

Lev. 2749

153287

PATENTE ESPAÑOLA

MEMORIA 153287

descriptiva sobre "Procedimiento para la obtención de compuestos sulfamídicos".

POR

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft

DE

Frankfurt a/Main

ALEMANIA

PATENTE DE INVENCIÓN

Ley. 2749



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para la obtención de compuestos sulfamídicos"

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

- Se ha descubierto que se llega a nuevos y valiosos compuestos sulfamídicos, que se distinguen por sus propiedades antisépticas y desinfectantes, si se ponen en reacción halogenuros sulfónicos con diaminas asimétricas, di o tri-sustituídas, con subsiguiente transformación del grupo amínico terciario en cuaternario. Los halogenuros sulfónicos empleados pueden ser de cualquier naturaleza. Se podrá, por ejemplo, utilizar cloruro arilo, araquilo o alquilsulfónico, como por ejemplo, cloruro benzilsulfónico, cloruro 3,4-diclorobenzilsulfónico, cloruros sulfónicos aromáticos, sustituidos en el núcleo por alquilo y eventualmente por halógeno, cloruro fenilmetansulfónico, cloruro carbasulfónico, cloruro propansulfónico y cloruro butansulfónico. Vienen también en consideración halogenuros bi y poli-sulfónicos, como por ejemplo cloruro
- 5.
- 10.
- 15.



153237

- 2 -

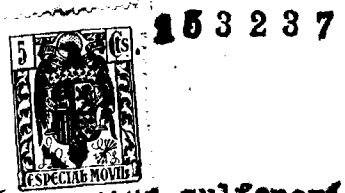
- propandisulfónico. Se obtienen compuestos prácticamente de especial valor, eligiendo los componentes de reacción de tal modo que el producto final contenga un radical superior de alquilo. A este objeto, se podrá partir, ya sea de cloruros alquilsulfónicos de superior peso molecular, o bien estructurar compuestos que llevan en el nitrógeno radicales superiores de alquilo. Estos radicales podrán estar sustituidos, por ejemplo, por átomos de halógeno, radicales de alquilo o radicales heterocíclicos. También podrán estar interrumpidos por heteroátomos, como por ejemplo O, S.
20. El lugar de los radicales de alquilo podrán ocupar también radicales no-saturados, como por ejemplo, el grupo alilo. Los cloruros alquilsulfónicos empleados pueden ser compuestos uniformes, como por ejemplo, cloruro octilsulfónico, cloruro dodecilsulfónico, cloruro hexadecilsulfónico, etc. Pero, de un modo adecuado, se emplean cloruros sulfónicos, obtenidos por la conocida sulfocloruración de mezclas de hidrocarburos de parafina, por ejemplo, de ciertas fracciones de aceite mineral, productos de la destilación de alquitrán, productos de hidrogenación de óxido de carbono con anhídrido sulfuroso y cloro. En estos casos resulta innecesario partir de cloruros sulfónicos libres de parafina, porque durante o después de la reacción se puede intercalar una operación de purificación. Como diaminas se pueden emplear cualesquiera diaminas asimétricas, di o tri-sustituidas, como por ejemplo, N-dimetilo-etilendiamina, N-dimetilo-propilendiamina, N-dibutilo-propilendiamina, N-dimetilo-butilendiamina, N-metilo-N'-dimetilo-propilendiamina, N-dimetilo-p-fenilendiamina, γ -pirrolidino, respectivamente γ -piperidino- α -aminopropano.
25. 30. 35. 40. 45.

Las aminas podrán también estar interrumpidas por heteroátomos, por ejemplo, puede emplearse una amina de la siguiente fórmula



50.

