

230978

230978
Caso C

nr^a.



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

a favor de

PRIMA, S. A. de nacionalidad española - domiciliada en BARCELONA - Paseo de Gracia, nº 56.

por:

"Procedimiento de fabricación del 2,4,5, tricolorofenol y sus derivados".

-----: oOo :-----

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

El objeto de la presente patente de invención es un procedimiento para obtener el 2,4,5 tricolorofenol y sus derivados.

Los procedimientos de fabricación conocidos para fabricar el 2,4,5 tricolorofenol parten, según el procedimiento del 1,2,4,5



tetraclorobenceno o de derivados del fenol.

5 El procedimiento objeto de esta patente consiste efectuar en la cloración de la anilina o de sus derivados para obtener la 2,4,5 tricloroanilina, que se diazota a continuación para obtener por desazotación del diazotato resultante el correspondiente a fenol clorado.

10 Las ventajas de este procedimiento son el menor precio de la materia prima, y el evitar operaciones que deben efectuarse bajo presión con disolventes orgánicos, efectuándose por el contrario todas las operaciones de este procedimiento en solución acuosa.

15 La anilina se disuelve en una solución de agua y sulfurico conteniendo un ligero exceso de sulfurico. Por esta solución ácida de anilina se pasa la cantidad equivalente de cloro gas para formar la monocloroanilina. Trabajando en estas condiciones en solución acuosa y en frio, se obtiene con rendimiento casi teórico, la meta-cloroanilina que es separada por neutralización de la solución ácida con sosa cáustica.

20 A continuación la meta-cloroanilina líquida exenta de agua se somete a una segunda cloración en caliente a temperaturas entre 50-100° obteniendo la 2,4,5 tricloroanilina. Para rebajar el punto de fusión del producto durante las ultimas fases de la cloración, se añaden pequeñas cantidades en la proporción de 1-5%, de hidrocarburos halogenados, por ejemplo 25 tetracloretano.

Terminada la cloración se vacian los productos líquidos calientes por una maquina escamadora, obteniendo la tricloroanilina en forma de escamas.

30 Estas escamas se disuelven en una solución de sulfurico y se procede a la diazotación de la amina segun las condiciones normales de trabajo descritas en la literatura. Asi tambien se procede a la descomposición de la sal diazotada resultante para



obtener el derivado fenólico, que en el presente caso será el 2,4,5 tricolorofenol.

Tambien se puede efectuar las dos etapas de cloración de modo inverso, o sea sometiendo la anilina liquida en caliente a una cloración con la que se obtiene la 2,4 dicloroanilina. Este producto se enfria por una máquina de escamas.

Las escamas que contienen el clorhidrato de la 2,4, dicloroanilina se tratan con una solución de sosa caustica diluida y se obtiene la amina libre cristalizada que se separa de la solución.

A continuación se disuelve la 2,4 dicloroanilina en una solución de sulfurico en agua y se procede a una seguida cloración para obtener la 2,4,5 tricoloroanilina.

Esta solución de la amina en ácido sulfurico se somete a una diazotación, y despues se descompone el diazotato resultante segun las condiciones conocidas para esta clase de reacción.

Se obtiene el 2,4,5 tricolorofenol, que forma un aceite de color marrón en la solución acuosa caliente, y al ir enfriando este liquido bajo fuerte agitación, el fenol cristaliza y se separa por filtración.

El producto obtenido sirve de intermedio organico para la síntesis de productos fitohormonales.

Para mayor facilidad de comprensión del procedimiento objeto de la patente se describen a continuación varios ejemplos de realización.

EJEMPLO I .- 95 gramos de anilina se disuelven en 200 cc. de agua que contienen 100 grs. de sulfurico, procurando que no se caliente demasiado la solución.

Por esta solución de sulfato de anilina en agua se hace pasar en frio una corriente de cloro gas, procurando que sea absorbido el cloro y se desprenda solamente el clorhidrico for-



mado que se absorbe en agua. Despues de pasar 75 grs. de cloro se da por terminada la primera cloración. Se precipita la meta-cloroanilina con sosa liquida evitando que se caliente la solución, obteniendo 125 grs. de producto liquido.

5 Los 125 grs. de cloroanilina seca se pasan a otro recipiente y se continua la cloración aumentando paulatinamente la temperatura que al final de la cloración llegará hasta 100°. Pasados otros 150 grs. de cloro se termina la cloración y se vacia el producto liquido que solidifica rápidamente, resultan
10 unos 190 gramos.

La 2,4,5 tricloroanilina pulverizada se disuelve en sulfurico y agua y se procede a la diazotación y descomposición según las condiciones de la literatura.

El fenol cristaliza al enfriar la solución acuosa en que se descompuso el producto diazotado. Se obtienen 132 grs. de
15 2,4,5 tricolorofenol cristalizado.

EjemPlo II .- 95 gramos de anilina se someten a una cloración a una temperatura de 50-90°, empezando a 50° y aumentando esta temperatura en el curso de la operación hasta terminar a 90°. Se pasan 150 grs. de cloro procurando que el cloro
20 sea absorbido y solo se desprenda gas clorhidrico formado por la reacción.

El clorhidrato de la 2,4 dicloroanilina formada solidifica y puede ser pulverizada para pasar a ña proxima operación; el
25 rendimiento es de 190 gramos. Tratando el clorhidrato con sosa se obtiene la 2,4 dicloroanilina.

La 2,4 dicloroanilina se disuelve en 200 cc. de agua que contiene 100 grs. de sulfurico, evitando que se caliente la solución.

30 Por esta solución se pasa en frio una cantidad de 75 grs. de cloro, terminada la cloración se comprueba en una muestra si la cloración está terminada, precipitando la 2,4,5 tricloro-



anilina y analizandola.

Si la cloración esta terminada, se calienta ligeramente la solución de la triclороanilina en agua y sulfurico para eliminar el clorhidrico que pudiera estar disuelto y despues se procede a la diazotación y descomposición segun procedimientos conocidos para transformar el grupo amina en fenol.

Se obtienen 130 grs. de 2,4,5 tricolorofenol.

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

Se reivindica como objeto de esta patente:

1.- Procedimiento de fabricación del 2,4,5 tricolorofenol y sus derivados, caracterizado por someter la anilina a una cloración parcial en dos etapas, y por transformar el grupo aminico del producto resultante de la cloración en el grupo fenolico, por diazotación y desazotación subsiguiente.

2.- Procedimiento segun la reivindicación 1, caracterizada por someter a cloración el sulfato de anilina en solución acuosa y en frio, para obtener la meta-cloroanilina, que se separa por neutralización.

3.- Procedimiento segun las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por someter la meta-cloroanilina obtenida a una segunda cloración, a temperaturas comprendidas entre 50 y 100° para 2,4,5 triclороanilina.

4.- Procedimiento segun la reivindicación 1, caracterizado por someter a cloración la anilina liquida en caliente, para obtener la 2,4 dicloroanilina, que se separa por neutralización.

5.- Procedimiento segun las reivindicaciones 1 y 4, caracterizado por someter el sulfato de la 2,4 dicloroanilina obtenida a una segunda cloración, en solución acuosa y a bajas temperaturas, para obtener la 2,4,5 triclороanilina.

6.- Procedimiento segun las reivindicaciones anteriores,



caracterizado por diazotar la 2,4,5 tricloroanilina obtenida y desazotar el diazotato formado, para obtener, 2, 4, 5 triclorofenol.

5

7.- Procedimiento de fabricación del 2, 4, 5 triclorofenol y sus derivados.

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

BARCELONA, -4 SEP. 1956

P. A.

JOSÉ M. EDUARDO
P. P.