

180769

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

180769



MEMORIA DESCRIPTIVA

5.- de una PATENTE DE INVENCION, cuyo registro se solicita por veinte años, para España y sus Posesiones, a favor de D. JULIO GOMEZ D' CALDERON y D. FERNANDO DE PEDRO JULVE ambos de nacionalidad española y residentes en Barcelona por: "NUEVO PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE ORTOSULFIMIDABENZÓICA DE GRAN RENDIMIENTO".-

DESCRIPCION

10.- El ácido antranílico, ácido o-aminobenzóico, cuerpo que se encuentra en el mercado nacional ya que es fácilmente obtenible de la ftalimida con lejía de hipoclorito, presenta entre sus propiedades físicas un sabor dulce que hizo pensar, a la vista de su fórmula estructural, al autor del procedimiento aquí presentado, en la

180769



15.-

posibilidad de introducción en el enlace existente entre el carbono bencénico y el átomo de nitrógeno del grupo



amino, del grupo sulfurilo (SO_2), con lo cuál se cerraría el anillo con la misma facilidad que acontece en el cuerpo análogo obtenido según el arcaico procedimiento

20.-

de obtención de orto-sulfimidibenzoica de Fahlberg. Si ésta ciclación era posible se obtendría, en el tratamiento seguidamente descrito, la imida cíclica del ácido o-sulfamidobenzoico, pero con las ventajas siguientes:

25.-

a). Por partirse de un derivado del benzeno, ácido antranílico, que tiene ya sus dos substituyentes en posición "orto", no es posible la existencia del derivado "para", siempre presente en cantidad variable en la orto-sulfimidabenzóica obtenida por el procedimiento de

30.-

Fahlberg. Esto se traduce en una calidad de orto-sulfimidabenzóica que podemos calificar de "químicamente pura", ostentando un P.F. de 227 grados en el por de los casos.

35.-

b). Debido a la presencia, en la molécula del ácido antranílico, del grupo carboxilo (COOH), no hay que efectuar durante el proceso ninguna oxidación, lo cuál evita el uso del permanganato potásico, materia prima de por sí escasa y de precio elevado.

40.-

c). Se prescinde en absoluto en este procedimiento del empleo del tolueno, por lo que no se grava el uso que de dicho hidrocarburo se hace en las fábricas de explosivos.

45.-

d). El rendimiento en orto-sulfimidabenzóica llega al 50-60% calculado sobre la primera materia más cara, el ácido antranílico, siendo su coste más bajo, según se puede apreciar en la práctica, del resultante de seguir los métodos usuales.



50.-

e). El proceso ha sido estudiado incluso para su introducción en los metodos nacionales actuales de producción de orto-sulfimidabenzóica, partiendo además de un sub-producto que hasta ahora tiene poca estima comercial debido al reducido campo de aplicación del mismo, cuál es, el cloruro del ácido p-toluensulfónico.

55.-

A partir del citado cloruro de ácido, y por un procedimiento reseñado en la ampliación de patente, puede conseguirse lo que hasta ahora padecía una utopia que es lograr transformar en orto-sulfimidabenzóica el 90% del tolueno sulfonado sin más que tratar el cloruro del p-toluensulfónico con gas cloro y sub-siguiente destilación con vapor de agua recalentado.

60.-

El procedimiento sobre que recae el presente invento es a partir de una suspensión de cien gramos de ácido antranílico puro en 500 c.c. del alcohol metílico, colocada en un matraz cerrado con tapón con dos agujeros por donde pasan un refrigerante de reflujo y un tubo aductor sumergido en la mezcla, se hace pasar en frío una viva corriente de ácido clorhídrico seco hasta saturación. Después se calienta a reflujo por espacio de dos o tres horas. Se cambia el refrigerante y se destila el exceso de alcohol metílico. Después de fría el éster formado se vierte con cuidado en agua alcalinizada con sosa caustica, con lo cuál neutralizado el clorhídrico aparece el antranilaco del metilo en forma de un aceite de color naranja susceptible de purificarse por arrastre con vapor, pero no es necesario; basta separarlo del liquido alcalino por decantación. por éste procedimiento se consigue separar el éster del ácido no reaccionado.

