

P - 11.011.-  
Pos. V.G.F. 788 SP

200837

20987



18 JUN. 1953  
MALA REPRODUCCION  
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

MEMORIA DESCRIPTIVA  
para solicitar  
P A T E N T E D E I N V E N C I O N  
e n  
E S P A Ñ A  
por VEINTE años

a nombre de VEREINIGTE GLANZSTOFF-FABRIKEN, A.G. entidad  
alemana, establecida en Wuppertal-Elberfeld, Alemania,  
por:

" UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE  
ACIDO 2,5-DICLOROTEREFTALICO ".-

-----  
El invento se refiere a la fabricación de  
ácido 2,5-diclorotereftálico de acuerdo con un procedi-  
miento nuevo, económico y de realización sumamente sencill-  
la.

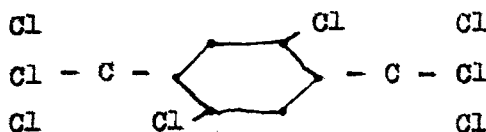
5

Según un método conocido, se obtiene ácido  
2,5-diclorotereftálico, calentando 2,5-diclorocimeno con



ácido nítrico a 190° en tubo cerrado.

De acuerdo con el invento, se hacen reaccionar entre sí benzol, formaldehído (o respectivamente paraformaldehído) y cloro gaseoso, en presencia de agua y de cloruro de zinc, a temperaturas de alrededor de 50 - 60°, subiendo a continuación la temperatura lentamente hasta 70 - 80°. Como disolvente para estos productos de la reacción han demostrado ser especialmente adecuados el tetracloruro de carbono, así como el diclorometano. Como producto intermedio se obtiene un compuesto fuertemente clorado, de la constitución siguiente:



el cual, después de tratado con agentes de saponificación, se transforma en el ácido 2,5-diclorotereftálico.

El procedimiento de acuerdo con el invento, por lo tanto, tiene la ventaja de poderse operar sin presión y con productos de partida fácilmente preparables en la fase líquida, siendo el rendimiento de acuerdo con este procedimiento de hasta un 60%.

Este compuesto es apropiado como producto intermedio para la fabricación de materias plásticas.

#### EJEMPLO 1.

una suspensión de 50,4 g. de  $\text{ZnCl}_2$ , 47,0 g.

209837



de benzol, se añaden a gotas en el curso de 6 horas, 45,5 g. de una solución acuosa de formaldehído (al 40%). Al cabo de alrededor de 1  $\frac{1}{2}$  horas de hacer entrar Cl<sub>2</sub>, tiene lugar la disolución completa. La temperatura de la reacción asciende a 50°. Después de tratada la mezcla de la reacción, en solución transparente, se obtiene un producto cristalizado incoloro, que funde a 150°, y que es a 1,1,1,4,4,4-hexacloro-dimetilo-2,5-diclorobenzol. Esta sustancia, fuertemente clorada, se saponifica en el refrigerador de reflujo, suministrando el ácido 2,5-diclorotereftálico (punto de fusión: 305 - 307).

#### E J E M P L O 2.

A una mezcla de 47 g. de benzol, disueltos en 120 g. de tetracloruro de carbono, y que contiene además 54 g. de paraformaldehído y 50,4 g. de cloruro de zinc, se añaden a gotas lentamente 75 cm<sup>3</sup> de agua, mientras se calienta hasta alrededor de 50 - 70°. Al mismo tiempo se hace entrar cloro gaseoso en una cantidad de 20 litros a la hora. Después de aproximadamente 5 horas de duración de la reacción, se vierte la mezcla de esta sobre hielo, con lo cual precipita una sustancia cristalizada, incolora, que después de lavada con agua y recristalizada desde metanol, posee un punto de fusión de 150°. Este producto intermedio, fuertemente clorado, es tratado en exceso con sosa cáustica en el refrigerador de reflujo, produciéndose el ácido 2,5-diclorotereftálico. Este tiene un punto de

209837



Fusión de 305 - 306.-

E J E M P L O 3.

5                    Se parte de la misma mezcla que en el ejem-  
plo 2. Como disolvente se emplea en lugar de tetracloruro  
de carbono, exclusivamente diclorometano. Además, no se  
añade el agua a gotas, sino directamente. Después de 5  
10                   horas de reacción se absorbe la mezcla de la reacción, se  
lava y se recristaliza desde etanol. Se obtienen agujas  
cristalizadas blancas, que tienen un punto de fusión de  
148°. La sustancia fuertemente clorada, se saponifica en  
el refrigerador de reflujo con sosa cáustica. Se produce  
el ácido 2,5-diclorotereftálico, que tiene un punto de fu-  
15                   sión de 306 - 307°.

La presente solicitud, que corresponde a la  
presentada en Alemania con fecha 28 de agosto de 1.952,  
bajo el número V. 4.901 IVd/12 o, se acoge a los beneficios  
del artículo 51 del vigente Estatuto-Ley sobre Propiedad  
Industrial.

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que

209837



se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

5 1.º.- Un procedimiento para la fabricación de ácido 2,5-diclorotereftálico, caracterizado por hacerse reaccionar entre sí benzol, formaldehído y clorórgaseoso, en presencia de agua y de cloruro de zinc, saponificándose el producto intermedio resultante, que está fuertemente clorado.

10 2.º.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1.ª, caracterizado por emplearse paraformaldehído en calidad de formaldehído.

15 3.º.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1.ª, caracterizado por efectuarse la saponificación del producto intermedio en el refrigerador de reflujo, con NaOH.

4.º.- Un procedimiento para la obtención de ácido 2,5-diclorotereftálico.

20 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

Madrid,

18 JUN. 1953

P. A.  
Alberto de Elzabun  
Por Orden

