(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 325 905**

(51) Int. Cl.:
C07C 317/22 (2006.01)
C07C 315/04 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Número de solicitud europea: **00909706 .4**
(96) Fecha de presentación : **17.03.2000**
(97) Número de publicación de la solicitud: **1164129**
(97) Fecha de publicación de la solicitud: **19.12.2001**

(54) Título: **Procedimiento industrial para la producción de compuestos de difenil sulfona.**

(30) Prioridad: **23.03.1999 JP 11-78625**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
24.09.2009

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
24.09.2009

(73) Titular/es: **NIPPON SODA Co., Ltd.**
2-1, Ohtemachi 2-chome
Chiyoda-ku, Tokyo 100-8165, JP

(72) Inventor/es: **Kawabe, Toru;**
Sanpei, Syuichiro;
Hanzawa, Masayuki;
Suzuki, Yasuyuki;
Kaeriyama, Minoru y
Hidaka, Tomoya

(74) Agente: **Curell Suñol, Marcelino**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

Venta de fascículos: Oficina Española de Patentes y Marcas. Pº de la Castellana, 75 – 28071 Madrid

DESCRIPCIÓN

Procedimiento industrial para la producción de compuestos de difenil sulfona.

Campo técnico

La presente invención se refiere a un procedimiento industrial para la producción de 4-isopropoxi-4'-hidroxidifenilsulfona útil en el revelado de los leucocolorantes utilizados en los papeles de registro térmico.

Antecedentes de la técnica

En las patentes japonesas abiertas al público nº Sho 58-20493, nº Sho 58-82788, nº Sho 60-13852 y nº Sho 60-56949 se dan a conocer procedimientos de preparación de compuestos de difenil sulfona en los que 4,4'-dihidroxidifenil sulfona se hace reaccionar con un compuesto de halógeno, tal como un haluro de alquilo, en un disolvente polar, tal como dimetilformamida o alcohol, en presencia de álcali. Estos procedimientos presentan el inconveniente de la dificultad en la mejora de la selectividad de las reacciones debido a la utilización de disolventes que disuelven bien tanto los reactivos de la reacción como sus productos. Existía el problema de la producción cantidades notables de productos secundarios de derivados diéter, es decir hidroxidifenil sulfonas 4,4'-disustituidas.

El documento WO 91/11433 informó de la reacción de un mol de 4,4'-dihidroxidifenil sulfona con un haluro de alquilo en presencia de entre 1,5 y 3 moles de álcali en una proporción de entre 0,3 y 1,5 partes en peso de un disolvente acuoso por cada parte en peso de 4,4'-dihidroxidifenil sulfona produce un rendimiento selectivo satisfactorio. Sin embargo, cuando se utilizan haluros de alquilo, la reacción tarda mucho en completarse debido a su baja reactividad. Además, los yoduros de alquilo son caros. Por consiguiente, los haluros de alquilo que se pueden utilizar en la industria están prácticamente limitados a los bromuros de alquilo. Dicha patente WO informa únicamente de ejemplos de la utilización de bromuros de alquilo.

Si se realiza una alquilación utilizando un bromuro de alquilo en las condiciones de reacción anteriores, se depositan cristales a medida se produce la reacción. El interior del sistema resulta viscoso y heterogéneo, produciendo una agitación insuficiente. Por consiguiente, existe un problema de reacción incompleta.

El documento EP-A-0 465 665 da a conocer un procedimiento destinado a la producción de compuestos de difenilsulfona haciendo reaccionar 4,4'-dihidroxidifenil sulfona con un haluro de alquilo tal como bromuro de n-propilo y bromuro de isopropilo.

El documento JP-A-60-0569494 da a conocer un procedimiento destinado a producir hidroxi-4'-hidroxidifenil sulfona 4-sustituida obtenida mediante la reacción de 4,4'-bishidroxififenil sulfona con un haluro de alquilo tal como el bromuro de isopropilo y el bromuro de n-butilo.

El compuesto útil como revelador para leucocolorantes que se utilizan en papeles de registro térmico se produce típicamente utilizando bromuro de isopropilo, que es difícil de producir domésticamente. Por consiguiente es difícil de conseguir la materia prima de forma estable.

Un objetivo de la presente invención consiste en proporcionar un procedimiento para la producción de 4-isopropoxi-4'-hidroxidifenil sulfona mediante la utilización de agentes alquilantes proporcionados de manera estable, en lugar de bromuro de alquilo, con productividad, eficacia económica y seguridad.

