

283563

1 MAR 1963

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

d e

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

formulada el 20 de diciembre de 1962, con el núm. 283.563

e n

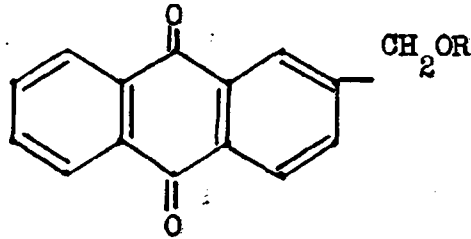
E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de L'AIR LIQUIDE SOCIETE ANONYME POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCEDES GEORGES CLAUDE, entidad francesa, establecida en 75, Quai d'Orsay, París, Francia, -- por:

"UN PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE LOS ÉTERES-OXIDOS DE LA HIDROXIMETIL-2-ANTRAQUINONA Y DE UN ALCOHOL NO TERCIARIO".-

La presente invención se refiere a un nuevo procedimiento de preparación de una serie de compuestos reducto-oxidables con núcleo antraquinónico, constituidos por los éteres-óxidos de la hidroximetil-2-antraquinona y de un alcohol no terciario (y por lo tanto primario o secundario). Se refiere más particularmente a la preparación de los éteres-óxidos de fórmula general:



5

en la cual R representa un miembro del grupo constituido por los radicales alcoholo, halogenoalcoholo, hidroxialcoholo, alcoxialcoholo, bis-(hidroxi)alcoholo, bis-(alcoxi)alcoholo, aralcoholo, alqueniolo y ciclaniolo.

10

Se refiere igualmente a los productos industriales nuevos constituidos por ciertos nuevos éteres-óxidos de la hidroximetil-2-antraquinona obtenidos por este procedimiento, y a ciertos nuevos procedimientos de preparación de productos intermediarios utilizados en la síntesis de esta serie de éteres óxidos. Finalmente, se refiere a un procedimiento de fabricación de agua oxigenada por reducciones y oxidaciones alternadas de los éteres-óxidos de la hidroximetil-2-antraquinona de la serie citada arriba, en los cuales el radical del alcohol no terciario no es hidrogenable en las condiciones de la reacción de hidrogenación de la función quinónica.

15

20

25

La aplicación del procedimiento corriente de condensación de dos alcoholes que consistiría en tratar hidroximetil-2-antraquinona por el sulfato del otro alcohol en acetona en presencia de potasa, no permite obtener en la serie mencionada arriba, más que los éteres correspondientes a los alcoholes metílico y etílico.

30

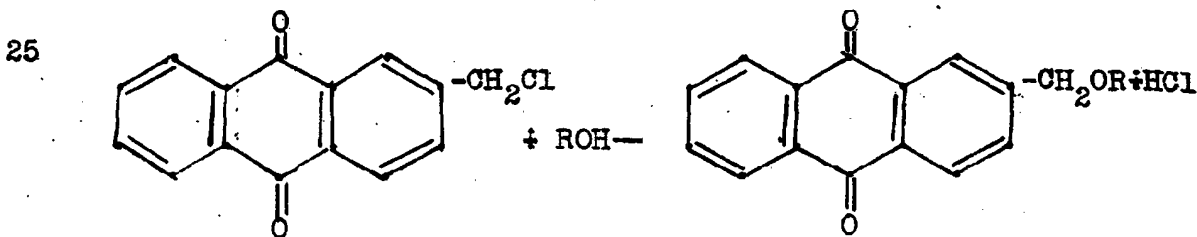
Cierto número de otros compuestos de esta serie han sido recientemente preparados con buenos rendimientos, mediante alcoholisis del para-tolueno sulfonato de

223563



antraquinonil-2-metilo con ayuda del alcohol a condensar, calentando a reflujo los dos compuestos en un exceso del alcohol elegido (A. ETIENNE & J. CAMIER, C.R. 1960, 251, 100-102). Sin embargo, el para-tolueno sulfonato de antraquinonil-2-metilo debía él mismo ser preparado previamente mediante una serie de reacciones que consisten en la cloración o la bromación de la metil-2-antraquinona a cloro (o bromo) metil-2-antraquinona, la transformación de este compuesto en acetoximetil-2-antraquinona por reacción con el acetato de sodio y el ácido acético, la hidrólisis del acetoximetil-2-antraquinona en hidroximetil-2-antraquinona; y en fin la condensación de ésta con el cloruro de para-tolueno sulfonilo. El método citado arriba es por lo tanto relativamente largo y complicado.

