la obtención de α, α -di-(p-aminofenil)-
 $-\beta, \beta, \beta$ -tricloroetano", a favor de la razón social suiza
 J.R. GEIGY A.-G., de Basilea (Suiza).-

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

- En la patente principal N° 178.405, queda descrita la nitración de α, α -difenil- β, β, β -tricloroetano. En esta operación se va formando una mezcla de dinitrocompuestos isómeros, de los cuales se puede separar fácilmente el p,p'-isómero. Ahora bien, se ha encontrado que el α -(p-nitro-fenil)- $-\alpha$ -(m-nitro-fenil)- β, β, β -tricloroetano puede ser aislado en forma cristalizada con punto de fusión 122-123°, de los productos restantes, oleaginosos, por cristalización en disolventes adecuados.
- 5.
10. El nuevo compuesto está destinado para ser empleado como producto intermedio en la industria químico-orgánica, que se dedica a la fabricación de insecticidas, medicamentos, desinfectantes, colorantes, etc. Asimismo, posee un inmediato interés técnico para la preparación de insecticidas, medicamentos, etc.
- 15.

178468

18



EJEMPLO.

5. 28,5 partes de α, α -difenil- β, β, β -tricloroetano son introducidas en porciones, bajo refrigeración mediante hielo y bajo agitación, a $10-20^{\circ}$, en 75 partes de ácido nítrico fumante (99% de HNO_3). Seguidamente es calentada la solución durante 1 hora, a $55-60^{\circ}$, y luego vertida sobre hielo. El producto de nitración formado, es recogido en éter. Una vez lavado con disolución de bicarbonato, así como secado con sulfato sódico, el disolvente es separado por destilación.
10. El residuo proporciona, después de cristalización repetida en acetona, bajo adición de alcohol, el α, α -di-(p-nitro-fenil)- β, β, β -tricloroetano en forma de agujas amarillas que funden a $167-168^{\circ}$.

15. Las lejías-madre del α, α -di-(p-nitro-fenil)- β, β, β -tricloroetano son evaporadas en el vacío, disueltas en una mezcla de acetona y alcohol, y después de inoculadas con α -(p-nitrofenil)- α -(m-nitro-fenil)- β, β, β -tricloroetano, se dejan reposar durante algún tiempo. El α -(p-nitro-fenil)- α -(m-nitro-fenil)- β, β, β -tricloroetano que se ha separado por cristalización, es recristalizado una vez más en acetona-alcohol, fundiendo entonces a $122-123^{\circ}$.
20. Las lejías-madre del α, α -difenil- β, β, β -tricloroetano puede realizarse, asimismo, por tratamiento con otros medios de nitración, como vg., mezcla de ácido sulfúrico-ácido nítrico, ácido acético glacial-ácido nítrico, nitrato de acetilo, etc.

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

- 30.

178468₁₆J



NOTA

Hecha la descripción del presente invento, se hace constar que esta solicitud se acoge a los derechos de prioridad de la patente Nº 22.726, depositada en SUIZA en fecha 8 de Mayo de 1947, y se declaran como nuevas y de propia invención,

5. las siguientes reivindicaciones:

1ª.- Mejoras en el objeto de la patente principal Nº 178.405, caracterizadas porque, en el procedimiento para la preparación de α -(p-nitro-fenil)- α -(m-nitro-fenil)- β , β , β -tricloroetano, se trata α , α -difenil- β , β , β -tricloroetano con medios de nitración, separando del producto de nitración, por cristalización fraccionada en medios disolventes adecuados, el α , α -di-(p-nitro-fenil)- β , β , β -tricloroetano que cristaliza más rápidamente, y aislando de la lejía madre de cristalización el isómero m,p'.

15. 2ª.- Mejoras en el objeto de la patente principal Nº 178.405, caracterizadas porque se obtiene el isómero m,p' por cristalización en acetona-alcohol.

20. 3ª.- Mejoras en el objeto de la patente principal Nº 178.405, por "Procedimiento para la obtención de α , α -di-(p-aminofenil)- β , β , β -tricloroetano".

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

Madrid, a 16 de Junio de 1947.-

25.

J.R. GEIGY A.-G.

p.a. JAIME ISERN

D. P.