Exposición de la invención

Se estudiaron múltiples alquilaciones, tales como las que utilizan sulfatos de alquilo, mediante la adición de hidrocarburos insaturados y la utilización de cloruros de alquilo o yoduros de alquilo. Como consecuencia, se descubrió que la utilización de yoduros de alquilo y similares podría acortar considerablemente los tiempos de producción y que la mayoría de los yoduros de alquilo y similares utilizados en las reacciones se podían recuperar como sales de yoduros inorgánicos. En el procedimiento de producción se incorpora una etapa de recuperación de yodo en la que el yodo se recupera del agua residual de la fabricación que comprende las sales y se hace reaccionar con alcohol con el fin de autorreproducir un yoduro de alquilo o similar. A continuación, el yodo se recupera por completo para su reutilización. El procedimiento es de una productividad y una eficacia económica superiores a los de la técnica anterior. Por lo tanto, se ha conseguido la presente invención.

La presente invención se refiere a un procedimiento destinado a la producción de 4-isopropoxi-4'-hidroxidifenil sulfona que comprende las etapas que consisten en hacer reaccionar 4,4'-dihidroxidifenil sulfona con yoduro de isopropilo a presión normal en presencia de una base y agua utilizada como disolvente a una temperatura de reacción comprendida entre 70 y 90ºC.

Se dan a conocer otras formas de realización de la presente invención en las reivindicaciones subordinadas.

En la presente invención, se utilizan preferentemente entre 0,8 y 2 equivalentes de yoduro de isopropilo, o más preferentemente entre 1,0 y 1,6 equivalentes por equivalente de 4,4'-dihidroxidifenil sulfona.

Generalmente, los yoduros de alquilo y similares resultan más reactivos que los bromuros de alquilo y similares, de modo que la selectividad no es buena. Por ejemplo, se reducen las velocidades de producción de productos de monoalquilo y dialquilo de 4,4'-difenil sulfona. Los inventores de la presente invención, sin embargo, descubrieron que si se utilizaba agua como disolvente de la reacción, no se deterioraba la selectividad, debido a que la solubilidad de los yoduros de alquilo y similares en el agua es inferior a la de los bromuros de alquilo y similares (por ejemplo, la solubilidad del bromuro de isopropilo es 0,381 g/100 g agua, y la del yoduro de isopropilo es 0,139 g/100 g de agua).

Tal como se describió anteriormente, la solubilidad de los bromuros de alquilo y similares en agua es superior a la de los yoduros de alquilo y similares. Por consiguiente, existe el problema de que los bromuros de alquilo y similares son susceptibles de hidrólisis por bases que no forman sales con 4,4'-dihidroxidifenil sulfona. Por lo tanto es necesario utilizar cantidades considerablemente excesivas de bromuros de alquilo y similares y bases con el fin de incrementar la velocidad de conversión de la reacción. En el caso de los yoduros de alquilo y similares, que son menos solubles en agua y más reactivos, las velocidades de conversión de la reacción se pueden mejorar hasta el 95% desde el 70% de la técnica anterior, mediante la utilización de solamente 1,5 equivalentes.

Los yoduros de alquilo y similares son más reactivos y tiene puntos de ebullición superiores a los de los bromuros de alquilo y similares, de modo que las temperaturas de reacción se pueden elevar a presión normal sin utilizar aparatos especiales. Por lo tanto, la eficacia de reacción mejora y las reacciones se completan en tiempos inferiores que cuando se utilizan bromuros de alquilo y similares. Por ejemplo, la reacción se completa en aproximadamente 8 horas cuando se realiza utilizando 1,07 equivalentes de yoduro de isopropilo por 4,4'-dihidroxidifenil sulfona a 70ºC. Sin embargo, la misma reacción pero utilizando bromuro de isopropilo no finaliza por completo en incluso 16 horas, el doble de tiempo. Una alquilación utilizando yoduro de isopropilo a una temperatura de reacción de 90ºC se completa en aproximadamente 4 horas. En comparación, es posible realizar una reacción con bromuro de isopropilo a una temperatura de reacción de 90ºC a menos que se utilice un aparato especial. Las reacciones que utilizan yoduro de isopropilo se pueden realizar a temperaturas por encima de los puntos de ebullición de los yoduros de alquilo y similares, si se utilizan aparatos de reacción especiales para reacciones a presión y otros casos. La eficiencia de las reacciones mejora en términos del acortamiento de los tiempos de reacción y similares. Esto, sin embargo, no resulta preferido para el uso industrial.

