

mc/

191882

191882



17 FEB 1900

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

a favor de

D. José ANDREU MIRALLES y D. Juan ANDREU MIRALLES - de nacionalidad españoles - domiciliados en Barcelona, Rambla Cataluña, núm. 66,

por:

" Procedimiento para la obtención de 1-2-dicloroeter "

====:oOo:=====

M e m o r i a D e s c r i p t i v a

Uno de los compuestos empleados en la síntesis del 2-sulfanilamidotiazol, es el 1-2-dicloroeter, compuesto descrito por Adolf Lieben en 1868. La preparación de

191882

17 FEB 1918



este compuesto por cloración del eter, según la técnica de dicho autor, presenta serias dificultades y exige determinadas precauciones, ya que la acción del cloro sobre el eter es bastante violenta y se produce una gran elevación de la temperatura, lo cual tiene una enorme importancia en instalaciones grandes, por la gran inflamabilidad del eter y por lo peligrosas que son sus explosiones.

En el procedimiento usual de obtención del 1-2-dicloroeter se dirige una corriente de cloro sobre el eter, enfriado a 0° según las recomendaciones de Lieben, Wildman y otros autores, recopiladas por Meyer Jacobson, para evitar los peligros citados anteriormente. A esta temperatura, el cloro solo queda disuelto en el eter, empezando la reacción únicamente después de algunas horas. Una vez iniciada la reacción se deja que la temperatura del eter se vaya elevando lentamente hasta 20°, enfriándose por adición de agua fría o de hielo en el caso de que el eter se calentara excesivamente por la reacción, lo cual ocurre cuando la corriente de cloro es demasiado intensa.

Al cabo de algún tiempo, cuya duración depende de la cantidad de eter empleada, se interrumpe la acción del cloro y se somete el producto a destilación en baño maría, obteniéndose un destilado claro e incoloro y un residuo constituido por un líquido obscuro.

El destilado se somete de nuevo a la acción del cloro y, después de algún tiempo se suspende otra vez la cloración y se vuelve a destilar en baño maría. El nuevo residuo obscuro obtenido en esta destilación se añade al anterior, y el destilado se vuelve a someter a la acción del cloro repitiéndose varias veces estas cloraciones y destilaciones.

191882



5 El conjunto de los residuos obtenidos en las sucesivas destilaciones en baño maría, constituido por un líquido obscuro y fumante, se destila luego en baño de aceite, interrumpiéndose la destilación al alcanzar los vapores des-
prendidos la temperatura de 136°, obteniéndose un residuo
obscuro constituido en su mayor parte por dicloroeter. El
destilado se somete nuevamente a la acción del cloro duran-
te varias horas, al cabo de las cuales se destila nuevamen-
te en baño de aceite hasta los 136° y el residuo obtenido se
10 añade al anterior y se vuelve a someter el destilado a la acción del cloro.

15 Generalmente, al llegar a este punto la cantidad de destilado es ya tan pequeña que resulta despreciable y ya no reacciona con el cloro, burbujeando y llenando éste el aparato de una atmósfera verdosa.

20 El conjunto de los residuos se somete entonces a destilación fraccionada, pasando la mayor parte entre 140 y 147° constituida por dicloroeter más o menos puro, sin llegarse sin embargo a obtener un destilado de punto de ebullición constante.

25 Por todo lo dicho se comprende fácilmente los inconvenientes de este procedimiento que presenta además molestias y dificultades debido a que los productos empleados desprenden vapores que provocan un vivo lacrimo, y por sus propiedades corrosivas, es preciso emplear aparatos recubiertos de un esmalte inatacable por los ácidos. Este procedimiento usual para la obtención del 1-2-dicloroeter resulta, por lo tanto, muy poco ventajoso teniendo en cuenta la gran proporción de dicho producto necesaria para la preparación del 2-
30 sulfanilamidotiazol.

