

352313



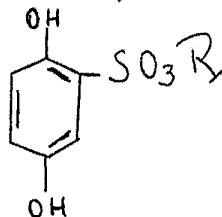
2-

M E M O R I A D E S C R I P T I V A
= = = = = = = = = =

Correspondiente a una Patente de Invención por 20 años, para todo el territorio español y territorios africanos, a favor de LABORATORIO FORTUNY, S.A., entidad española residente de PALMA DE MALLORCA, calle Pablo Piferrer, 43, por PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE SALES DEL ACIDO p-DIHIROXIBENCENO-SULFONICO.

=====
=.

La presente invención tiene por objeto un procedimiento de preparacion de sales del ácido p-di hidroxibenceno-sulfónico, de formula general



en la que R significa un ion alcoholamonio.



El procedimiento objeto de la presente invención consiste, en esencia, en hacer reaccionar la solución acuosa del ácido p-dihidroxibenceno-sulfónico, con la base correspondiente pura o en solución acuosa. Dicha reacción se realiza añadiendo la base pura o en solución acuosa, sobre la solución refrigerada y agitada del ácido p-dihidroxibenceno sulfónico. Para evitar la volatilización de la amina, la temperatura debe mantenerse dentro de límites adecuados. De esta manera se obtienen una solución acuosa de la sal del ácido p-dihidroxibenceno-sulfónico, por concentración de la cual (a baja temperatura y a presión reducida), se obtiene el producto bruto. El producto obtenido se purifica por recristalización en mezclas de agua y etanol, isopropanol o un disolvente de polaridad análoga.

Es característico del método objeto de la presente invención, que la solución acuosa del ácido p-dihidroxibenceno-sulfónico, se obtiene haciendo pasar la solución acuosa de su correspondiente sal alcalina o amónica, a través de una columna de resina cambiadora de iones que retiene el cation y suministra una solución acuosa del ácido al estado de pureza.

Al objeto de facilitar la comprensión del procedimiento, se describe a continuación un ejemplo de preparación de uno de los compuestos para los que es aplicable este procedimiento.

Ejemplo: p-DIHI-DROXIBENCENO-SULFONATO DE DIETILAMONIO.-

2,12 grs. de p-dihidroxibenceno-sulfonato sódico, disueltos en 75 cc de agua destilada, se hacen pasar a través resina intercambiadora de iones Dowex 50



40 W X 2, dispuesta en una columna de 1cm. de diámetro y
llena hasta una altura de unos 20 cm. La velocidad de
paso debe ser de aproximadamente 1 c.c por minuto. Una
vez ha pasado la solución, se lava la columna con agua
destilada hasta que los líquidos de lavado no den colo-
45 ración azul con el cloruro férrico. Estos líquidos de
lavado se unen a la solución ácida.

La solución acuosa de ácido p-dihidroxiben-
ceno-sulfónico, con un volumen de unos 100 cc, se tra-
ta en caliente con 0,5 grs. de carbón activo, se filtra
50 se enfria exteriormente con mezcla frigorífica y, bajo
intensa agitación, se añade en chorro fino la cantidad
de dietilamina suficiente para obtener un pH final de
6-6,5. Durante la adición de dietilamina, la temperatu-
ra debe mantenerse entre 15 y 20° C.

55 A continuación, la solución se transfiere a
un concentrador rotatorio y se evapora a sequedad con
ayuda del vacío, a temperatura no superior a 40-60°.
Se obtienen 2,6 grs. de p-dihidroxibenceno-sulfonato
de dietilamonio que recristalizados en alcohol absolu-
60 to, funden a 128-130°C.

Queda sobreentendido que la protección que se
recaba para la presente invención no queda limitada al
ejemplo de ejecución práctica descrito mas arriba, sino
que se extiende a todas aquellas formas esencialmente
65 equivalentes de realización del procedimiento, siempre
y cuando queden comprendidas dentro de la siguiente

N O T A
=====

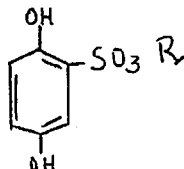
70 La Patente de Invención que se solicita, recae-
rá sobre las particularidades características de las si-
guientes



REIVINDICACIONES

2-

1ª Procedimiento de preparación de sales del ácido p-dihidroxibenceno-sulfónico, de fórmula general



en la que R significa un ion alcoholamonio, caracterizado esencialmente por ser las sustancias de partida una sal alcalina del ácido p-dihidroxibenceno-sulfónico y una alcoholamina.

80

2ª Procedimiento de preparación de sales del ácido p-dihidroxibenceno-sulfónico, de acuerdo con la reivindicación precedente, caracterizado por el hecho de que la sal sódica del ácido p-dihidroxibenceno-sulfónico es transformada en el ácido libre mediante el paso de la solución acuosa de la sal sódica a través de una resina catiónica.

85

3ª Procedimiento de preparación de sales del ácido p-dihidroxibenceno-sulfónico, de acuerdo con las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de hacer reaccionar la solución acuosa del ácido p-dihidroxibenceno-sulfónico con la correspondiente alcoholamina, a temperatura inferior al punto de ebullición de la amina.

90

4ª Procedimiento de preparación de sales del ácido p-dihidroxibenceno-sulfónico, caracterizado por el hecho de que, previamente a la reacción con la alcoholamina, la solución acuosa del ácido p-dihidroxibenceno-sulfónico, se trata en caliente con carbón activo.

95

5ª Procedimiento de preparación de sales del ácido p-dihidroxibenceno-sulfónico, de acuerdo con las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el he-

100



cho de que el producto de la reacción se aísla por concen-
tración a presión reducida y a temperatura inferior a 60°C
de la solución acuosa de p-dihidroxibenceno-sulfonato de
105 alcoholamonio.

6ª PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE SALES DEL ACI
DO p-DIHIROXIBENCENO-SULFONICO.

Todo ello tal y como se describe y reivindica en
la presente memoria descriptiva, que consta de cinco hojas
110 mecanografiadas por una sola de sus caras y debidamente nu-
meradas.

Madrid, 2 de Abril de 1.968

VICENTE OCHOA