Los ejemplos de bases que se utilizan como agentes eliminadores de ácidos comprenden hidróxidos de metales alcalinos tales como el hidróxido sódico y el hidróxido potásico; hidróxidos de metales alcalinotérreos tales como el hidróxido de magnesio y el hidróxido de calcio; o carbonatos de metales alcalinos tales como el carbonato sódico y el carbonato potásico. Los hidróxidos de metales alcalinos son particularmente preferidos.

La utilización de una cantidad de base produce una gran influencia en la selectividad de la reacción, junto con la utilización de una cantidad de agua como disolvente de la reacción: es favorable utilizar entre 2 y 4 moles, preferentemente entre 2,2 y 3,2 moles, de una base por cada mol de 4,4'-dihidroxidifenil sulfona, y una cantidad de agua suficiente para alcanzar una concentración de base comprendida entre el 20 y el 50% en peso, preferentemente entre el 30 y el 35% en peso con el fin de mejorar la selectividad de la reacción. Las sales dialquílicas de 4,4'-dihidroxidifenil sulfona son muy solubles en agua, pero las sales monoalcalinas de 4,4'-dihidroxidifenil sulfotas son menos solubles en agua. Por consiguiente, a medida que procede la reacción, se depositan sales metálicas monosustituidas de los productos de modo tal que los productos monosustituidos se obtienen selectivamente. Debido a esto, es favorable utilizar 2 equivalentes o más de una base por cada 4,4'-dihidroxidifenil sulfona al principio de la reacción y, cuando está caliente, una cantidad de agua suficiente para alcanzar una concentración de base del 20% en peso o más y para disolver las sales dialcalinas solamente. Si la concentración de álcali es inferior al 20% en peso, se reduce la selectividad debido a que se disuelven las sales monoalcalinas de los productos. Por otra parte, la viscosidad de la disolución de reacción se eleva en el caso de 50% en peso o más, lo que ocasiona dificultades.

Según los procedimientos de la presente invención, el yodo de los yoduros de alquilo y similares utilizados se recupera casi por completo como sales después de la reacción. Resulta posible recuperar el yodo del agua residual que comprende las sales.

La etapa de recuperación de yodo comprende la recuperación de yodo de los yoduros del agua residual descargada con el compuesto de difenil sulfona, y la producción de un yoduro de alquilo o similar por reacción del yodo recuperado con un alcohol correspondiente a un yoduro de alquilo o similar para ser utilizado en la reacción. Además, es conveniente presentar otra etapa de recuperación de yodo del agua residual cuando se produce el yoduro de alquilo o similar y reutilizarlo para la producción de un yoduro de alquilo.

Los ejemplos de etapas de recuperación de yodo se describen a continuación: Inicialmente, se alquila 4,4'-dihidroxidifenil sulfona con yoduro de alquilo en presencia de una base; una vez completa la reacción se separa por filtración una pequeña cantidad de productos dialquilo producidos; se ajusta el pH del filtrado con un ácido; se añade un disolvente orgánico, tal como tolueno, que disuelve el producto diana; y la disolución resultante se separa en una capa orgánica que comprende el compuesto diana y una fases acuosa que comprende una sal sódica de la 4,4'-dihidroxidifenil sulfona no reaccionada y yoduros de la base.

A continuación el pH de la capa acuosa se ajusta con el fin de recuperar 4,4'-dihidroxifenil sulfona no reaccionada. No existen restricciones particulares sobre el intervalo de ajuste del pH, si está en la zona ácida. Sin embargo, resulta preferido mantenerse en un intervalo entre pH 0,5 y 4,0, particularmente entre pH 2,0 y pH 3,0, considerando la

siguiente etapa de recuperación de yodo. No existe restricción particular sobre el ácido utilizado. Los preferidos comprenden ácidos minerales tales como ácido clorhídrico y ácido sulfúrico. Una vez eliminados todos los componentes orgánicos tal como se describió anteriormente, se libera el yodo de la fase acuosa. Los ejemplos de procedimientos de liberación comprenden oxidación con agentes oxidantes y electrólisis directa. Desde el punto de vista del equipamiento y coste, resulta preferida la oxidación con agentes oxidantes.

