

149121



149121

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

a favor de los

Sres. Dr. José ANDREU MIRALLES y Dr. Juan ANDREU MIRALLES
ambos farmacéuticos y domiciliados en BARCELONA.

por:

"Perfeccionamientos en la obtención de la p-aminobencenosulfamida"

----- : -----

M e m o r i a d e s c r i p t i v a .

El procedimiento clásico para la obtención de la p-aminobencenosulfamida, debido a Schwarz y Gelmo parte del acetilsulfanilato de sosa y se funda en el tratamiento de este producto por pentacloruro de fósforo para obtener cloruro del ácido acetilsulfanílico el cual una vez disuelto en éter, se trata con amoníaco acuoso. Este procedimiento tiene muchos inconvenientes debidos a que el acetilsulfanilato de sosa es un producto de obtención muy complicada y a la necesidad de disolver en éter el cloruro del ácido acetilsulfanílico.

Ultimamente se emplea otro procedimiento más cómodo que se funda en el tratamiento de las anilidas, ordinariamente la acetanilida, por el ácido clorosulfónico para



15 obtener el cloruro del ácido acetilsulfanilico el cual reac-
cionando con amoniaco se transforma en acetilsulfanilamida
que luego se hidroliza por ebullición con ácido clorhídrico
de densidad 1.10 para separar el grupo acetilo.

20 Este procedimiento es mas practicable que el pro-
cedimiento de Schwarz y Gelmo, pero no resulta todavia satis-
factorio en su forma actual, porque es de muy bajo rendimien-
to y porque la hidrolisis de la acetil-sulfanilamida en medio
ácido es extraordinariamente molesta.

25 Los perfeccionamientos objeto de esta patente tie-
nen por objeto evitar estos inconvenientes y permiten obtener
con relativa facilidad un producto completamente puro y con
un buen rendimiento.

Según el perfeccionamiento perfeccionado de esta
patente se procede del modo siguiente:

30 Se hacen reaccionar 3,2 partes de acetanilida con
8 partes de ácido clorosulfónico. La operación se efectúa
en un recipiente apropiado y provisto de un mecanismo de agi-
tación, en el cual se introduce el ácido clorosulfónico y
luego, mientras se vá agitando, se añade lentamente la aceta-
nilida, de manera que la reacción se efectúe a la temperatura
35 lo más baja posible y sin que haya nunca una cantidad apre-
ciable de acetanilida sin reaccionar. De esta manera se au-
menta el rendimiento de la operación y se evita la formación
de gran cantidad de sulfonas inútiles.

40 Terminada la reacción, se procede a descomponer el
exceso de ácido clorosulfónico que se ha empleado en la reac-
ción para lo cual se vierte el producto en un recipiente que
contiene hielo machacado y que además está enfriado exterior-
mente por medio de una mezcla frigorífica o de cualquier otra
manera apropiada, con objeto de que la temperatura de la masa
45 no se eleve a más de 15° y terminada la descomposición del
ácido clorosulfónico libre, se filtra el producto, se escurre
y se lava lo más perfectamente posible.

Se obtiene de esta manera el cloruro del ácido



149121₃ - 149121

50 acetilsulfanílico, el cual sin necesidad de disolverlo en
éster se hace reaccionar con amoniaco acuoso, en una vasija
enfriada exteriormente, al objeto de evitar que la tempera-
tura se eleve, lo que daría como resultado la formación de
ácido sulfanílico como impureza. Como producto de esta reac-
ción, se obtiene la acetil-sulfanilamida la cual se escurre,
55 lava y seca convenientemente.

Hecho esto, se hidroliza la acetil-sulfanilamida
con objeto de separar el grupo acetilo y obtener así la
p-aminobencenosulfamida la cual luego se recristaliza hasta
obtenerla en estado de absoluta pureza.

60 La hidrolisis de la acetil-sulfanilamida puede
efectuarse por cualquier procedimiento apropiado, ya sea por
el antiguo procedimiento ya conocido, de ebullición con ácido
clorhídrico de densidad 1,10 o ya preferiblemente por el pro-
cedimiento de hidrolisis por medio de un álcali, que es obje-
65 to de otra patente de invención de los mismos solicitantes.

N O T A

Se reivindica como objeto de esta patente:

1) En el procedimiento de obtención de la p-amino-
bencenosulfamida partiendo de la acetanilida, el perfecciona-
70 miento consistente en efectuar el tratamiento de la acetani-
lida por el ácido clorosulfónico, introduciendo la cantidad
necesaria de ácido clorosulfónico en un recipiente provisto
de agitador y añadiendo lentamente la proporción necesaria de
acetanilida, de manera que la reacción se efectúe a temperatu-
75 ra lo más baja posible y sin que nunca haya cantidad aprecia-
ble de acetanilida sin reaccionar.

2) En el procedimiento consignado en la reivindi-
cación anterior, la descomposición del exceso de ácido cloro-
sulfónico empleado en la reacción, vertiendo el producto en un
80 recipiente que contiene hielo machacado y está enfriado exte-
riormente para que la temperatura de la masa no se eleve a
más de 15°.



149121

149121

- 4 -

3) En el procedimiento consignado en las reivindicaciones anteriores, la obtención de la acetil-sulfanilamida por reacción directa del cloruro del ácido acetil-sulfanilico con amoniaco, sin disolverlo previamente en éter.

4) Perfeccionamientos en la obtención de la p-aminobencenosulfamida.

Barcelona 19 de Febrero de 1940.

P. A.

JOSE M.^a BOLIBAN

P. P.