



ESPAÑA

ES	11	NUMERO ...	A1
	21	447.297	
	22	FECHA DE PRESENTACION	
		23-4-1976	

P.- 62.898

HOE 75/F 107

PATENTE DE INVENCION

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
31	NUMERO				
	P 25 18 984.8		29-4-75		R.F.A.

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			C07C/109B		

64	TITULO DE LA INVENCION
	"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE N-ACETOACETIL-2,5-DIMETOXI-4-CLOROANILIDA"

71	SOLICITANTE (S)
	HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT

	DOMICILIO DEL SOLICITANTE
	6230 Frankfurt/Main 80, República Federal Alemana

72	INVENTOR (ES)
	Emmerich Paszthory, Ernst Hille, Karl-Gerhard Seifert y Vincenz Zimmermann

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
	DON FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ

TGG.

1 La N-acetacetil-2,5-dimetoxi-4-cloroanilida es un componente de copulación para la preparación de pigmentos azoicos.

5 Se ha encontrado que puede prepararse N-acetacetil-2,5-dimetoxi-4-cloroanilida haciendo reaccionar con dicetena 2,5-dimetoxi-4-cloroanilina suspendida en agua, añadiéndose la dicetena de una sola vez precisamente al comienzo de la reacción.

10 En lo que sigue se describen formas de realización convenientes del invento:

15 La anilina sustituida es dispuesta previamente como suspensión acuosa y preferiblemente, para la aceleración de la reacción, se añade un ácido inorgánico o preferiblemente orgánico. Por 1 mol de anilina se emplean convenientemente 0,1 a 1 moles de ácido. Para la más fácil distribución de la dicetena en la mezcla de reacción puede añadirse un agente tensioactivo. Como agentes tensioactivos son apropiados emulgentes usuales, especialmente compuestos aniónicamente activos. Adicionalmente se aconseja procurar durante toda la reacción un buen y rápido mezclado a fondo de los participantes en la reacción.

20 La dicetena es empleada preferiblemente en cantidades de 1,05 a 1,5 moles por mol de anilina. Cuando no se añade nada de ácido, con el fin de lograr una suficiente velocidad de reacción, se necesita un exceso de dicetena  
25 relativamente alto; en el caso contrario, la catálisis con ácido produce una reacción suficientemente rápida, de manera que puede trabajarse con un pequeño exceso de dicetena. Si bien los participantes en la reacción no forman ninguna  
30 fase homogénea, de modo sorprendente la dicetena puede añe-

1 dirse de una sola vez precisamente al comienzo de la reacción.

La temperatura de reacción deberá encontrarse al comienzo entre aproximadamente 0 y aproximadamente 30° C, preferiblemente a aproximadamente 5° C. En el transcurso de la reacción la temperatura puede subir luego hasta aproximadamente 50° C, pero preferiblemente, mediante realización apropiada de la reacción, por ejemplo con enfriamiento, no se sobrepasa una temperatura de reacción de 30° C, ya que a temperaturas más elevadas pueden aparecer subproductos.

10 Cuando cesa la reacción, puede continuarse agitando todavía durante aproximadamente 5 horas más. Luego se filtra con succión el precipitado, se lava con agua y se seca.

15 El procedimiento según el invento permite obtener el producto del procedimiento con un rendimiento casi cuantitativo y con un grado de pureza que permite la transformación en pigmentos azoicos sin ninguna etapa de purificación.

