

NO 1959

Expediente núm.



49144

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INVENCIÓN

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE INVENCIÓN** por **VEINTE** años, en España

a favor de

UCLAF, de nacionalidad
francesa domiciliado en 35, Boulevard des Inven-
~~ciones~~ tiones, Paris, Francia. ~~núm.~~

por:

« UN PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE LA 4,4'-DICLORODIFE-
NLSULFONA »

Nº 14457

Agente Sr. ELZABURU

4 MAY. 1959
249144

P.- 17.927

- 353 n -



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 UCLAF, entidad francesa, establecida en 35,
Boulevard des Invalides, Paris, Francia, por:

"UN PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE LA 4,4'-DICLORODIFENIL-
SULFONA".

El objeto del presente invento es un procedimiento industrial de preparación de la 4,4'-diclorodifenilsulfona, producto que da por aminación la 4,4'-diaminodifenilsulfona que constituye actualmente el medicamento de elección en el tratamiento de la lepra y que por otra parte ha encontrado aplicaciones industriales importantes para el endurecimiento de las resinas epoxidicas.

Para obtener la 4,4'-diclorodifenilsulfona se utilizaba generalmente hasta ahora la condensación del p-clorobenceno-sulfocloruro con clorobenceno en presencia de cloruro de aluminio lo que hacia preciso, aparte de una instalación particularmente resistente a la corrosión, la preparación

5

10



249144

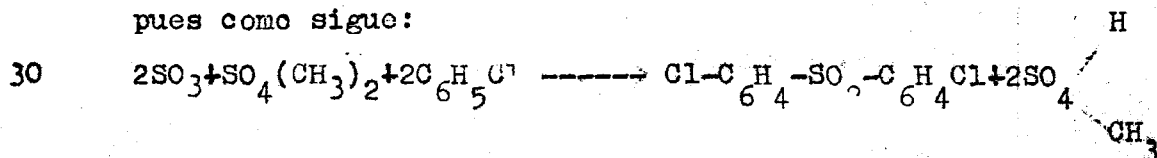
5 previa del p-clorobenceno-sulfocloruro y su aislamiento, no proporcionando la transformación directa del clorobenceno en 4,4'-diclorodifenilsulfona por medio de la clorhidrina sulfúrica o del anhídrido sulfurico más que rendimientos próximos al 30%.

10 Ahora bien, se ha descubierto que haciendo reaccionar el anhídrido sulfúrico estabilizado, en la forma de trimero comercial, designado ordinariamente con el nombre de "sulfan", sobre el sulfato de dimetilo, de modo que se obtenga una solución de una molécula de anhídrido sulfúrico en una molécula de piro-sulfato de metilo, $\text{CH}_3\text{O}-\text{SO}_2-\text{O}-\text{SO}_2-\text{OCH}_3$, y añadiendo esta solución a dos moléculas de clorobenceno, se obtiene directamente la 4,4'-diclorodifenilsulfona con rendimientos próximos al 90% de la teoría, aislándose la sulfona buscada simplemente por precipitación en agua.

15 La solución de anhídrido sulfúrico en el piro-sulfato de metilo puede obtenerse igualmente por reacción de una molécula de óxido de metilo $\text{CH}_3-\text{O}-\text{CH}_3$, sobre tres moléculas de sulfan.

20 Este modo de operar permite trabajar en toda escala industrial en la instalación ordinaria y no precisa el aislamiento o la separación de productos intermedios o productos secundarios. Como las reacciones se efectúan por debajo de 100°C , no se plantea ningún problema particular de calefacción o de refrigeración, evitándose igualmente el empleo de disolventes que hubieran de recuperarse.

25 La reacción global de la preparación se representa pues como sigue:





249144

El ejemplo siguiente ilustra el invento aunque sin limitarlo. En especial, se puede invertir el orden de introducción de los reactivos o preparar en primer lugar el piro sulfato de metilo, disolver después en él una molécula de anhídrido sulfúrico, mezclar el piro sulfato de metilo con clorobenceno y añadir en último lugar el anhídrido sulfúrico, fraccionar las adiciones, variar las temperaturas de reacción, o emplear otro sulfato de dialcoholo, sin salirse por ello de los límites del invento.

Ejemplo: Preparación de la p,p'-diclorodifenilsulfona.

En 126 g (1 mol) de sulfato de dimetilo, se introducen con agitación y al abrigo de la humedad del aire a 70-75° en unos 20 minutos, 80 g (1 mol) de anhídrido sulfúrico estabilizado ("sulfan") en sobrefusión a 25°. Se continúa agitando lentamente durante 30 minutos a 70-75° el líquido claro obtenido. Se enfría a 20° y se añaden 80 g (1 mol) de anhídrido sulfúrico estabilizado ("sulfan"). La temperatura asciende de 20 a 30°. El líquido obtenido se pasa a un embudo de bromo y se añade, durante 20 minutos aproximadamente, sobre 225 g (2 moles) de clorobenceno calentado a 50-55°. Durante la introducción, la temperatura de la mezcla reaccionante se mantiene a 50° por un ligero enfriamiento, después se deja que la reacción exotérmica se termine por sí misma y se mantiene aún durante una hora a 50° con agitación. A continuación, la mezcla reaccionante, en la que ha cristalizado ya una parte de la sulfona, se vierte en 600 cm³ de agua, se aspira a la trompa la suspensión de sulfona todavía caliente y se lava con agua caliente hasta un pH



249144

5 de las aguas de lavado. Después de secar, se obtienen 258 g de 4,4'-diclorodifenilsulfona, es decir, un rendimiento del 90%, que puede utilizarse directamente para su transformación en 4,4'-diaminodifenilsulfona.

5 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Francia, el 5 de Julio de 1958, bajo el N^oFV. 769.594, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

15 1^o.— Un procedimiento de preparación de la 4,4'-diclorodifenilsulfona, caracterizado especialmente porque por acción de dos moléculas de anhídrido sulfúrico estabilizado en forma de trimero sobre el sulfato de dimetilo, se prepara una solución de una molécula de anhídrido sulfúrico en una molécula de piro-sulfato de metilo, se hace reaccionar esta solución en caliente sobre dos moléculas de clorobenceno y se precipita la sulfona formada en agua.

20

2^o.— Un procedimiento de preparación de la 4,4'-diclorodifenilsulfona.

25

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

Esta Memoria consta de cuatro hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 4 MAY. 1958

P. A.

Alberto de Elzaburu
Esp. P. A.