El nuevo procedimiento de la invención permite, por el contrario, obtener fácil y sencillamente los éteres -- óxidos de la serie indicada arriba, a partir de la clorometil-2-antraquinona, compuesto fácil de obtener directamente a partir de la metil-2-antraquinona. Se caracteriza porque se calienta a reflujo la clorometil-2-antraquinona en medio no básico, con el alcohol no terciario conveniente, de preferencia a una temperatura superior a 100°C. La reacción tiene lugar según el esquema.



283563



teniendo el radical R del alcohol preferentemente el mismo significado que en lo que antecede.

La reacción indicada más arriba es no obstante relativamente lenta a temperaturas poco elevadas. En la práctica no tiene lugar con una velocidad suficiente más que por encima de los 100°C aproximadamente. Para los éteres de los alcoholes de punto de ebullición inferior a 100°C, es por lo tanto preferible efectuar la reacción bajo una presión tal que la temperatura de ebullición sea superior a 100°C. La reacción da excelentes resultados cuando el alcohol condensado con la hidroximetil-2-antraquinona es primario; generalmente son menos buenos con los alcoholes secundarios, excepto ciertos de éstos, tales como el ciclohexanol.

Conviene observar que la adición de reactivos de condensación básicos (álcalis, piridina), no solamente no facilita la reacción, sino que no permite llegar a los éteres buscados. La reacción efectuada con un alcoholato de sodio o con un alcohol, en presencia de sosa cáustica o de carbonato de sodio sólido, da un producto de punto de fusión elevado (340°C) que por sus propiedades demuestra ser el bis-(antraquinonil-2')-1,2-etano, producto de desdoblamiento de la metil-2-antraquinona. Con la piridina como aceptador de ácido clorhídrico, se obtiene el cloruro de N-antraquinonil-2-metil-piridinio que no reacciona ya con el alcohol.

Entre los éteres óxidos preparados por el procedimiento anterior, algunos constituyen compuestos nuevos. Estos son aquellos en los que el alcohol condensado con la clorometil-2-antraquinona es el cloro-2-etanol, el metil-

283563



-2-propanol-1, el n-pentanol, el metil-3-butanol-1, el n-octanol, el n-dodecanol, el propeno-2 ol-1 (alcohol alílico), el metoxi-2-etanol, el fenil-metanol, el fenil-2-etanol y el ciclohexanol.

5           En lo que concierne a la clorometil-2-antraquinona utilizada como producto de partida en la condensación arriba indicada, se conocen ya ciertos métodos para su preparación y parece ser que el más cómodo es hacer reaccionar cloruro de sulfurilo en presencia de peróxido de benzóilo  
10           sobre la metil-2-antraquinona disuelta en benceno a ebullición (Bhavsar, Tilak y Venkataraman, J. Sci. Industr. Res. 1957, 16 B, 392); permite la obtención selectiva del derivado monoclorado pero con un rendimiento de solo un -  
15           53%. No obstante, ha sido descubierto según la invención que se podía perfeccionar este método efectuando la reacción en presencia de un iniciador de reacción de radicales, tal como el azoisobutironitrilo, pudiendo ser el disolvente el cloruro de sulfurilo mismo o un tercer cuerpo, especialmente el tetracloruro de carbono. La clorometil-2-  
20           -antraquinona se obtiene entonces con un rendimiento cercano al 70%.

          Si por el contrario se prosigue la reacción durante un tiempo superior al necesario para la obtención del derivado monoclorado, igualmente en presencia de azoisobutironitrilo, en cloruro de sulfurilo o clorobenceno, hacia  
25           90°C, se obtiene la diclorometil-2-antraquinona con un buen rendimiento (54%).