Los ejemplos de agentes oxidantes que se pueden utilizar comprenden, cloro, ácido hipocloroso y sus sales, peróxido de hidrógeno u oxígeno. El cloro es particularmente preferido cuando se considera el tratamiento del agua residual y el coste. La cantidad de agente oxidante que es deseable utilizar está comprendida entre 1 y 1,5 veces, preferentemente entre 1,0 y 1,3 veces la de yodo en proporciones molares. Es deseable, antes de la adición del agente oxidante, añadir un ácido, tal como ácido clorhídrico o ácido sulfúrico, con el fin de ajustar la disolución a un pH comprendido entre 0,5 y 3,0, preferentemente entre 1,0 y 2,0.

Los tratamientos conocidos en la materia destinados a recuperar el yodo del agua que comprende el yodo liberado comprenden la utilización de soplado, resinas de intercambio iónico, cobre, carbón activado fundido a presión. Se puede utilizar uno cualquiera de ellos. El procedimiento de fundido a presión resulta preferido considerando que en las reacciones, la mayoría de los compuestos orgánicos e impurezas se elimina en la etapa inmediata y que se obtiene yodo de gran calidad utilizando un equipamiento relativamente simple.

Con mayor detalle, por ejemplo, el yodo liberado se separa del agua mediante un separador centrífugo de tipo ciclón, a continuación se calienta a entre 130 y 150ºC a presión para fundirlo y se enfría para solidificarlo o producir escamas, cristales sublimados, bloques, polvo o gránulos. Para obtener yodo esférico, que es menos sublimable y más manipulable, resulta preferido hacer fluir el fundido a través de una tobera inyectora de diámetro fino a una velocidad constante y enfriarlo al vuelo con gas refrigerante con el fin de solidificarlo.

Los procedimientos conocidos para la preparación de yoduros de alquilo y similares con yodo comprenden el procedimiento de utilizar hidrógeno, yodo y metanol como materias primas en presencia de un catalizador de rodio, iridio o rutenio; la reacción de un metal del Grupo Ia, IIa, IIIa, Ib, IIb o IVb de la Tabla Periódica, yodo y un alcohol o similar a entre 15 y 150ºC y a entre 1 y 50 atmósferas; y un procedimiento que utiliza alcohol, yodo y fósforo rojo. Resulta preferida la utilización del procedimiento que utiliza fósforo rojo cuando se tiene en cuenta el equipamiento para la reacción y el coste.

Con mayor detalle, por ejemplo, un yoduro de alquilo se puede sintetizar suspendiendo fósforo rojo en un alcohol, dejando caer yodo a la vez que se calienta y destilando el producto de la disolución de reacción. A escala industrial, el yoduro de alquilo se puede preparar mediante el vertido fósforo rojo suspendido en un alcohol sobre una disolución de yodo en un alcohol. Se puede utilizar tanto fósforo rojo anhidro como fósforo rojo hidratado. El último resulta preferido por motivos de seguridad. Se utiliza fósforo rojo con una proporción de agua a fósforo de entre el 10 y el 40% por mol, preferentemente entre el 10 y el 30% por mol.

El disolvente de la reacción es generalmente un alcohol que se convierte en el sustrato de la reacción. Es posible mezclarlo con agua. Resulta preferido realizar la reacción en presencia de agua, particularmente con el fin de evitar que la reacción se descontrole. Se utiliza una cantidad de agua comprendida entre 5 y 20 ml/mol, preferentemente entre 10 y 15 ml/mol, con base en la cantidad de yodo utilizada. Si es inferior a 5 ml/mol, no se produce efecto. Si se utiliza más de 20 ml/mol, se detiene la reacción. No existen restricciones particulares sobre la cantidad de agua utilizada para suspender el fósforo rojo, si el fósforo rojo está lo suficientemente suspendido en agua dentro del intervalo que no impida su caída. Generalmente es suficiente utilizar un peso de agua aproximadamente igual al de fósforo.

En esta reacción, yodo (I_2), fósforo y alcohol reaccionan en una proporción molar de 3:2:6. Sin embargo, resulta preferido utilizar entre 1 y 1,5 moles de alcohol y entre 0,2 y 0,3 moles de fósforo rojo por cada mol de yodo, cuando se considera la eficacia de reacción y el yodo presente en el agua residual y que se reutiliza en la etapa de recuperación.