Puede partirse también de diaminas heterocíclicas,



- como por ejemplo benzimidazol. En los compuestos sulfonamídicos que se derivan de aminas disustituidas, se podrá introducir, por medio de los compuestos alcalinos, otro grupo sulfónico más, o bien un radical cualquiera de hidrocarburo. Para la transformación del grupo amínico terciario, que resta después de la reacción de la diamina con el cloruro sulfónico, en cuaternario, sirven los agentes usuales de alquilación, como por ejemplo, sulfato dimetilico, sulfato dietilico, cloruro etilico, cloruro butilico, etc.
55. Se obtienen compuestos particularmente activos, trabajando con halogenuros benzílicos, especialmente con halogenuros benzílicos nitro o cloro sustituidos, siendo particularmente adecuados los compuestos p-sustituidos.

- Los compuestos así obtenibles que contienen un grupo amínico cuaternario, se distinguen por buenas características desinfectantes y antisépticas. Estas propiedades unidas a su calidad inodora y relativamente atóxica para el hombre, hacen de estos compuestos agentes que se pueden utilizar corrientemente para desinfección y antiséptica. Entre otros, son adecuados para la desinfección de recipientes de comida, bebida o provisiones, asimismo de aparatos médicos, material de vendaje y otros objetos de uso. También puede realizarse la desinfección de suelos y paredes por medio de los nuevos compuestos. Igualmente permiten su empleo para la desinfección y conservación de productos alimenticios, como fruta, verduras y similares. Son también adecuados para la conservación, es decir, la eliminación de procesos bacteriológicos y autolíticos de descomposición de materias animales, como por ejemplo, carne, pieles, sangre, glándulas, o cualesquiera otros órganos.
65. Las nuevas sustancias permiten también su empleo diluidas en agua dura, sin perder su efecto. En la dilución, necesaria para la desinfección, no atacan la piel, y podrán, por lo tanto, utilizarse para la desinfección.
70. 75. 80.

- Las nuevas sustancias permiten también su empleo diluidas en agua dura, sin perder su efecto. En la dilución, necesaria para la desinfección, no atacan la piel, y podrán, por lo tanto, utilizarse para la desinfección.
- 85.



153237

- 4 -

ción de la misma, por ejemplo, de las manos, así como de las mucosas. También se prestan estos productos para adicionar a elixires bucales y dentales y preparados similares.

90. EJEMPLO 1.-

En 102 gr. de dimetilo-propilendiamina asimétrica, se introducen, gota a gota, agitando y enfriando, 296 gr. de sulfocloruro de parafina, de la fórmula término medio



95. de tal modo que la temperatura sea de unos 40° C. Para terminar la reacción se sigue todavía calentando durante cinco horas a 60 - 70° C. La masa viscosa-sólida se vá amasando bien en un disolvente, por ejemplo, éter con 45 gr. de hidróxido sódico en 150 cm.cúb. de agua, disolviéndose la amina formada fácilmente en éter. Después de separar el disolvente mediante filtración, queda una substancia líquida algo viscosa y solo débilmente amarillenta. Se disuelve de un modo claro en agua después de adicionar una cantidad equivalente de ácido. Si el sulfocloruro
100. contiene todavía algo de parafina, se extrae la mezcla de clorhidrato antes de obtener la base libre, con bencina o benzol de lavado.

105. 36 gr. de la base se calientan con 12,6 gr. de cloruro benélico durante 20 minutos a 120° C. La
110. substancia sólida, similar a la cera se disuelve fácilmente y claro en agua.

Estafilococos y colibacterias, de una concentración de 1 : 5000, quedan destruidos en el espacio de 2 y medio minutos.

115. EJEMPLO 2.-

- 36 gr. de la amina preparada según ejemplo 1, se calientan con 16, gr. de cloruro p-clorbenélico durante 15 minutos a unos 120° C. La substancia así obtenida en frío sólida, se disuelve fácilmente en agua sin enturbiarla.
- 120.



- 5 -

EJEMPLO 3.-

36 gr. de la base preparada segun ejemplo 1, se calientan con 19,4 gr. de cloruro 3,4-diclorobencílico durante 20 minutos a 120° C. El compuesto sólido así obtenido se disuelve en forma clara en agua.