          Se puede igualmente obtener la hidroximetil-2-antraquinona por hidrólisis de la clorometil-2-antraquinona --  
30           conforme a otro perfeccionamiento de la invención, calen-

283563



0

tando este último compuesto a reflujo durante varias horas en una mezcla de agua y sulfóxido de dimetilo. Como anteriormente, la presencia de un agente alcalino no solamente no facilita la reacción, sino que conduce a la formación del producto de desdoblamiento de la metil-2-antraquinona.

Los éteres óxidos de la invención pueden servir como productos intermediarios regenerables en el procedimiento de fabricación del agua oxigenada por reducciones y oxidaciones alternadas de un compuesto de núcleo antraquinónico, cuando el radical del alcohol no terciario no es hidrogenable en las condiciones de la reacción de hidrogenación de la función quinónica. Ciertos de estos éteres presentan sobre los compuestos conocidos, habitualmente empleados para la fabricación del agua oxigenada, tales como las alcohil-antraquinonas, la ventaja de presentar una solubilidad elevada en los disolventes orgánicos, tanto en forma reducida (antrahidroquinónica) como en forma oxidada (antraquinónica). Este es particularmente el caso de los éteres del alcohol n-butílico, del alcohol n-amílico, del 2-etoxi-etanol (vendido en el comercio bajo la marca "Cellosolve") y del 2-(beta-etoxi-etoxi)-etanol (vendido en el comercio bajo la marca "Carbitol"). Se puede aumentar todavía la solubilidad del producto intermedio reducto-oxidable, empleando a este efecto mezclas de dos o más de los éteres arriba indicados.

A continuación, se dan a título de ejemplos no limitativos, los modos operatorios de preparación según la invención, de diversos éteres óxidos de la hidroximetil-2-antraquinona, de la clorometil-2-antraquinona y de la

23563



hidroximetil-2-antraquinona, así como los puntos de fusión y solubilidades en diversos disolventes de los éteres óxidos arriba mencionados, bajo la forma oxidada (antraquinónica) y bajo la forma reducida (antrahidroquinónica).

5 Ejemplo 1.- Preparación de la clorometil-2-antraquinona.

a) Se calienta a reflujo durante 10 minutos una mezcla de 100 partes de metil-2-antraquinona, 730 partes de cloruro de sulfurilo y 2,3 partes de azo-2,2'-bis-isobutironitrilo. Seguidamente, se destila a vacío, el exceso de cloruro de sulfurilo con vistas a una reutilización posterior. El precipitado obtenido se lava 4 veces con 57 partes de éter de petróleo 30-50°C y se recristaliza después en --- 7.400 partes de etanol. Se obtienen 69 partes de producto (rendimiento 60%) en forma de laminillas brillantes de -- punto de fusión instantáneo 161-162°C.

b) Se calienta a reflujo hasta el principio de la cristalización en caliente, una mezcla de 100 partes de metil-2-antraquinona, 400 partes de cloruro de sulfurilo, 400 partes de tetracloruro de carbono y 2,3 partes de azo-2,2'-bis-isobutironitrilo. La evolución de la reacción puede ser seguida por tomas de ensayo sobre las cuales se determina el punto de fusión. Por enfriamiento precipita el -- producto. Se lava 4 veces con 57 partes de éter de petróleo de 30-50°C y se seca. Se le puede purificar por re--- cristalización en etanol. Cantidad obtenida: 80 partes -- (rendimiento 69%). Punto de fusión instantáneo 161-162°C.

De la solución de tetracloruro de carbono y cloruro de sulfurilo, se recupera una mezcla de cristales que se pueden volver a utilizar para otra cloración.

30 Ejemplo 2.- Preparación de la hidroximetil-2-antraquinona.

283563



Se calienta a reflujo una parte de clorometil-2-antraquinona en 160 partes de una mezcla de 60 partes de sulfóxido de dimetilo y 100 partes de agua hasta que la reacción sea completa (20 horas); la evolución de la reacción puede ser seguida midiendo los puntos de fusión. Por enfriamiento precipita alcohol. Se lava con agua, se seca y se cristaliza en benceno. Cantidad obtenida: 0,74 partes (rendimiento 80%). Punto de fusión instantánea: 193°C.

Ejemplo 3. - Preparación de los éteres óxidos de la hidroximetil-2-antraquinona.