65.-

70.-

75.-

80.-

Se mezclan 50 gramos del éster así formado con



85.-

unos 200 gramos de hielo machacado, adicionando lentamente y con agitación 180 gramos de ácido sulfurico de 60 grados B \acute{e} ., observándose la precipitación del sulfato de antranilato de metilo en forma de un polvo fino de color gris. Se coloca dicha mezcla acida en un vaso de precipitados rodeándola de una mezcla frigorifica de hielo y sal. Con agitación y lentamente, procurando el termometro no pase de 0 $^{\circ}$ C., se vá añadiendo 80 c.c. de solución de nitrato sódico al 30%. Se obtiene así una solución clara de la sal de diazonio que conviene manipular cuanto antes por su inestabilidad. En caso que persista un enturbamiento, se filtra al vacío.

90.-

95.-

Se coloca la sal de diazonio en un matraz de fondo redondo y cuello ancho, cerrado con tapón provisto de agitador, con cierre estanco de Hg, orificio de uno o dos centímetros de diametro cerrado con un tapón adecuado y tubo aductor que llega hasta el fondo del matraz. Rodeado el matraz de mezcla frigorifica de hielo y cloruro calcico, con termometro sumergido en la mezcla y que debe marcar como minimo 13 $^{\circ}$ C., teniendo abierto el orificio del tapón, se

100.-

105.-

introducen lentamente 90 \pm gramos de anhídrido sulfuroso procedente de un cilindro invertido, agregando al mismo tiempo y con cuidado 65 gramos de cobre en polvo. Se produce una fuerte reacción con desprendimiento de gas y formación de espuma, pudiéndose regular su marcha, mediante la racional obturación del tapón del matraz. Durante ésta operación se agita con cuidado, procurando que la temperatura no pase de 5 $^{\circ}$, (cuanto más baja sea la temperatura, mejor rendimiento se logra). Después de la adición del

110.-

gas sulfuroso se sigue agitando por espacio de una hora, pasada la cuál, se neutraliza el producto de la reacción con lejía de sosa del 20%, añadiendo un poco de agua y separando el cobre por filtración al vacío. Se obtiene al



115.-



final un volumen de liquido de 1 1/2 litros. El producto de la reacción es una disolución de la cal sódica del ácido o-carbometoxibencenosulfínico, de la cuál se puede obtener el ácido libre por adición de un ácido mineral hasta reacción ácida al papel rojo congo, pero no es necesario.

120.-

Se coloca la disolución del ácido sulfínico en un matraz con tubo aductor que llega hasta el fondo y tubo de desprendimiento. Se rodea el matraz de una mezcla de agua y hielo y se introduce en el mismo una intensa corriente de gas cloro procedente de un cilindro. Se advierte al propio tiempo la formación de un producto aceitoso que, al enfriar con hielo, solidifica en una forma fácilmente filtrable. Se obtiene así unos 30 gramos de o-carbometoxibenceno-sulfocloruro de P.F. 63-64°.

125.-

En un vaso de precipitados se mezclan con agitación y lentamente los 30 gramos de sulfocloruro antes obtenido, con una solución de amoníaco comercial hasta la total disolución del producto. La solución se calienta espontáneamente por lo que hay que enfriar. Una vez fría se precipita la presente en la disolución bajo la forma de sal amónica con ácido clorhídrico hasta reacción fuertemente ácida.

130.-

La precipitada se filtra, lava con agua fría y en el caso que presente ligera tonalidad paja se redisuelve en lejía de sosa de 30% de-colorando con carbón; después de seca pesa 25-28 gramos, presentándose en un aspecto microcristalino, brillante, con un punto de fusión de 227-228 grados.

135.-

Rendimiento: 89% basado en el sulfocloruro.

140.-

50% calculados sobre el antranilato de metilo.

145.-

La clarificación de la disolución amoniacal de sacarina con carbón animal, ahorra el tener que redisolverla con sosa. En todo caso depende siempre el color de las impurezas que arrastre el sulfocloruro.



150.-

Tal es el procedimiento inventado, cuya presentación está concebida en términos concretos dentro de un sentido de ejemplo práctico, susceptible de modificaciones en su realización, sin que ellas supongan alteración del mismo procedimiento.

N O T A

155.-

Se reivindica como invención propia a los efectos de la obtención del privilegio de explotación de la patente con caracter exclusivo:

160.-

1º).- "NUEVO PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE ORTO-SULFIMIDABENZOICA DE GRAN RENDIMIENTO" caracterizado por que a partir de una suspensión de 100 gramos de acido antranílico en 500 centímetros cubicos de alcohol metílico, en matraz cerrado con tapón de dos orificios por los que pasan un refrigerante de reflujo y un tubo aductor sumergido en la mezcla, se hace pasar en frio una viva corriente de acido clorhídrico seco hasta saturación; calentando a reflujo por espacio de dos o tres horas; cambiando el refrigerante y destilando el exceso de alcohol metílico; dejando enfriar el ester formado que es vertido en agua alcalinizada con sosa caustica para la neutralización del clorhídrico y obtención del antranilato de metilo en forma de un aceite de color naranja.