125.

Las sustancias segun ejemplos 2 y 3 destruyen estafilococos y colibacterias, de una concentración de 1 : 10.000 - 1 : 5.000, en el espacio de 2'5 minutos.

EJEMPLO 4.-

130. 30,6 gr. de dimetilopropilendiamina se introducen, agitando a 40° C, en una solución de 63 gr. de sulfocloruro p-clorobencílico + 40 cm.cúb. de benzol. Para terminar la reacción se sigue calentando durante otras 5 - 6 horas a unos 80° C. Después de enfriar

135. se solidifica el clorhidrato de la base recién formada, se separa por filtración y se lava con benzol. Se aísla la amina con la cantidad calculada de lejía de sosa cáustica y se absorbe en benzol caliente.

Rendimiento: unos 65 gr. de F = 95 - 97°, soluble en un exceso de lejía de sosa cáustica diluida y ácido y susceptible de recrystalizar desde benzol.

140.

20 gr. de la base libre se calientan con 11,6 gr. de cloruro p-clorobencílico durante 3 horas a 100-110° C. Se disuelve el producto de reacción en alcohol y se precipita mediante adición de esencia de petróleo.

145.

F = 190 - 191°; soluble en alcohol, agua, etc., insoluble en éter o esencia de petróleo. Tiene un sabor intensamente amargo.

Estafilococos y colibacterias, en una concentración de 1 : 100, quedan destruidos en el espacio de 2'5 minutos.

150.

EJEMPLO 5.-

30,6 gr. de dimetilopropilendiamina se ponen en reacción con 73,2 gr. de cloruro 3,4-benzoldisulfónico, adicionando 40 cm. cúb. de benzol, en la forma

155.



descrita en el ejemplo anterior. La sulfonamida así obtenida mostró un F = 103-105°.

160. 20 gr. de esta base se calientan con 10,4 gr. de ^{cloruro} de/p-clorobencílico durante 2 horas a 110° C. Se disuelve el producto de reacción en agua caliente, se extrae con bencina y se concentra la solución acuosa. Para su purificación se disuelve el producto bruto en alcohol y se precipita mediante adición cuidadosa de bencina:

165. F = 192-193°, el sabor intensamente amargo, se disuelve en alcohol o agua.

Colibacterias, en una concentración de 1 : 2500, y estafilococos en una concentración de 1 : 500, quedan destruidos en el espacio de 2'5 minutos.

EJEMPLO 6.-

170. 20 gr. del producto de reacción de cloruro p-clorobenzolsulfónico con dimetilopropilendiamina asimétrica, según ejemplo 1, se calientan con 18 gr. de cloruro triclorobencílico durante 3 horas a 115° C. El producto de reacción se disuelve en agua, adicionando algo de alcohol, se extrae con éter y se concentra la solución acuosa.

175. El rendimiento es de 28 gr., se disuelve difícilmente en agua, tiene sabor intensamente amargo,

180. Colibacterias, en una concentración de 1 : 1000, y estafilococos en una concentración de 1 : 100, quedan destruidos en el espacio de 2'5 minutos.

EJEMPLO 7.-

185. 20 gr. de la base, obtenida según ejemplo 2, mediante reacción de cloruro 3,4-diclorobenzolsulfónico con dimetilopropilendiamina asimétrica se transforman en cuaternario calentando con 16,8 gr. de cloruro triclorobencílico durante tres horas a 115° C. El producto tiene un sabor muy amargo.

190. Colibacterias, en una concentración de 1 : 2500, y estafilococos en una concentración de 1 : 1000 quedan



destruidos en el espacio de 2'5 minutos.

EJEMPLO 8.-

195. 10 gr. del producto obtenido segun ejemplo 5, se calientan en 5 cm.cúb. de etanol + 20 cm.cúb. de agua, después de adicionar 1,1 gr. de hidróxido sódico, durante 8- 10 horas, con 4,4 gr. de cloruro p-clorbenzílico a unos 90 - 100° C. Se precipita el producto de reacción, vertiéndolo en poca agua helada, se filtra y se lava con éter. F = 172 - 173°.