De una manera general se calienta a reflujo a la presión ordinaria o a una presión superior, una mezcla de una parte en peso de clorometil-2-antraquinona con 10 partes o más de alcohol, durante tiempos variables según el punto de ebullición del alcohol: de 20 a 40 horas a la presión ordinaria para los alcoholes que hierven hacia 200°C, 200 horas o más para los que hierven hacia los 100°C, 20 horas bajo presión y a 140°C para los alcoholes de bajo punto de ebullición.

El curso de la reacción se sigue mediante la determinación del punto de fusión de los cristales obtenidos por evaporación de una parte alícuota de la solución; el punto de fusión disminuye gradualmente desde el de la clorometil-2-antraquinona hasta el del éter-óxido.

Con el fin de obtener en estado cristalizado el producto de la reacción, se expulsa bajo vacío el exceso de disolvente del medio si es bastante volátil, se trata con agua si el alcohol es suficientemente miscible, o incluso se precipita con éter de petróleo. En ciertos casos, el producto cristaliza espontáneamente en frío.

283563



Los cristales obtenidos se recristalizan en metanol o etanol. Los rendimientos están comprendidos entre 50 y 90%.

a) Preparación del éter óxido metílico (R = CH<sub>3</sub>) :

5            En un recipiente resistente a la presión se calienta a 140°C y durante 20 horas, una mezcla de 100 partes en peso de clorometil-2-antraquinona y 2.000 partes en peso de metanol. Después de la reacción se expulsa el metanol en exceso por destilación. Se obtienen 92 partes de éter -  
10   óxido metílico. Se purifica por cristalización en 4.000 partes de metanol. Cantidad obtenida: 71 partes (rendimiento 72%). Punto de fusión instantáneo = 134°C.

b) Preparación del éter-óxido-n-butílico (R = CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>CH<sub>3</sub>).

15            Se calienta a reflujo durante 100 horas una mezcla de 100 partes en peso de clorometil-2-antraquinona y 800 partes de n-butanol. Seguidamente, se enfría la solución y el caldo obtenido se trata con agua. Se separa, se lava -- con agua y se seca. Cantidad obtenida: 113 partes (rendimiento 98%). Punto de fusión instantáneo = 90°C. El produc  
20   to aislado es muy puro y no necesita purificación.

c) Preparación del éter óxido del metoxi-2-etanol o

"Metil-Cellosolve" (R = (CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> OCH<sub>3</sub>)

25            Se opera como para el producto precedente, calentando a reflujo 100 partes en peso de clorometil-2-antraquinona en 800 partes de "Metil-Cellosolve". Después de 150 horas de calentamiento se vierte en agua el producto de la - reacción, y la sustancia precipitada se lava con agua y se seca. Cantidad obtenida = 106 partes (rendimiento 92%). Pun  
30   to de fusión instantáneo = 85°C (después de recristalización en metanol).

283563



d) Preparación del éter óxido del (beta-etoxi-etoxi)-2-etanol o "Carbitol" ( $R = (\text{CH}_2-\text{CH}_2\text{O})_2 \text{C}_2\text{H}_5$ ).

Se opera como anteriormente, calentando a reflujo 100 partes en peso de clorometil-2-antraquinona en 800 partes de "Carbitol". Al cabo de 25 horas de calentamiento y de tratamiento con agua, se filtra el producto, se lava con agua y se seca. Cantidad obtenida = 120 partes (rendimiento 87%). Después de recristalización en metanol, el punto de fusión del producto es de 64°C.

e) Preparación del éter óxido del ciclohexanol ( $R = \text{C}_6\text{H}_{11}$ )

Se calientan durante 160 horas a reflujo una mezcla de 100 partes en peso de clorometil-2-antraquinona y 480 partes de ciclohexanol. Seguidamente, se enfría la solución y el precipitado obtenido se adiciona con 480 partes de éter de petróleo de 30-50°C. Se separa y se lava tres veces con 100 partes de éter de petróleo, y después se seca. El producto se purifica por cristalización en 2.000 partes de metanol. Cantidad obtenida: 70 partes (rendimiento 56%). Punto de fusión instantáneo : 101°C.

Ejemplo 4.- Utilización de los éteres óxidos de la hidroximetil-2-antraquinona como productos intermedarios en la fabricación del agua oxigenada.