La reacción se realiza mediante un procedimiento de adición de yodo a un alcohol en fósforo rojo o añadiendo fósforo a un alcohol y yoduro, a la temperatura aproximada del punto de ebullición del alcohol. La reacción se realiza exotérmicamente simultáneamente a la adición. Por consiguiente, se hace difícil controlar la reacción si la velocidad de adición es demasiado rápida. Es necesario mantener una velocidad de reacción adecuada.

El yoduro de alquilo diana o similar se puede aislar de la disolución de reacción mediante destilación después de que se ha completado la reacción. También se puede aislar mediante destilación al vapor. Particularmente cuando se recupera además el yodo del residuo en el recipiente después de la destilación, es conveniente que los compuestos de fósforo-yodo y similares que comprende se encuentren suficientemente hidrolizados. La destilación al vapor resulta preferida cuando se considera la etapa de recuperación.

La 4,4'-dihidroxidifenil sulfona que se ha de recuperar en una etapa posterior de tratamiento, el alcohol que se produce y recupera en la reacción y el yoduro de alquilo regenerado o similar se utilizan de nuevo como parte o la totalidad de la materia prima de la reacción. Se pueden reutilizar sin problemas de rendimiento de reacción o calidad de los productos. Se pueden preparar productos de igual calidad cuando los compuestos de Formula (II) se sintetizan con bromuros de alquilo o con yoduros de alquilo y similares y se incluye una etapa de recuperación. La última es

más ventajosa en términos de coste y productividad. Ha sido posible utilizar yoduros de alquilo y materiales similares como materiales alternativos para los bromuros de alquilo y similares.

Mejores modos de poner en práctica la invención

La presente invención se describe con mayor detalle haciendo referencia a los ejemplos, que se proporcionan a título no limitativo.

Ejemplo 1

Se dispusieron 26,0 g (0,624 moles) de NaOH de 96% pureza y 49,4 g de agua en un frasco de cuatro cuellos de 1.000 ml, y se disolvió a temperatura ambiente. A la disolución resultante se le añadieron 60 g (0,24 moles) de 4,4'-dihidroxidifenil sulfona (a la que se hace en adelante referencia como BPS) y se disolvió con agitación a 100ºC durante 30 minutos. La temperatura interna se enfrió a 70ºC. Se añadieron durante una hora 43,7 g (0,258 moles) de yoduro de isopropilo y se realizó la reacción durante 10 horas a una temperatura interna de 70ºC. Una fracción de la disolución de reacción se extrajo a las 8 horas del inicio de la reacción y se analizó cuantitativamente por HPLC para descubrir que se había producido 4-isopropoxi-4'-hidroxidifenil sulfona con un rendimiento del 72%.

Una vez completada la reacción, se diluyó la disolución de reacción con 100 g de agua caliente a 50ºC y a continuación se enfrió a temperatura ambiente. Se añadieron 600 ml de metanol para disolver completamente los productos de reacción. La disolución de reacción diluida se analizó cuantitativamente por HPLC. Los resultados demostraron que la velocidad de producción del compuesto diana 4-isopropoxi-4'-hidroxidifenil sulfona fue del 75,1% (con base en la cantidad de BPS) y que se produjo un 2,2% (basado en la cantidad de BPS) de 4,4'-diisopropoxidifenil sulfona, un producto secundario. La proporción restante de BPS, una materia prima, fue del 22,7%.

Ejemplo 2

Se colocó en un frasco la misma cantidad de NaOH, agua y BPS que en el Ejemplo 1, pero se añadió 61,2 g (0,36 mol) de yoduro de isopropilo. La reacción se realizó a 70ºC durante 20 horas. Se extrajo una parte de la reacción a las 8 horas y a las 14 horas tras el inicio de la reacción y se analizó cuantitativamente por HPLC. Los resultados demostraron que se produjo 4-isopropoxi-4'-hidroxidifenil sulfona con rendimientos del 73% y 85% respectivamente.

Una vez completada la reacción, la disolución de reacción se trató como en el Ejemplo 1. La disolución de reacción diluida se analizó por HPLC. Los resultados demostraron que el rendimiento de producto diana, 4-isopropoxi-4'-hidroxidifenil sulfona, fue del 89,8% (basado en a la cantidad de BPS) y el del producto secundario di-sustituido fue del 4,8% (basado en la cantidad de BPS). La proporción restante de BPS, un producto inicial, fue del 5,4%.

