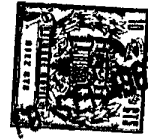


345208



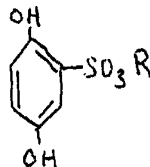
345208

MEMORIA DESCRIPTIVA
=====

Correspondiente a una Patente de Invención por 20 años, para todo el territorio español y protectorados, por: PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE SALES DEL ACIDO p-DIHIIDROXIBENCENO-SULFONICO". A favor de Laboratorio Fortuny, S.A. entidad española, domiciliada en Palma de Mallorca, calle Pablo Piferrer nº 41.

=====

La presente invención tiene por objeto un nuevo procedimiento de preparación de sales del ácido p-dihidroxibenceno-sulfónico, de fórmula general:



en la que R significa un ion amonio, o alcohilamonio.



1967

5 El procedimiento objeto de la presente inven-
ción consiste, esencialmente, en el tratamiento del
diacetato de p-dihidroxibenceno- con acido sulfurico
fumante a temperatura no superior a 100° C. Dicho tra-
tamiento va seguido de la eliminación del ácido acetico
10 por calefacción con alcohol etilico absoluto. El ace-
tato de etilo formado puede eliminarse por destilación
total o parcialmente si así lo requiere la naturaleza
del producto final que se desea obtener. La finalidad
fundamental perseguida por este proceso de formación
15 de acetato de etilo, además de desacetilar los hidroxilos
fenolicos que todavia lo esten, consiste en que la eli-
minación del acido acetico evita un gasto innecesario
de base en la subsiguiente fase de neutralización del
acido p-dihidroxibenceno-sulfonico y además se consigue
20 un minimo de contaminación del producto final con el
acetato de la base elegida en cada caso. La fase de
neutralización antes citada se realiza por adición len-
ta de la base sobre el producto de las operaciones arri-
ba descritas, manteniendo, mediante refrigeración, la
25 temperatura dentro de limites adecuados.

A titulo ilustrativo, se describe a continua-
ción la preparación de un especimen de la serie de com-
puestos para los que es aplicable este procedimiento.

EJEMPLO.-

30 p-DIHIROXI-BENCENO-SULFONATO DE DIETILAMONIO.-

97 grs. de diacetato de p-dihidroxibenceno,
cuidadosamente privados de humedad, se mezclan, a la tem-
peratura ambiente, con 47 grs. de oleum (20% de trioxido
de azufre) y se calienta el conjunto, en capsula abierta,
35 de modo que la temperatura se eleve progresivamente hasta

./.



los 90°-95° C en el transcurso de 15 minutos. Una vez alcanzada dicha temperatura, se mantiene durante 30 minutos, transcurridos los cuales, se añaden 240 cc de etanol absoluto y se calienta a 70-80° C durante 30 minutos.

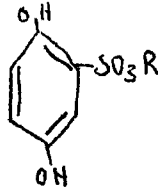
La solución resultante se enfria a 8-10° C y sobre ella se añade, gota a gota, la cantidad de dietilamina necesaria para que el pH final quede en 6,5-7. Se deja reposar con refrigeración durante 12-14 horas y los cristales depositados se escurren con la ayuda del vacío, lavandolos con mezcla agua-isopropanol 1/1, después con isopropanol puro y finalmente con eter sulfurico. Secar a 50-60° C. Los cristales obtenidos funden a 129° C. sin recristalización previa.

Del liquido filtrado, unido a los de lavado, por concentración y cristalización se obtiene una nueva porción de producto, obteniendose en total 95 gramos de p-dihidroxibenceno-sulfonato de dietilamonio.

N O T A
=====

Se reivindica como objeto de la presente invención, las siguientes reivindicaciones:

1ª Procedimiento de preparación de sales del acido p-dihidroxibenceno-sulfonico, de formula general



en la que R significa un ion amonio de alcoholamonio, caracterizado esencialmente por el hecho de que la sustancia de partida es el diacetato de p-dihidroxibenceno.

2ª Procedimiento de preparacion de sales del acido p-dihidroxibenceno-sulfonico, de acuerdo con



65 la reivindicación precedente, caracterizado esencialmente por el hecho de que el diacetato de p-dihidroxibenceno se trata con oleum con 20% de trióxido de azufre a temperatura no superior a 100° C.

70 3ª Procedimiento de preparación de sales del ácido p-dihidroxibenceno-sulfónico, de acuerdo con las reivindicaciones precedentes, caracterizado, en esencia, por el hecho de que la sulfonación va seguida de un período de calefacción a 70-80° C con alcohol etílico absoluto.

75 4ª Procedimiento de preparación de sales del ácido p-dihidroxibenceno-sulfónico, de acuerdo con las reivindicaciones precedentes, caracterizado esencialmente por el hecho de que la formación de la sal tiene lugar por adición de la base sobre la mezcla resultante de la calefacción del producto bruto de la sulfonación con alcohol etílico absoluto.

80 5ª Procedimiento de preparación de sales del ácido p-dihidroxibenceno-sulfónico, de acuerdo con las reivindicaciones precedentes caracterizado por el hecho de que la formación de sales no requiere el aislamiento y purificación previa del ácido- p-dihidroxibenceno-sulfónico.

6ª PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE SALES DEL ACIDO P-DIHIIDROXIBENCENO-SULFONICO.

Esta memoria consta de cuatro hojas foliadas y numeradas, escritas a máquina por una sola cara y a doble espacio.

Madrid, 19 de Septiembre de 1.967

VICENTE OCHOA
P.P.