Se han determinado las solubilidades de diversos éteres óxidos en forma quinónica, y después en forma hidroquinónica, en disolventes orgánicos propuestos frecuentemente como disolventes de los compuestos de núcleo antraquinónico en la fabricación del agua oxigenada. Estos ensayos han sido efectuados disolviendo el éter óxido en caliente en el mínimo de disolvente y enfriando después la solución hasta la temperatura ambiente, de manera que se provoque la cris-



talización del exceso de producto insoluble. Se repite la  
operación añadiendo a la suspensión cantidades dadas de -  
disolvente, hasta que el producto sea completamente solu-  
ble a la temperatura ordinaria. Con el fin de evitar la se  
5 bresaturación, se deja la solución en reposo durante va--  
rias horas en presencia de cebos de cristalización, antes  
de observar el depósito eventual de cristales.

La solubilidad de la forma hidroquinónica correspon-  
diente no ha sido determinada más que para las antraquino-  
10 nas más solubles que la etil-2-antraquinona, compuesto ha-  
bitualmente empleado como producto intermediario en la fa-  
bricación de agua oxigenada y, bien entendido, en el caso  
en que la cadena lateral no sea ella misma hidrogenable,  
lo cual excluye a los éteres óxidos que llevan un radical  
15 alquenilo.

A este efecto, se somete la solución saturada de la  
forma quinónica a hidrogenación catalítica (en presencia  
de paladio al 0,6% sobre alúmina), hasta la adsorción de  
la cantidad teórica de hidrógeno correspondiente a la ob-  
20 tención de la forma hidroquinónica; en la mayoría de los  
casos precipita el derivado dihidrogenado. Se repite la -  
hidrogenación de la forma quinónica después de la adición  
a la solución de cantidades conocidas de disolvente, has-  
ta que el producto dihidrogenado sea completamente solu--  
25 ble.

En la tabla indicada a continuación se dan los pun-  
tos de fusión F (instantáneos) y las solubilidades de di-  
veros éteres óxidos preparados por el procedimiento de la  
invención.

30 En lo que sigue se designa con la abreviatura "di-

983563



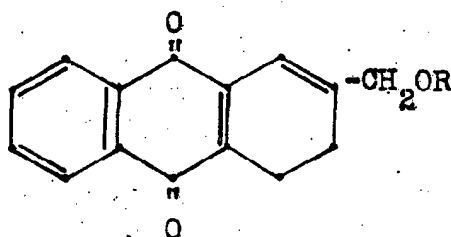
solvente L", una mezcla de acetato de metilciclohexilo y xileno en pesos iguales.

A título de comparación, las solubilidades de la etil-2-antraquinona y de su forma hidroquinónica son las siguientes en algunos de los mismos disolventes.

Disolventes	Solubilidades (moles/litro de disolvente)	
	Etil-2-antraquinona	Etil-2-antrahidroquinona
Acetato de heptilo	0,34	0,20
Disolvente L	0,56	0,20
Oxido de n-butilo	0,11	0,04

La hidroximetil-2-antraquinona misma es poco soluble en el disolvente L; su solubilidad es inferior a 0,20 moles/litro de disolvente.

TABLA: Eteres óxidos de la hidroximetil-2-antraquinona y de alcoholes diversos.



118333



Alcohol condensado	R	F g C	Solubilidades (moles/litro de disolvente)		
			Disolvente	Forma oxidada	Forma reducida
Metanol	CH <sub>3</sub>	134	Disolvente L	0,20	0,20
			Oxido de n-butilo	0,07	0,07
Etanol	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	117	Disolvente L	0,20	0,20
			Oxido de n-butilo	0,06	0,06
2-cloroetanol	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> Cl	102	Acetato de heptilo	0,10	débil
			Disolvente L	0,33	0,25
			Anisol	1	0,20
			Oxido de bencilo	0,77	0,20
Alcohol alílico	CH <sub>2</sub> -CH=CH <sub>2</sub>	92	Disolvente L	0,50	hidrogenación a éter óxido propílico
n-propanol	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	92	Acetato de heptilo	0,50	0,33
2-metoxietanol (Metil Cello-solve)	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> OCH <sub>3</sub>	85	Acetato de heptilo	0,46	0,43
			Disolvente L	0,43	0,36
			Anisol	1,55	< 0,60
n-butanol	n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	90	Acetato de heptilo	0,50	0,28
			Disolvente L	0,67	0,17
i-butanol	i-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	106,5	Acetato de heptilo	0,15	débil
			Disolvente L	0,18	débil
			Anisol	0,83	< 0,66