Ejemplo 3

Se colocó en un frasco la misma cantidad de NaOH, agua, BPS y yoduro de isopropilo que en el Ejemplo 1, pero la reacción se realizó a 90ºC durante 4 horas. Una fracción de la disolución de reacción se extrajo a las 3 horas tras el inicio de la reacción y se analizó por HPLC. Se produjo 4-isopropoxi-4'-hidroxidifenil sulfona con un rendimiento del 80%.

Tras completar la reacción, se trató la disolución de reacción como en el Ejemplo 1, analizándose la disolución de reacción diluida cuantitativamente por HPLC. Los resultados demostraron que el rendimiento de la producción del compuesto diana 4-isopropoxi-4'-hidroxidifenil sulfona fue del 82,0% (basado en la cantidad de BPS) y que el del producto secundario disustituido fue del 5,0% (basado en la cantidad de BPS). La proporción remanente de BPS, una materia prima, fue del 13,0%.

Ejemplo 4

Se colocaron 26,0 g (0,624 mol) de NaOH del 96% pureza y 49,4 g de agua en un frasco de 4 cuellos de 1.000 ml del que se podía extraer líquido del fondo y se disolvió a temperatura ambiente. A la disolución restante se le añadieron 60 g (0,24 mol) de BPS y se agitó para disolver a 100ºC durante 30 minutos. La temperatura interna se enfrió a 70ºC. Se añadieron 43,7 g (0,258 mol) de yoduro de isopropilo durante una hora y se hicieron reaccionar a una temperatura interna de 70ºC durante 10 horas.

Una vez completada la reacción, la disolución de reacción se diluyó con 110 g de agua caliente a 70ºC y se añadieron 350 ml de tolueno. La disolución resultante se ajustó a un pH comprendido entre 8,0 y 9,0 con ácido sulfúrico diluido. Se separó la fase acuosa y se denominó Fase Acuosa 1. Se añadieron 100 g adicionales de agua caliente a 70ºC a la disolución de reacción restante y se ajustó el pH a un valor de entre 8,0 y 9,0 con ácido sulfúrico diluido. La fase acuosa se extrajo y se denominó Fase Acuosa 2. La fase de tolueno se lavó con 100 g de agua caliente a 70ºC, se separó y se enfrió para producir cristales.

Los cristales se filtraron, se lavaron con tolueno y se secaron para producir 49 g de compuesto diana, 4-isopropoxi-4'hidroxidifenil sulfona. Su pureza fue del 99,2% (en relación con la proporción relativa de área en HPLC) y el rendimiento fue del 70% (sobre la base de la cantidad de BPS).

Aproximadamente 300 g de las fases acuosas 1 y 2 se ajustaron a pH 3 con ácido sulfúrico diluido. La BPS depositada no reaccionada se filtró y se lavó con agua para la recuperación. Se recuperaron 15,3 g. La proporción recuperada fue del 25,5% (sobre la base de la cantidad de BPS).

La cantidad de yodo en el filtrado se midió por titulación. El filtrado contuvo el 99% del yodo utilizado en la reacción.

El filtrado se ajustó a pH 1 con ácido clorhídrico diluido. Se hicieron pasar 22 g (0,31 mol) de gas de cloro con el fin de liberar yodo. La disolución de reacción se separó en una fase de yodo y una fase acuosa mediante un separador centrífugo tipo ciclón. La titulación demostró que la fase acuosa separada comprendió yodo en una proporción comprendida entre 1.000 y 1.300 ppm. Además se hizo pasar nitrógeno gas y se enfrió con el fin de recuperar más yodo, hasta que la cantidad de yodo en la fase acuosa estuvo por debajo del límite de detección. El yodo separado se calentó a 130ºC para fundirlo en un recipiente de fusión a presión y se enfrió para producir 31 g de yodo muy puro. El rendimiento de la recuperación fue del 97%.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción de 4-isopropoxi-4'-hidroxidifenil sulfona que comprende las etapas que consisten en:

hacer reaccionar 4,4'-dihidroxidifenil sulfona con yoduro de isopropilo a presión habitual en presencia de una base y agua utilizada como disolvente a una temperatura de reacción de 70 a 90ºC.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que se utilizan de 0,8 a 2 moles de yoduro de isopropilo y de 2 a 4 moles de una base por un mol de 4,4'-dihidroxidifenil sulfona, y se realiza la concentración de la base de 20 a 50% en peso con agua utilizada como disolvente.

3. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el tiempo de reacción es de 4 a 15 horas.