

409127

Case 1-7874/R+2/CYL 6



F.C. 3-II-75

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

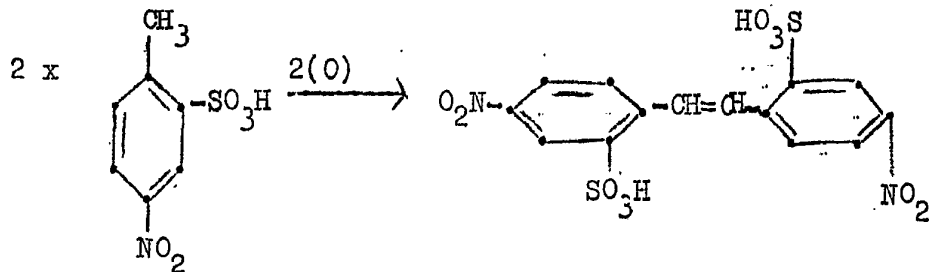
por "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE ACIDO 4,4'-DINITROESTILBEN-2,2'-DISULFONICO", a favor de la firma británica THE CLAYTON ANILINE COMPANY LIMITED, residente en Clayton, Manchester (Gran Bretaña).

Int. Cl.<sup>2</sup>: C07C //

MEMORIA DESCRIPTIVA

El ácido 4,4'-dinitroestilben-2,2'-disulfónico es un intermediario clave para la fabricación de colorantes y productos auxiliares de la industria textil. Los métodos para su fabricación industrial se encuentran bien descritos y consisten en la condensación oxidativa de 2 moles del ácido 4-nitrotoluen-2-sulfónico en condiciones alcalinas.

10.



- 2. -  
409 127



5. En calidad de agentes oxidantes para la condensación se ha descrito el oxígeno (aire) en presencia de un catalizador o solución de hipoclorito sódico (véase, por ejemplo, Kirk Othmer Encycl. of Chemical Technology, 2nd Edition, Volume 19, pp 1 et al.).

10. Existen ciertas desventajas con el empleo del licor de hipoclorito sódico como agente oxidante. Deben transportarse, manipularse y almacenarse grandes volúmenes y su actividad varía constantemente según la temperatura, el material de construcción de los tanques de almacenamiento y pequeñas cantidades de impurezas en el propio licor.

15. La inestabilidad se acentúa de modo particular durante la estación estival. Además, las grandes cantidades de NaCl, siempre presentes en los licores de hipoclorito, tienen un efecto adverso y limitan la concentración permisible de los productos intermediarios formados durante la reacción lo cual influye en la productividad.

20. La oxidación con el oxígeno o el aire normalmente es muy lenta, siendo necesarios períodos de tiempo de ciclo prolongado, aún en presencia de catalizadores.

El presente invento se refiere a un nuevo método de fabricación simplificado con el que pueden evitarse estas desventajas.

25. Según el nuevo procedimiento se oxida el ácido 4-nitrotoluen-2-sulfónico con halógenos gaseosos o líquidos, en particular cloro o bromo. Estos reactivos se encuentran disponibles en una buena y constante calidad. Debido a la mejor estabilidad y también a los volúmenes comparativamente menores requeridos, cuando se utilizan halógenos en lugar  
30. de licor de hipoclorito sódico se reducen los problemas de manipulación y almacenamiento. Una ventaja ulterior del

procedimiento según el invento radica en el empleo del ácido libre en lugar de su sal sódica.

Además, el empleo de halógenos, en particular cloro y bromo, como agentes oxidantes proporciona elevadas proporciones de reacción y esto significa aumento de la productividad, siendo sencillo el control del proceso.

5.

El método conduce también, por si mismo, a la concepción de un proceso de fabricación continuo o cíclico.

En el procedimiento del presente invento se adiciona gradualmente una solución acuosa del ácido 4-nitrotoluen-2-sulfónico, en forma de solución de ácido libre, a un medio alcalino acuoso y al propio tiempo se introduce el halógeno líquido o gaseoso. De preferencia deberá detectarse en todas partes una reducida concentración del halógeno disponible.

10.

La reacción se lleva a cabo a una temperatura inferior a la del punto de ebullición de la mezcla reaccional, de preferencia a 80 - 90°C.

15.

Después de completada la condensación oxidativa, en caso necesario, se neutraliza la solución mediante la adición de un ácido y a continuación se enfría. El producto se aísla, de preferencia, por filtración. El rendimiento puede aumentarse con la adición de sal.

20.

En un proceso alternativo de elaboración no se neutraliza la mezcla reaccional. En este caso debe continuar la adición de halógeno hasta que la mezcla se enfría hasta alcanzar una temperatura de unos 50°C.

25.

En los ejemplos que siguen las partes y los porcentajes son en peso, a menos que se indique de otro modo.

#### EJEMPLO 1

30.