200. Estafilococos y colibacterias, en una concentración de 1 : 1000, quedan destruidos en el espacio de 2,5 minutos.

EJEMPLO 9.-

205. 10 gr. de la substancia obtenida segun ejemplo 6, se disuelven en 5 cm.cúb. de etanol + 20 cm.cúb. de agua, y después de adicionar 0,95 gr. de hidróxido sódico, se calientan con 5,5 gr. de cloruro triclorbenzílico segun ejemplo 8. La solución acuosa del producto de reacción forma espuma al agitarlo.

210. Colibacterias y estafilococos, en una concentración de 1 : 5000 quedan destruidos en el espacio de 2'5 minutos.

EJEMPLO 10.-

215. 10 gr. de la substancia obtenida segun ejemplo 7, se calientan en 5 cm.cúb. de etanol + 20 cm.cúb. de agua + 0,9 gr. de hidróxido sódico, con 5,3 gr. de cloruro triclorbenzílico durante 8 a 10 horas a 90-100° C. El producto de reacción se disuelve fácilmente en alcohol, bencol + poco alcohol, en agua fria se disuelve medianamente, 220. la solución acuosa forma espuma.

Colibacterias y estafilococos, en una concentración de 1 : 1000 quedan destruidos en el espacio de 2'5 minutos.

EJEMPLO 11.-

225. En 102 gr. de dimetilpropilendiamina se



- introducen, a gotas y agitando a 15-20° C., 100 gr. de un sulfocloruro, tal como se obtiene por reacción de anhídrido sulfuroso y cloro sobre un aceite de parafina de reducido peso molecular con 11 átomos de carbono. Después de terminar la mezcla de reacción, se calienta todavía durante 3 horas a 90° C., después se adicionan 8 gr. de sosa cáustica disuelta en 25 cm.cúb. de agua y separa el agua y el exceso de dimetilpropilendiamina por destilación en el vacío, hasta una temperatura interior de 120° C. La amina así obtenida se separa de la sal común por filtración a unos 50-60° C.

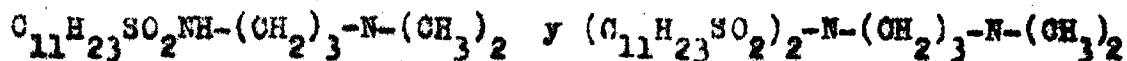
Rendimiento: 150 gr. de amina del peso molecular 325-326 (por titración con n/1-ácido clorhídrico y azul bromofenol como indicador).

240. 32,5 gr. de esta amina se calientan con 15 gr. de cloruro benílico durante media hora a 125° C., y después se separa por destilación en el vacío el exceso de cloruro benílico. Se forma una masa sólida, casi incolora, que se disuelve muy fácilmente en agua.

245. EJEMPLO 12.-

- En 220 gr. de dimetilpropilendiamina se introducen, a gotas y 50° C., 508 gr. del sulfocloruro de parafina descrito en el ejemplo 11. Inmediatamente después se calienta durante 3-4 horas a 80-90° C., se diluye con 500 cm.cúb. de tetracloruro de carbono, se adicionan 85 gr. de hidróxido sódico y 1200 cm. cúb. de agua y después de agitar brevemente se separa cuidadosamente la capa acuosa. La solución de tetracloruro de carbono, secada con sosa y filtrada, se concentra en el vacío hasta 110° C. en 12 mm.

Rendimiento: 540 gr. de amina, que representa una mezcla de



y que muestra un peso molecular medio de 397-399.