283885



1 MAR 1963

2-etoxietanol (Etilcellosol ve)	$C_2H_4OC_2H_5$	84	Acetato de heptilo	0,43	0,49
			Diisobutilcetona	0,31	> 0,35
n-pentanol	$n-C_5H_{11}$	98	Disolvente L	0,50	0,33
			Acetato de heptilo	0,50	0,40
			Anisol	2,63	< 0,20
			Oxido de ben cilo	1	< 0,20
			Acetato de heptilo	0,50	0,40
i-pentanol	$i-C_5H_{11}$	96	Disolvente L	0,67	0,40
			Acetato de heptilo	0,50	0,40
			Anisol	2	0,20
			Acetato de amilo	0,50	0,40
			Acetato de heptilo	0,56	0,64
2-(beta-etoxi- etoxi) etanol (Carbitol)	$(C_2H_4O)_2C_2H_5$	64	Disolvente L	0,80	0,53
			Acetato de amilo	0,57	0,47
			Anisol	2,5	< 0,61
			Anisol + acetato de heptilo (50/50)	1,14	1,04
			Eter oxido ben cílico del Carbitol	0,77	débil
			Oxido de ben cilo	1,66	< 1
			Diisobutilce tona	0,40	> 0,22
			Acetato de heptilo	0,23	débil
n-heptanol	$C_7H_{15}$	82	Acetato de heptilo	0,23	débil

283533



			Disolvente L	0,54	< 0,42
			Eter óxido de n-heptilo de bencilo	0,36	débil
			Anisol	1,11	débil
n-octanol	$C_8H_{17}$	77	Disolvente L	0,40	< 0,25
			Acetato de heptilo	0,15	débil
			Anisol	0,66	< 0,20
			Oxido de bencilo	0,40	< 0,20
n-dodecanol	$C_{12}H_{25}$	82	Acetato de heptilo	0,10	débil
			Disolvente L	0,16	débil
			Anisol	0,40	< 0,20
ciclohexanol	$C_6H_{11}$	101	Disolvente L	0,15	débil
			Anisol	1	< 0,20
			Acetato de heptilo	0,18	débil
			Oxido de bencilo	0,66	< 0,20
fenilmetanol	$CH_2C_6H_5$	116	Disolvente L	0,10	débil
			Acetato de heptilo	0,10	débil
			Anisol	0,34	0,20
feniletanol	$C_2H_5C_6H_5$	76	Disolvente L	0,50	< 0,20
			Acetato de heptilo	0,22	< 0,20
			Anisol	2,22	< 0,20

Los éteres óxidos n-butílico, n-amílico, del 2-metoxi-etanol, del 2-etoxi-etanol ("Cellosolve") y del 2-(beta-etoxi-etoxi) etanol ("Carbitol"), presentan especialmente una solubilidad superior a la de la etil-2-antraquinona,

23353



en las dos formas quinónica e hidroquinónica. El éter óxi  
do del "Carbitol" presenta en particular ventajas importan  
tes sobre la etil-2-antraquinona como producto intermedio  
en la fabricación del agua oxigenada. En su forma hidroqui  
5 nónica, su solubilidad en acetato de heptilo es más de tres  
veces superior a la de la etil-2-antraquinona. Por lo tan-  
to, el empleo de este producto permite para una instalación  
de volumen dado, triplicar la capacidad de producción de -  
agua oxigenada con relación a una instalación que utiliza  
10 la etil-2-antraquinona como compuesto intermedio.