El procedimiento objeto de la presente patente su-



prime todos los inconvenientes citados anteriormente y permite obtener el 1-2-dicloroeter mediante operaciones mucho más sencillas y cómodas, suprimiéndose la repetición de las cloraciones y sin necesidad de efectuar ninguna destilación.

5

Según este procedimiento, se hace llegar una corriente de cloro sobre el eter, el cual no es preciso que este lavado y desecado por procedimientos especiales, mantenido a una temperatura comprendida entre 0 y 5° mediante un baño refrigerador apropiado, y evitando la luz solar directa. El cloro se va disolviendo en el eter, hasta que al cabo de unas horas se inicia la reacción con desprendimiento de ácido clorhídrico gaseoso.

10

Se continua manteniendo la corriente de cloro hasta que el líquido alcance la densidad de 1'170, lo cual ocurre al cabo de unas 100 horas aproximadamente, en cuyo momento se interrumpe la corriente de cloro y se deja el líquido en reposo durante unas horas para dar tiempo a que termine la reacción.

15

Por último se somete el producto obtenido a una corriente de gas carbónico o de nitrógeno para arrastrar los gases que permanecían disueltos en el mismo.

20

A continuación, y para mayor comprensión de la marcha del procedimiento, se indica el siguiente:

25

EJEMPLO.- En un recipiente de vidrio de capacidad adecuada, provisto de cierre a esmeril, de tubo para la llegada del gas cloro, de un termómetro y de un tubo de salida, se introducen 10 litros de eter de 65° y se sumerge el recipiente en un depósito que contiene un baño regulador de la temperatura, la cual se mantiene entre 0 y 5° añadiendo, si es preciso, hielo al baño. Se hace llegar

30

191882¹⁷FEB



5 al interior del recipiente una corriente de cloro a un ritmo adecuado para que pueda irse disolviendo en la masa del eter, continuándose la corriente de cloro después de que por el tubo de salida se desprenda gas clorhídrico, señal de que se ha iniciado la reacción.

10 Para conocer el momento en que el líquido alcanza la densidad de 1'170, punto en que debe interrumpirse la cloración, pueden introducirse en el recipiente unos pequeños densímetros que permanecen sumergidos en el eter, empezando a emerger del mismo al llegar a la densidad de 1'12, indicando así con exactitud el momento preciso en que la densidad llega al valor de 1'170. Se interrumpe entonces la corriente de cloro y, después de unas horas de reposo, se hace llegar al interior del recipiente una corriente de anhídrido carbónico hasta que cese el desprendimiento de gases por el tubo de salida.

15 El producto así obtenido es el 1-2-dicloroeter técnico, prácticamente libre de homologos más clorados, con tal de que la cloración se verifique a temperaturas inferiores a 20°. 20

25 Con el 1-2-dicloroeter obtenido según este procedimiento puede prepararse fácilmente y sin ningún inconveniente, el 2-sulfanilamidotiazol por reacción con la sulfourea.

-----: N O T A :-----

Se reivindica como objeto de esta patente:

30 1.- Procedimiento para la obtención del 1-2-dicloroeter sin destilación, que consiste en someter el eter a la acción de una corriente de cloro, manteniéndolo a una tempera-



17 FEB 1950
191882

tura inferior a 20° y fuera de la acción de la luz solar directa, hasta que el líquido alcance la densidad de 1'170 que indica el término de la cloración.

5 2.- Procedimiento según la reivindicación anterior, caracterizado por separar los gases disueltos en el producto de la cloración mediante una corriente de anhídrido carbónico o de nitrógeno.

10 3.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por mantener el eter, durante la cloración, a una temperatura comprendida entre 0 y 5°.

15 4.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por disponer en el interior del recipiente de reacción un densímetro para conocer el término de la reacción por la densidad del producto resultante.

5.- Procedimiento para la obtención de 1-2-dicloroeter.

Esta memoria consta de seis páginas, escritas por una sola cara.

BARCELONA, 17 FEB. 1950

P.A.

JOSÉ M.^a BOLIBAR
F. P.