

PATENTE ESPAÑOLA

MEMORIA *Impreso*

descriptiva sobre "Procedimiento para la obtención de Lacilamino-  
arilo-5-pirazolonas".

POR

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft

DE

Frankfurt a/Main

Alemania

153238

PATENTE DE INVENCIÓN

Lev. 2640

153236



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para la obtención de l-acilamino-arilo-  
"5-pirazolonas".

\*\*\*\*\*

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

\*\*\*\*\*

- En la solicitud de patente alemana J 64.790 se describe un procedimiento para la obtención de productos de condensación de ácidos l-aminoarilo-5-pirazolon-4-sulfónicos. Ahora bien, se ha descubierto que, de ácidos
5. l-acilamino-arilo-5-pirazolon-4-sulfónicos obtenidos según este procedimiento, se puede desdoblar el grupo de ácido sulfónico en posición "4", tratándolos con ácido sulfúrico de concentración adecuada, a elevadas temperaturas, sin que se presente una saponificación del producto de condensación en el grupo acilamínico. De este modo se llega, en
  10. forma sencilla y con buenos rendimientos, a derivados pirazolónicos que hasta ahora no se han podido obtener de ningún modo, o solamente en forma muy deficiente. Las nuevas l-acilamino-arilo-5-pirazolonas representan
  15. valiosos productos intermedios de colorantes.

EJEMPLO 1.-

20. 100 partes en peso de ácido 1-(3'-benzoilamino-fenil)-3-metilo-5-pirazolon-4-sulfónico, obtenido según solicitud de patente alemana antes citada, se introducen en 850 partes en peso de ácido sulfúrico de 60° Bé. de tal modo que la temperatura no exceda de 50° C. Se calienta todavía durante una hora a 55-57° C., formándose una solución clara. Para aislar se vierte la solución ácida de ácido sulfúrico sobre hielo y se aspira la 1-(3'-benzoilaminofenil)-3-metilo-5-pirazolona precipitada. El rendimiento es de aproximadamente 75%.

25. Si en lugar del ácido 1-(3'-benzoilaminofenil)-3-metilo-5-pirazolon-4-sulfónico se emplea el ácido 1-(4'-benzoilaminofenil)-3-metilo-5-pirazolon-4-sulfónico, o bien el ácido 1-(3'-benzoilaminofenil)-5-pirazolon-3-carboxílico-4-sulfónico, se obtienen con igual riqueza de rendimiento los correspondientes derivados de pirazolona.
- 30.

EJEMPLO 2.-

35. 500 partes en peso de una pasta, de un 43% aproximadamente, de ácido 1- $\sqrt[3]{3}$ '-(3"-nitrobenzoilamino)-fenil-5-pirazolon-3-carboxílico-4-sulfónico, obtenido según la solicitud de patente alemana antes mencionada, se introducen paulatinamente en 2000 partes en peso de ácido sulfúrico de 60° Bé. de tal modo que la temperatura no exceda de 50° C. Después de agitar bastante tiempo se disuelve la pasta. Con objeto de desdoblar por completo el grupo de ácido sulfónico, se calienta aun durante 1 hora a 55° C. Después de enfriar, se vierte la solución ácida de ácido sulfúrico sobre unas 1700 partes en peso de hielo y se aspira el ácido 1- $\sqrt[3]{3}$ '-(3"-nitrobenzoilamino)-fenil-5-pirazolon-3-carboxílico que se precipita. El rendimiento es de aproximadamente 90%.
- 40.
- 45.

50. Si en lugar del ácido 1- $\sqrt[3]{3}$ '-(3"-nitrobenzoilamino)-fenil-5-pirazolon-3-carboxílico-4-sulfónico se emplea el ácido 1- $\sqrt[3]{3}$ '-(4"-nitrobenzoil-amino)-fenil-5-pi



solon-3-carboxílico-4-sulfónico, o bien el ácido  
1- $\int$ 4'-(4"-nitrobenzoil-amino)-fenil $\int$ -3-metilo-5-pirazolon  
4-sulfónico, se obtienen con rendimientos de igual buena  
riqueza los correspondientes derivados de pirazolona.

55. EJEMPLO 3.-

500 partes en peso de una pasta, de un  
40% aproximadamente, de ácido 1- $\int$ 4'-(4"-aminobenzoil-amino)-  
fenil $\int$ -3-metilo-5-pirazolon-4-sulfónico, obtenido según  
solicitud de patente alemana J 64.790, se introducen según  
60. ejemplo 2 en 3000 partes en peso de ácido sulfúrico de 60%  
Bé. Se agita durante 2 horas a 50-52° C hasta terminarse  
la solución y se vierte sobre hielo, precipitándose la  
1- $\int$ 4'-(4"-aminobenzoil-amino)-fenil $\int$ -3-metilo-5-pirazolona  
con un rendimiento del 85 - 90%.

65. De igual modo se obtiene del ácido 1- $\int$ 4'-(3"-  
aminobenzoil-amino)-fenil $\int$ -3-metilo-5-pirazolon-4-sulfónico  
la 1- $\int$ 4'-(3"-aminobenzoil-amino)-fenil $\int$ -3-metilo-5-pirazo-  
lona, y del ácido 1- $\int$ 3'-(4"-amino-benzoil-amino)-fenil $\int$ -5-  
pirazolón-3-carboxílico-4-sulfónico el ácido 1/ $\int$ 3'-(4"-ami-  
no-benzoil-amino)-fenil $\int$ -5-pirazolon-3-carboxílico.

70.

EJEMPLO 4.-

300 partes en peso de una pasta, de un 35%  
aproximadamente, de un producto de condensación obtenido  
mediante reacción de fosgeno sobre ácido 1-(4'-aminofenil)-  
3-metilo-5-pirazolon-4-sulfónico, según la solicitud de  
75. patente alemana citada en los ejemplos anteriores, se  
introducen en 1600 partes en peso de ácido sulfúrico de  
60% Bé., calentando durante una hora a 55-57° C. Se  
elabora la solución ácida de ácido sulfúrico según ejemplo  
80. 1, precipitándose el derivado de pirazolona, con un  
rendimiento de unos 80%, de la siguiente composición