Finalmente, se ha verificado el rendimiento de agua  
oxigenada de los éteres óxidos mencionados arriba, operan-  
do como sigue. Una solución de 1 milimol-gramo de éter óxi  
do disuelto en el disolvente elegido que debe dar teórica-  
mente 1 milimol-gramo de agua oxigenada, se hidrogena en -  
15 presencia de 100 mg de catalizador (paladio al 0,6% sobre  
alúmina) hasta la formación del derivado hidroquinónico --  
(lo que corresponde a la adsorción de 1 milimol de hidróge  
no, o sea alrededor de 24 cm<sup>3</sup> a 20°C). El catalizador se -  
20 separa seguidamente por filtración en atmósfera de hidróge  
no, y se vuelve a oxidar la solución de la forma hidroqui-  
nónica haciendo burbujear por ella una corriente de aire.  
El agua oxigenada se extrae de la solución orgánica median  
te lavado con tres porciones de 10 cm<sup>3</sup> de agua destilada y  
25 después, se valora con una solución de permanganato potási  
co N/10. La solución orgánica del éter óxido en forma qui-  
nónica se evapora seguidamente a sequedad y se controla la  
identidad del producto obtenido con el producto de partida.  
Para todos los éteres óxidos, el rendimiento en agua oxige  
30 nada está comprendido entre 90 y 100%.

283563



Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Francia, con fecha 21 de diciembre de 1961, bajo el número P.V. 882.735, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

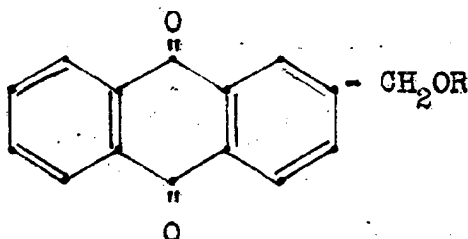
#### NOTA

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

10

19. - Un procedimiento de preparación de los éteres-óxidos de la hidroximetil-2-antraquinona y de un alcohol no terciario, en particular de los de la fórmula general

15



20

en la cual R designa un miembro del grupo constituido por los radicales alcohilo, halogenoalcohilo, hidroxialcohilo, alcoxialcohilo, bis-(hidroxi)alcohilo, bis-(alcoxi)alcoholo, aralcohilo, alquenilo y ciclaniilo, caracterizado porque se calienta a reflujo la clorometil-2-antraquinona en medio no básico con el alcohol no terciario conveniente, de preferencia a una temperatura superior a 100°C.

25

20. - Un procedimiento de preparación de la clorometil-2-antraquinona por reacción del cloruro de sulfurilo -

30

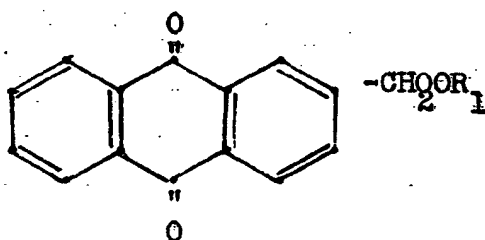
5 20 319  
1 MAR 1963

sobre la metil-2-antraquinona disuelta en un disolvente, -  
caracterizado porque se efectúa la reacción en presencia -  
de un iniciador de reacción radicalar, de preferencia azo-  
isobutironitrilo.

5           32. - Un procedimiento de preparación de la hidroximetil-2-antraquinona, caracterizado porque se hidroliza la cloromstil-2-antraquinona por calentamiento a reflujo en - dimetilsulfóxido acuoso.

10           42. - Un procedimiento de fabricación de agua oxigenada por reducciones y oxidaciones alternadas de al menos un compuesto con núcleo antraquinónico, caracterizado porque se emplea como compuesto con núcleo antraquinónico un éter-óxido de la hidroximetil-2-antraquinona y de un alcohol no terciario con radical no hidrogenable en las condiciones de la reacción de hidrogenación de la función quinónica, de preferencia un éter-óxido de la fórmula general

20



25

en la cual R<sub>1</sub> designa un miembro del grupo constituido por los radicales alcoholo, halogenoalcoholo, hidroxialcoholo, alcoxialcoholo, bis(hidroxi)alcoholo, bis-(alcoxi)alcoholo, aralcoholo y ciclanilo saturados.

30

52. - Un procedimiento de preparación de los éteres-óxidos de la hidroximetil-2-antraquinona y de un alcohol no terciario.

283563



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

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

Madrid,

1 MAR 1963

P.A.

Alberto de Elizaburu  
Por Feltz

283503