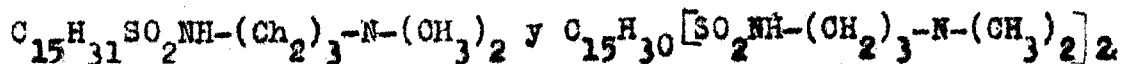
260. 39,7 gr. de la mezcla así obtenida de



sulfonamidamina y disulfonamidamina se calientan con 18 gr. de cloruro p-clorobencílico durante 15 minutos a 120° C.

EJEMPLO 13.-

265. En 102 gr. de dimetilpropilendiamina, diluida con 500 cm.cúb. de tetracloruro de carbono, se introducen a gotas, agitando a 20-30° C., 150 gr. de un sulfocloruro de parafina, tal como se obtiene mediante reacción al 80% de una parafina sintética del peso molecular medio $C_{15}H_{32}$ con anhídrido sulfúrico y cloro, resultando una mezcla de 4/5 partes de monosulfocloruro de parafina y 1/5 parte de disulfocloruro de parafina, después de haber eliminado el restante aceite de parafina. Con objeto de terminar la reacción se calienta todavía durante 3 horas al reflujo luego se mezcla agitando con 20 gr. de hidróxido sódico
270. en 500 cm. cúb. de agua, separando la solución acuosa de cloruro sódico. Después de la evaporación del tetracloruro de carbono quedan 170 gr. de una amina de un peso molecular medio de 392-393 con la fórmula
- 275.



280. 39,9 gr. de esta amina se calientan con 15 gr. de cloruro bencílico durante 15 minutos a 120° C., eliminando en el vacío el exceso de cloruro bencílico, se forma un compuesto sólido de color claro, fácilmente soluble en agua o alcohol.

285. EJEMPLO 14.-

- En 515 gr. de dimetilpropilendiamina se introducen, a gotas, agitando y refrigerando, a 10-20° C., 630 gr. de una mezcla de sulfocloruro de parafina, obtenido según descripción del ejemplo 13, se calientan lentamente a 80° C. y durante 3 horas a 80-90° C. Después de adicionar 85 gr. de hidróxido sódico disuelto en 120 cm.cúb. de agua, se elimina el exceso de dimetilpropilendiamina y agua en el vacío, y se separa por filtración la amina residual del cloruro sódico.
- 290.

295. El rendimiento es de 803 gr. peso molecular aproximado 400.



300. 200 gr. de amina se transforman en cuaternaria, durante una media hora a unos 125-130° C., con 83 gr. de cloruro p-clorobencílico. Con objeto de eliminar los últimos indicios del agente de alquilación se calienta el producto de reacción, ya sea con pocas cantidades de una amina adecuadamente terciaria durante poco tiempo a 130° C., o bien se trata durante tiempo más largo con vapor de agua. También podrán unirse los dos procedimientos. Se obtiene una masa inodora, sólida-viscosa, de color amarillo claro, que se disuelve fácilmente en agua en forma corriente, con sabor intensamente amargo.

EJEMPLO 15.-

310. 20 gr. de la sulfonamidamina obtenida según ejemplo 14, se transforman durante 20 minutos a 135° C. en cuaternaria, mediante 8,6 gr. de cloruro p-nitrobencílico. La masa pardo-clara que así se forma se disuelve fácilmente en agua.

EJEMPLO 16.-

315. 20 gr. de la amina obtenida según ejemplo 14, se transforma durante 20 minutos a 135° C. en cuaternaria, mediante 8,6 gr. de cloruro 3-nitrobencílico. Se forma una masa sólida-viscosa, de color pardo-claro, fácilmente soluble en agua.

320. EJEMPLO 17.-

325. 40 gr. de la alquilosulfonamidamina obtenida según ejemplo 14, se calientan durante 20 minutos a 130° C. con 20 gr. de cloracetopiracetamina. Se forma una masa sólida-viscosa, de color pardo-claro, soluble en agua, presentando una solubilidad menor al adicionar un poco de hidróxido alcalino, pero que vuelve a disolverse con más cantidad de hidróxido alcalino, formando la sal disódica de coloración amarilla hasta aceituna.

