

PATENTE ESPAÑOLA

MEMORIA

153335

descriptiva sobre "Procedimiento de obtención de ácidos 5-pirazolon-4-sulfónicos"

POR

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft

DE

Frankfurt a/Main

ALEMANIA

PATENTE DE INVENCIÓN

Lev. 2440
153235

153235



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para la obtención de ácidos 5-pirazolón-4-sulfónicos".

Solicitantes: I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft,
domiciliados en Frankfurt a/Main, Alemania.

Mediante reacción de la cuádruple hasta quintuple cantidad de ácido sulfúrico concentrado a 200-220° C., o mejor de la cuádruple cantidad de ácido sulfúrico fumante (30% de anhídrido), a la temperatura del baño de agua, sobre fenil-metilo-pirazolona, se forma un ácido monosulfónico de la misma (C. Möllendorff, Anales de la Deutsche Chemische Gesellschaft, año 25, pág.1941). El compuesto aislado es la 1-(4'-sulfurenil)-3-metilo-5-pirazolona.

10. Ahora bien, se ha descubierto que se obtienen sorprendentemente ácidos 5-pirazolón-4-sulfónicos con buen rendimiento, si se hace reaccionar sobre 5-pirazolonas, ácido sulfúrico fumante a temperaturas elevadas, adecuadas para la pirazolona^{de} que se trata en cada caso, elaborando la mezcla de sulfonación a bajas temperaturas. Que se
15. presentan en este caso realmente los ácidos 4-sulfónicos,

153235



- se puede comprobar de un modo cómodo por el hecho de que, por un lado, los ácidos sulfónicos así obtenidos no forman con soluciones diazóticas débiles (como por ejemplo diazobenzol) ningún colorante, y por otra parte porque los productos obtenidos por saponificación de los ácidos sulfónicos formados con ácidos minerales, resultan idénticos con los productos iniciales y por tanto susceptibles de copulación. Este descubrimiento no ha podido preverse. Representa en la sencillez de su reacción un gran progreso técnico en la obtención de los ácidos 5-pirazolon-4-sulfónicos que son valiosos productos intermedios.

EJEMPLO 1.

- 9,8 partes en peso de 3-metilo-5-pirazolona se introducen, enfriando, en 40 partes en peso de ácido sulfúrico fumante de 30% de contenido en anhídrido, calentando durante unas 3 horas a 50-55° C. Se vierte la mezcla de sulfonación sobre hielo y se aspira el ácido 3-metilo-5-pirazolon-4-sulfónico que se precipita.

EJEMPLO 2.

- 17,4 partes en peso de 1-fenil-3-metilo-5-pirazolona se introducen, enfriando, en 70 partes en peso de ácido sulfúrico fumante de 20% de contenido en anhídrido. La solución así obtenida se calienta a 50-55° C. durante tanto tiempo hasta que una prueba alcalina por sosa no forme ya con solución de diazobenzol ningún colorante. Este punto se alcanza al cabo de unas 3 horas. Se introduce la mezcla de sulfonación en hielo. La solución resultante de reacción ácida al ácido sulfúrico se neutraliza con lejía de sosa cáustica, enfriando bien y se evapora, precipitándose la sal sódica fácilmente soluble del ácido 1-fenil-3-metilo-5-pirazolon-4-sulfónico con buen rendimiento.

- En cambio, si se realiza la sulfonación de la 1-fenil-3-metilo-5-pirazolona a la temperatura del baño de agua, mediante ácido sulfúrico fumante de 30% de contenido en anhídrido, se obtiene el ácido 1-(4'-sulfófenil)-3-metilo-5-pirazolon-4-sulfónico.

153235



EJEMPLO 3.

55. 21,9 partes en peso de 1-(4'-nitrofenil)-3-metilo-5-pirazolona se introducen, enfriando, en 90 partes en peso de ácido sulfúrico fumante de 20% de contenido en anhídrido. La solución así obtenida se calienta durante unas 3 horas a 85° C. Entonces, una prueba alcalina por sosa no forma ya con solución de diazobenzol ningún colorante. Se vierte la mezcla de sulfonación sobre hielo, se separan algunas impurezas mediante filtración de la solución de reacción ácida al ácido sulfúrico y, enfriando bien, se ajusta claramente alcalino con lejía de sosa cáustica. De la solución alcalina se precipita la sal sódica del ácido 1-(4'-nitrofenil)-3-metilo-5-pirazolona-4-sulfónica con buen rendimiento, mediante adición de cloruro sódico.
- 60.
65. Si en lugar de la 1-(4'-nitrofenil)-3-metilo-5-pirazolona se emplea la 1-(3'-nitrofenil)-3-metilo-5-pirazolona, y en lugar del ácido sulfúrico fumante de 20% de contenido en anhídrido uno de 30% anhídrido, se obtiene en la misma forma la sal sódica del ácido 1-(3'-nitrofenil)-3-metilo-5-pirazolon-4-sulfónico.
- 70.

EJEMPLO 4.

75. 24,9 partes en peso de ácido 1-(3'-nitrofenil)-5-pirazolon-3-carboxílico se introducen, enfriando, en 100 partes en peso de ácido sulfúrico fumante de 30% de contenido en anhídrido, calentando durante tanto tiempo a 85° C., hasta que una prueba alcalina por sosa no forme ya con solución de diazobenzol ningún colorante. Se vierte la mezcla de sulfonación sobre hielo y se aspira el ácido 1-(3'-nitrofenil)-5-pirazolon-3-carboxílico-4-sulfónico.

80. EJEMPLO 5.

85. 22,6 partes en peso del cloruro de la 1-(4'-aminofenil)-3-metilo-5-pirazolona se introducen en 100 partes en peso de ácido sulfúrico fumante de 20% de contenido en anhídrido, calentando durante unas 4 horas a la temperatura del baño de agua hasta la terminación de la

153235¹⁵³²³⁵
-4-



sulfonación. La mezcla de sulfonación se vierte sobre un mínimo posible de hielo. Después de bastante tiempo se precipita el sulfato del ácido 1-(4'-aminofenil)-3-metilo-5-pirazolon-4-sulfónico.

90. Si en lugar del cloruro de la 1-(4'-aminofenil)-3-metilo-5-pirazolona se emplea el cloruro de la 1-(3'-aminofenil)-3-metilo-5-pirazolona, o bien el ácido 1-(3'-aminofenil)-5-pirazolon-3-carboxílico, y en lugar del ácido sulfúrico fumante de 20% de contenido en anhídrido uno del 30% , se obtiene en la misma forma el ácido 1-(3'-aminofenil)-3-metilo-5-pirazolon-4-sulfónico, respectivamente el ácido 1-(3'-aminofenil)-5-pirazolon-3-carboxílico-4-sulfónico.

N O T A

100. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no altere su principio fundamental. También se hace constar que dicho invento corresponde a una patente alemana presentada con fecha 9 de junio de 1939, bajo el número J 64 798 IVc/12 p, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita patente de invención, por veinte años en España: "Procedimiento para la obtención de ácidos 5-pirazolon-4-sulfónicos" ; caracterizado porque se somete 5-pirazolonas a elevadas temperaturas a un tratamiento con ácido sulfúrico fumante, elaborando la mezcla de sulfonación a temperaturas bajas.
105. "Procedimiento para la obtención de ácidos 5-pirazolon-4-sulfónicos"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria , que consta de cuatro hojas escritas por una sola cara.
115. "Procedimiento para la obtención de ácidos 5-pirazolon-4-sulfónicos"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria , que consta de cuatro hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 17 de junio de 1941.

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft.

153235

Por poder de J. GÓMEZ ACERCA