

MC/

201151 Caso M 6

19 DIC



201151

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

a favor de

VARIAPAT A.G. - de nacionalidad suiza - domiciliada en
BASILEA (Suiza) Grosspeterstrasse 12

por:

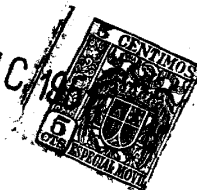
" Procedimiento de obtención de un producto de conden-
sación anhidro "

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

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

Es conocida la N-2'-(4"-cloro-2"-sulfofenoxi)-5'-clo-
ro-n'-3,4-diclorofenilurea, que ha encontrado extensa aplica-

19 DIC 1951



ción como producto contra la polilla y se obtiene por condensación de ácido 2-amino-4,4'-dicloro-1,1'-difeníl-2'-sulfónico e isocianato de 3,4-diclorofenilo en piridina seca (véase la patente suiza nº 215.328). En la técnica no se emplea el ácido aminosulfónico libre, sino su sal sódica, condensada en nitrobenceno y precipitada con solución salina. Todos estos procedimientos dan el derivado de urea difícilmente soluble en agua.

Se ha comprobado que mediante condensación de una sal, por ejemplo, de la sal sódica del ácido 2-amino-4,4'-dicloro-1,1'-difeníl-2'-sulfónico y de isocianato de 3,4-diclorofenilo en acetonitrilo seco se obtiene una forma del derivado ureico muy soluble en agua. Esto no era de esperar en modo alguno. Por el presente procedimiento resulta un producto de reacción anhidro, que ya en proporción de 1:2 se disuelve claramente en agua. Al cabo de un rato se separan de la solución cristales de la forma poco soluble. La forma fácilmente soluble de N-2'-(4'-cloro-2'-sulfonoxi)-5'-cloro-n'-3,4'-diclorofenilurea tiene importancia práctica. Por el considerable riesgo de una cocción excesiva al disolver el producto y durante la aplicación del baño de colorante, es esencial y ventajoso poder disolver rápida y completamente el derivado de urea sin tenerlo que hervir antes fatigosamente con mucha agua. Significa, pues, no sólo un ahorro de tiempo y de energía; es de importancia que la disolución en agua se produce sin saponificación parcial del producto de condensación.

Este procedimiento del acetonitrilo no supone solamente, sin embargo, una ventaja notable al emplear el producto de condensación, sino también al producirlo. Si al obtener uno de los componentes de la reacción, o sea el ácido

201151

19 DIC.



2-amino-4,4'-dicloro-1,1'-difeníl-2'-sulfónico, no se utiliza p-clorofenol totalmente exento de o-clorofenol, después de condensar con p-dicloronitrobenceno y reducir y sulfonar seguidamente resulta, además del ácido 2-amino-4,4'-dicloro-1,1'-difeníl-2'-sulfónico, el ácido 2-amino-2,4-dicloro-1,1'-difeníl-4'-sulfónico. Este último forma con el isocianato de 3,4-diclorofenilo un producto de condensación poco activo y difícilmente soluble en agua. Al producir en la industria productos contra la polilla, esta combinación isómera poco soluble en agua suele estar mezclada como impureza, lo cual perjudica no poco a la calidad del artículo y aumenta el peligro de una excesiva cocción al disolver y teñir los productos de condensación.

Por el presente invento cristaliza la referida combinación isómera e impreza antes de la condensación en acetonitrilo, mientras que el producto principal permanece en disolución. Filtrando se elimina de la mezcla de reacción el producto secundario. Aunque se emplee p-clorofenol industrial, se obtiene así un producto de condensación homogéneo, fácilmente soluble en agua.

Como el acetonitrilo, terminada la condensación, se separa por destilación en el vacío, puede utilizarse desde luego para la siguiente carga.

EJEMPLO.

Se disuelven en 200 volúmenes de acetonitrilo seco 17,8 partes en peso de 2-amino-4,4'-dicloro-1,1'-difeníl-2'-sulfonato sódico bien desecado, y se mezclan con la cantidad equivalente de isocianato de 3,4-diclorofenilo. Después de calentar la mezcla en el baño maría, se deja enfriar, se filtra en caso necesario, se le agrega carbón animal y se filtra. El disolvente se elimina por destilación en el

19 DIC.



vacio, con lo que el producto de condensación se solidifica y aumenta de volumen; entonces ya es soluble en poca agua caliente, dando un líquido claro. De la solución acuosa se separa por cristalización la variedad menos soluble.

5

====: N O T A :====

Se reivindica como objeto de esta patente:

10

1.- Procedimiento de obtención de un producto de condensación anhidro, constituido por N-2'-(4"-cloro-2"-sulfofenoxi)-5'-cloro-N'-3,4'-diclorofenilurea, caracterizado por condensar en acetonitrilo sales del ácido 2-amino-4,4'-dicloro-1,1'-difeníl-2'-sulfónico con isocianato de 3,4-diclorofenilo.

15

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplear como sal del ácido 2-amino-4,4'-dicloro-1,1'-difeníl-2'-sulfónico una sal alcalina.

20

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplear en la condensación una mezcla de isómeros de sales del ácido 2-amino-dicloro-1,1'-difenílsulfónico.

4.- Procedimiento de obtención de un producto de condensación anhidro.

25

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

BARCELONA, 19 DIC. 1951

P.A.
JOSÉ M. BOLLIBAR
P.P.