EJEMPLO 18.-

330. 20 gr. de la amina obtenida según ejemplo 14 se calientan durante 20 minutos a 130-135° C. con 8,45 gr. de cloracetanilida. El compuesto sólido, incoloro, así obtenido se disuelve fácilmente en agua.

EJEMPLO 19.-

335. 20 gr. de la amina obtenida segun ejemplo 14, se calientan al refluje durante una hora con 6,5 gr. de bromuro alilico.

EJEMPLO 20.-

340. 20 gr. de la amina obtenida segun ejemplo 14, se calientan durante una media hora a 140° C. con 11,85 gr. de N-cloraceto-3,4-dicloranilina. El producto sólido que se forma es soluble en agua.

EJEMPLO 21.-

345. 20 gr. de la amina, obtenida segun ejemplo 14, y 7,2 gr. de cloruro β -feniletílico se calientan durante 30 minutos a 130-135° C. El producto de reacción se disuelve fácilmente en agua.

EJEMPLO 22.-

350. A 186 gr. de N-dibutilpropilendiamina y 200 gr. de tritilamina se adicionan, a pequeñas porciones, a 20-30° C., 255 gr. de cloruro 3,4-dicloro-benzolsulfónico calentando en operación subsiguiente durante 4 horas a 80-90° C. Al producto de reacción se adicionan 42 gr. de hipoclorito sódico, disuelto en 100 cm.cúb. de agua, sometiéndole a una destilación con vapor de agua. La capa residual aceitosa, no volátil, se extrae con éter, se seca con sosa calcinada y se elimina el éter mediante destilación.

355. El rendimiento es de 393 gr. de un aceite incoloro.

360. La amina se disuelve medianamente en ácido acético y resulta casi insoluble en ácido clorhídrico diluido.

365. 39,5 gr. de amina se calientan con 13 gr. de cloruro benzoílico durante 30 minutos a 150° C. La sal cuaternaria solo se disuelve medianamente en agua.

EJEMPLO 23.-

370. 13 gr. de N-diétilo-propilendiamina y 15 gr. de tritilamina se ponen en reacción, tal como se describe en el ejemplo 22, con 23,3 gr. de cloruro N-cloraceto-sulfanílico, elaborándose todo en forma usual. Se forma un aceite espeso, claro, que se disuelve fácilmente en



ácido clorhídrico, ácido acético, etc. 18 gr. de la amina así obtenida, de la fórmula



375. se ponen en reacción, durante 30 minutos a 140° C., con 6,5 gr. de cloruro bencílico. El producto de reacción se extrae con agua, se adicionan unos 5-10% de metanol y se extrae, agitando, esta solución dos veces con éter. Después de concentrar la solución acuosa se obtiene un producto de reacción, muy fácilmente soluble en agua, pero no cristalino.
- 380.

EJEMPLO 24.-

- En 93 gr. de N-dibutilpropilendiamina y 100 gr. de trietilamina se introducen, a gotas y a 20-30° C., 100 gr. de cloruro p-toluolsulfónico, calentando durante unas 3 horas a 90-95° C. Después se adicionan 23 gr. de hidróxido sódico disuelto en agua, tratando durante tanto tiempo con vapor de agua, hasta que el producto claro de destilación ya no tenga reacción alcalina.
- 385.

- El rendimiento es de 166 gr. de aceite, poco soluble en ácido clorhídrico diluido.
- 390.

Mediante adición de ácido clorhídrico concentrado se obtiene un clorhidrato que se solidifica rápidamente y que, recristalizado de metanol, tiene su punto de fusión a 145° C.

395. 34 gr. de la amina así obtenida y 13 gr. de cloruro bencílico se calientan durante 30 minutos a 145° C.

La sal cuaternaria se disuelve fácilmente en alcohol y solo medianamente en agua.