165.-

170.-

2º).- El mismo procedimiento caracterizado porque el aceite obtenido según la anterior reivindicación es susceptible de purificación por arrastre con vapor; bastando la separación por decantación para separar el ester del acido no reaccionado.

175.-

3º).- El mismo procedimiento caracterizado porque 50 gramos del ester formado según las anteriores reivindicaciones, se mezclan con 200 gramos de hielo machacado, adicionando lentamente y con agitación 180

mos

-7- 692081
130769



180.-

de ácido sulfurico de 60 grados B \acute{e} , para la precipitación del sulfato de antranilato de metilo en polvo fino de color gris.



4 a).- El mismo procedimiento caracterizado porque

la mezcla acida segun la anterior reivindicación es dispuesta en un vaso de precipitados rodeandola de mezcla frigorifica de hielo y sal u otra apropiada; agitando lentamente, evitando temperatura superior a 0 grados centigrados, se añaden 80 c.c. de solución nitrito sodico al 30% para obtener una solución clara de la sal de diazonio; filtrando al vacio, caso de persistencia de enturbiamiento.

185.-

190.-

5 a).- El mismo procedimiento caracterizado porque

la sal de diazonio es dispuesta en matraz de fondo redondo y cuello ancho, cerrado con tapón provisto de agitador con cierre estanco de HG, orificio de uno a dos centímetros, cerrado a su vez con tapón adecuado y tubo aductor que llega hasta el fondo del matraz; rodeando el matraz de mezcla frigorifica y cloruro calcico, con termometro sumergido en la mezcla, que debe marcar como minimo de

195.-

13 a C.e. teniendo abierto el orificio del tapón para introducir lentamente 90 grados de anhídrido sulfuroso; agregando al propio tiempo paulatinamente 65 g de cobre en polvo; mediante lo que es producida una fuerte reacción regulándose su marcha normal por racional obturación del tapón del matraz y agitandose con cuidado durante la operación y evitando se eleve a más de 5 grados la temperatura.

200.-

205.-

6 a).- El mismo procedimiento caracterizado porque

después de la adición del gas sulfuroso sigue la agitación durante una hora, neutralizándose el producto resultante por adición de lejia de sosa del 20%, añadiendo agua y separando el cobre por filtración al vacio, para obtener al final un volumen de un litro y medio de una disolución

210.-

180769



1947



de la sal sódica del ácido o-carbometoxibencenosulfínico; de la que se obtiene el ácido libre por adición de un ácido mineral hasta reacción ácida al papel rojo congo, si se estima necesario.

215.-

7a).- El mismo procedimiento, caracterizado porqué la disolución del ácido sulfínico es dispuesta en un matraz con tubo aductor hasta el fondo y tubo de desprendimiento; rodeando al matraz de una mezcla de agua y hielo; introduciendo en el mismo una corriente intensa de gas cloro para la formación de un producto aceitoso que se enfría hasta solidificar en forma fácilmente filtrable; obteniéndose así 30 gramos aproximadamente de o-carbometoxibenceno-sulfocloruro de P.F., 63-64 grados.

220.-

8a).- El mismo procedimiento, caracterizado porqué el producto obtenido según la anterior reivindicación es mezclado en vaso de precipitado y agitado, con una solución amoniacal hasta la total disolución del producto; caletándose la disolución espontáneamente enfriándola para obtener la precipitación en forma de sal amónica, con ácido clorhídrico, hasta reacción fuertemente ácida; filtrándose y sometiendo a lavado con agua fría al presentar tonalidad paja; disolviendo en lejía de sosa del 30% y decolorando con carbón y secando.

225.-

230.-

235.-

9a).- "NUEVO PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE ORTO-SULFIMIDABENZOICA DE GRAN RENDIMIENTO" tal y como queda descrito y reivindicado.

240.-

Consta la presente memoria descriptiva de ocho hojas foliadas y mecanografiadas por un sola cara con un total de doscientas cuarenta y una líneas con la presente.

Madrid 3 de Diciembre de 1.947

EL AGENTE OFICIAL;

ANTONIO ESCRIBA

L.P.