Se adicionan 23,4 partes de licor de sosa cáustica

409 127

30 NOV



- al 47% (peso específico 1,5) a 108 partes de agua caliente. 11,07 partes de ácido 4-nitrotoluen-2-sulfónico al 100% (peso molecular 217) en la forma de una solución al 38%, aproximadamente, de peso/volumen, se adicionan a agua durante
5. 20 minutos, manteniendo la temperatura entre 80 y 90°C.
- Al propio tiempo se introduce gas de cloro bajo la superficie con adecuada agitación para mantener un ligero exceso constante. Se prosigue la adición de cloro (hasta un total de 4,8 partes) durante 40-60 minutos, aproximadamente, a
10. una temperatura de 80 a 90°C. De preferencia deberá detectarse en todas partes una reducida concentración del halógeno disponible.

- Luego se neutraliza la solución límpida con la adición de 3 partes de  $H_2SO_4$  al 100% (peso molecular 98)
15. en la forma de una solución del 50% aproximadamente, y a continuación se enfría. El rendimiento del producto puede aumentarse con la adición de sal. El producto se aísla por filtración y se obtienen de 8 a 8,5 parte de ácido 4,4'-dinitroestilben-2,2'-disulfónico (peso molecular 430).

20. El ejemplo anterior puede repetirse sin la adición final del ácido sulfúrico, en cuyo caso debe continuar la adición de gas de cloro durante las fases de enfriamiento hasta que se alcanza una temperatura de 50° aproximadamente. La adición de sal y el aislamiento proporciona un producto
25. de calidad y rendimiento similar al anterior.

#### EJEMPLO 2

Se adicionan 3850 partes de licor de hidróxido sódico, peso específico 1,50, a 17.800 partes de agua caliente y se ajusta la temperatura a 80-85°C.

30. Se comienza con buena agitación la adición de



- cloro líquido por debajo de la superficie y después de un minuto, aproximadamente, se adiciona, durante 15-25 minutos, una solución de 1815 partes de ácido 4-nitrotoluen-2-sulfónico al 100% (peso molecular 217) en forma de una solución de ácido libre de peso/volumen al 30-45%. Se prosigue la adición de cloro líquido manteniendo un ligero exceso.
5. De preferencia, debe detectarse en todas partes una reducida concentración del halógeno disponible. Se adicionan, durante unos 40-60 minutos un total de 770 partes de cloro líquido y se aísla el producto como en el Ejemplo 1. Se obtiene un rendimiento de 1300-1400 partes de ácido 4,4'-dinitroestilben-2,2'-disulfónico al 100% (peso molecular 430).
- 10.

### EJEMPLO 3

15. 100 partes por minuto de una solución de ácido libre al 35% de ácido 4-nitrotoluen-2-sulfónico en una corriente y 76 partes de licor de sosa cáustica al 47% diluidas con 390 partes de agua por minuto en una segunda corriente penetran en el primero de cuatro reactores agitados dispuestos en
20. forma de cascada. Los cuatro reactores tienen una capacidad total de 40.000 partes de la mezcla reaccional. Se suministra cloro a todos los reactores en proporción suficiente para mantener pequeñas concentraciones detectables del cloro disponible. Los reactores se mantienen a temperaturas comprendidas entre 80 y 90°C, de modo que la proporción total del empleo de cloro se limita a 17 partes por minuto. La masa reaccional que rebosa del cuarto reactor se neutraliza con 15 partes por minuto, aproximadamente, de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 50%, se enfría a 40°C y se dosifica sal de ácido 4,4'-dinitroestilben-2,2'-disulfónico en forma de una torta de
- 25.
- 30.

- 6 -  
409 127

30



filtro húmeda.

La intensidad del producto, calculada según el ácido libre de peso molecular 430, es de 25 a 27 partes por minuto.

= . =

5.

### REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patente inglesa nº 55 838/71 del 1 de diciembre de 1971.

10.

1.- Un procedimiento para la producción de ácido 4,4'-dinitroestilben-2,2'-disulfónico a partir del ácido 4-nitrotoluen-2-sulfónico, caracterizado porque el ácido 4-nitrotoluen-2-sulfónico se trata con halógeno líquido o gaseoso en condiciones alcalinas.

15.

2.- Un procedimiento, de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque el medio reaccional es una solución acuosa que contiene hidróxido sódico.

20.

3.- Un procedimiento, de conformidad con la reivindicación 1 y 2, caracterizado porque se utiliza cloro gaseoso o líquido.

25.

4.- Un procedimiento, de conformidad con las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo a una temperatura inferior a la del punto de ebullición de la mezcla reaccional.

30.

5.- Un procedimiento, de conformidad con las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el halógeno se introduce en la mezcla reaccional en una proporción tal que puede detectarse en toda su masa una reducida concentración del halógeno disponible.

- 7 -  
409 12730 NO



6.- Un procedimiento para la producción de ácido 4,4'-  
-dinitroestilben-2,2'-disulfónico.

Según se describe y reivindica en la presente memoria  
descriptiva que consta de siete hojas foliadas y escritas a  
máquina por una sola de sus caras.

5.

Madrid, a 30 Noviembre 1972

p. a. JAIME ISERN

p. p.

Firmado: JOSE F. NIETO

mt.