20 En los siguientes ejemplos los datos porcentuales son porcentajes en peso.

#### Ejemplo 1

25 En un agitador rápido de 7 litros a base de acero inoxidable con agitador de hélice se mezclan con agitación 0,5 kg de 2,5-dimetoxi-4-cloroanilina (en forma de 833 g de material húmedo al 60 %) con 1 litro de agua y 5 g de emulgente (solución acuosa al 35 % de un producto de condensación a base de 3 moles de nonilfenol, 2 moles de formaldehído, 18 moles de óxido de etileno, 3 moles de ácido

30

1 maleico y 3 moles de sulfito de sodio; DF-03 2.132.405,  
Ejemplo 7). La suspensión acuosa es mezclada con 20 g de  
ácido acético glacial. Luego se agregan a la suspensión  
de una sola vez a 10° C, 350 g de dicetena al 93 %. La  
5 mezcla de reacción es bien mezclada en tal caso con el  
agitador de hélice (700 vueltas por minuto). La temperatu-  
ra sube a 30° C. Después de 2 horas el precipitado es fil-  
trado con succión, lavado con agua y secado. El rendimien-  
to es de 686 g (95 %).

10

#### Ejemplo 2

En un reactor de 500 litros de acero inoxidable  
se agitan 45,4 g de 2,5-dimetoxi-4-cloroanilina (en forma  
de 75,7 kg de un material húmedo al 60 %) con 300 litros  
15 de agua. La suspensión acuosa es enfriada a 5° C mediante  
enfriamiento con salmuera y es mezclada con 13 kg de ácido  
glacial. Luego se añaden de una sola vez 30 kg de dicetena  
al 97 %. La mezcla de reacción es bien mezclada con un  
agitador de hélice (700 vueltas por minuto), subiendo la  
20 temperatura a 25° C en el transcurso de aproximadamente  
50 minutos. Después de ello se enfría nuevamente con salmue-  
ra, de manera que la temperatura no suba por encima de 25° C.  
Se agita posteriormente durante 3 horas y a continuación  
se filtra con succión el precipitado, se lava con agua y  
25 se seca. El rendimiento es de 61,8 kg (94 %).

30

#### Ejemplo 3

En un reactor de acero inoxidable de 7,5 m<sup>3</sup> se  
agitan 533 kg de 2,5-dimetoxi-4-cloroanilina (en forma de  
711 kg de material húmedo aproximadamente al 75 %) con

30

1 3 m<sup>3</sup> de agua. Mediante enfriamiento con salmuera se enfría  
la suspensión a 3° C, se mezcla con 160 kg de ácido acético  
glacial y se añaden de una sola vez 360 kg de dicetena al  
5 bastidor (60 vueltas/minuto) y adicionalmente se bombea  
durante la reacción mediante un molino de discos dentados.  
La temperatura sube en aproximadamente 20 minutos a 15 has-  
ta 20° C, comenzando a separarse por cristalización el pro-  
ducto de la reacción. Tan pronto como la temperatura sube  
10 por encima de 20° C se enfría de nuevo, con lo cual se im-  
pide una subida de la temperatura más allá de 25° C. Des-  
pués de agitar posteriormente durante dos horas, el preci-  
pitado es separado mediante una centrífuga, y el producto  
es lavado y secado. El rendimiento es de 740 kg (96 %).

15

## REIVINDICACIONES

20 Los puntos de invención propia y nueva que se  
presentan para que sean objeto de esta solicitud de Paten-  
te de Invención en España, por VEINTE años, son los que se  
recogen en las reivindicaciones siguientes:

25 1ª.- Procedimiento para la preparación de N-ace-  
toacetil-2,5-dimetoxi-4-cloroanilida, caracterizado porque  
se hace reaccionar con dicetena 2,5-dimetoxi-4-cloroanili-  
na suspendida en agua, añadiéndose la dicetena de una sola  
vez precisamente al comienzo de la reacción.

30 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,  
caracterizado porque durante la reacción se añaden ácidos

1 inorgánicos u orgánicos.

3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque se añaden sustancias tensioactivas.

5 4ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª a 3ª, caracterizado porque durante la reacción se procura un buen y rápido mezclado a fondo de los participantes en la reacción.

10 5ª.- Procedimiento para la preparación de N-acetoacetil-2,5-dimetoxi-4-cloroanilida.

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

Esta Memoria consta de seis hojas escritas a máquina por una sola cara.

15

Madrid, 18. MAY 1976

P.A.

Fernando de Elizaburu  
Por Poder.

20

25

30