

178469

16 JUN 1950



CERTIFICADO

DE

ADICIÓN

178469

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

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

En la solicitud de la patente principal N^o 178.405,
 se describe la preparación del α, α -di-(p-amino-fenil)-
 β, β, β -tricloroetano, por reducción del correspondiente
 dinitrocompuesto, el cual de su parte es accesible por nitra-
 ción de α, α -difenil- β, β, β -tricloroetano.

5.

Ahora bien, se ha encontrado que de las lejías-madre
 de cristalización del α, α -di-(p-nitro-fenil)- β, β, β -tri-
 cloroetano puede ser aislado un isómero cristalizado, o sea
 el α -(p-nitro-fenil)- α -(m-nitro-fenil)- β, β, β -tricloroetano
 el cual se transforma, al ser tratado con reductores, en el
 α -(p-amino-fenil)- α -(m-amino-fenil)- β, β, β -tricloroetano
 del punto de fusión 132-133^o.

10.

El nuevo compuesto está destinado para ser empleado
 como producto intermedio, para la fabricación de insecticidas,
 medicamentos, desinfectantes, colorantes, etc., así como para

15.

178469



finalidades terapéuticas.

En el siguiente Ejemplo, han de entenderse por partes: "partes en peso". Las temperaturas están indicadas en grados Celsius.

5. EJEMPLO.

- 19 partes de α -(p-nitro-fenil)- α -(m-nitro-fenil)- β , β , β -tricloroetano, son introducidas en una solución preparada a base de 112 partes de cloruro estánnico-dihidrato, y 150 partes de ácido acético glacial, por introducción de gas clorhídrico seco bajo refrigeración en agua glacial, durante lo cual la temperatura va subiendo a 100-110°. De la solución, primeramente clara, se va precipitando después de un reposo de 12 a 24 horas el doble compuesto de cloruro de estaño del α -(p-amino-fenil)- α -(m-amino-fenil)- β , β , β -tricloroetano. Este es separado por absorción, suspendido en éter y agua, y desintegrado con amoníaco concentrado glacial, bajo adición de hielo. La solución de éter es segregada, y la capa acuosa extraída aún dos veces con éter. Después del secado y concentrado de las soluciones de éter, unidas a un volumen reducido, se obtiene el α -(p-amino-fenil)- α -(m-amino-fenil)- β , β , β -tricloroetano, el cual forma, después de la cristalización en acetona-alcohol, o en cloroformo, cristales prismáticos del punto de fusión 132-133°. Otra porción más del mismo compuesto puede ser aislada de la lejía madre de ácido acético glacial de la sal doble de cloruro estánnico, en forma algo más impura.

- Al mismo producto puede llegarse, a base de reducción del α -(p-nitro-fenil)- α -(m-nitro-fenil)- β , β , β -tricloroetano con otros reductores usuales, vg., con hierro y poco ácido clorhídrico, o por reducción catalítica. Lo mismo puede ser empleada la reducción electroquímica.

178469



5. La nueva combinación es una base biácida débil. La sal clorhídrica funde a no menos de 350°; resulta muy fácilmente soluble en el agua. La solución acuosa reacciona al tornasol, pero no acusa reacción ácida al congo. El sulfato es asimismo fácilmente hidrosoluble.

10. La constitución del diamonocompuesto ha sido asegurada por sustitución de ambos grupos amino por cloro (por tetrazotación y transformación del tetrazocompuesto con cloruro cuproso, según Sandmeyer), con lo cual se origina el α -(p-cloro-fenil)- α -(m-cloro-fenil)- β , β , β -tricloroetano, que puede ser transformado por desdoblamiento en la conocida m,p'-dicloro-benzofenona, del punto de fusión 113-114°.

15. 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.

NOTA

20. Hecha la descripción del presente invento, se hace constar que esta solicitud se acoge a los derechos de prioridad de la patente N° 22.727, depositada en SUIZA en fecha 8 de Mayo de 1947, y se declaran como nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones:

25. 1ª.- Mejoras en el objeto de la patente principal N° 178.405, en las que, para la preparación de una nueva amina de la serie de difenil-tricloroetano, se transforma α -(p-nitro-



178469 JUN 16

-fenil)- α -(m-nitro-fenil)- β , β , β -tricloroetano por tratamiento con reductores, de un modo en sí conocido, en el α -(p-amino-fenil)- α -(m-amino-fenil)- β , β , β -tricloroetano.

5. 2^a.- Procedimiento según las mejoras de la reivindicación 1^a, caracterizado por el hecho de efectuar la reducción en medio neutro, ó débilmente ácido.

3^a.- 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".

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

Madrid, a 16 de Junio de 1947.-

J. B. GEIGY A.-G.

p.a. JAIME ISERN

D. P.