400. EJEMPLO 25.-

- En 80 gr. de N-isobutilo-N'-dimetilpropilendiamina (obtenida por hidrogenación de dimetilpropilendiamina junto con aldehído isobutilico), de punto de ebullición a una presión de 14 mm. a 78° C., y 60 gr. de trietilamina, se adicionan a gotas y a 15-20° C., 122 gr. de cloruro
- 405.



3,4-diclorbenzolsulfónico, se calienta durante 3-4 horas a 100° C., se adicionan 20,5 gr. de hidróxido sódico y 50 cm.cúb. de agua y se somete a una destilación mediante vapor de agua. La amina residual se extrae con éter y 10% de alcohol etílico, se seca con sulfato sódico y se separar el disolvente mediante destilación.

410.

El rendimiento es de 165 gr. de aceite fluido, claro, soluble en ácido clorhídrico diluido.

415.

36,6 gr. de la amina se calientan con 13 gr. de cloruro benzoílico durante 20 minutos a 130° C. Se forma una sal cuaternaria, con un punto de fusión a 45° C., (en bruto), muy fácilmente soluble en alcohol, acetona, cloroformo, benzol y agua.

EJEMPLO 26.-

420.

37 gr. de la amina preparada según ejemplo 25 se transforman con 17 gr. de cloruro p-clorbenzoílico, durante 30 minutos y a 130° C., en cuaternaria. El producto de reacción es fácilmente soluble en agua.

EJEMPLO 27.-

425.

37 gr. de la amina obtenida según ejemplo 25 se transforman con 19,4 gr. de cloruro 3,4 diclorbenzoílico, durante 30 minutos y a 140° C., en cuaternaria. El producto de reacción, no cristalino, es fácilmente soluble en agua.

430.

EJEMPLO 28.-

53 gr. de N-isooctil-N'-dimetilpropilendiamina (obtenida por hidrogenación de la dimetilpropilendiamina junto con isooctilaldehído) de punto de ebullición a una presión de 12 mm a 130-132° C., y 30 gr. de trietilamina, se ponen en reacción, en forma usual, con 61 gr. de cloruro 3,4-diclorbenzolsulfónico.

435.

El rendimiento es de 37 gr. de amina que se disuelve fácilmente en ácido acético diluido. 21,1 gr. de la amina se ponen en reacción durante 30 minutos a

440. 135-140° C., con 8,3 gr. de cloruro p-clorbenzoílico. El



producto de reacción sólido, en forma de cera, se disuelve difícilmente en agua.

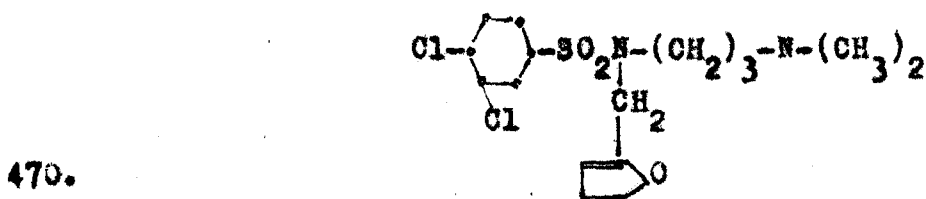
EJEMPLO 29.-

445. 62 gr. de N-dimetilo-N'-tetrahidrofurilpropilendiamina de punto de ebullición a una presión de 16 mm. a 126-128° C. (obtenida mediante hidrogenación completa de la N-dimetilpropilendiamina junto con 1 mol. de furfural), 66 gr. de trietilamina y 82 gr. de cloruro 3,4-diclorbenzolsulfónico, se mezclan a 30-40° C., se siguen calentando durante 4 horas a 90-100° C. y se elaboran en forma usual (ejemplo 24).

450. El rendimiento es de 120 gr. de amina, 40 gr. de la amina y 20 gr. de cloruro 3,4-diclorbenzílico se calientan durante 30 minutos a 135-140° C. El producto de reacción, obtenido en forma no cristalizada, se disuelve bien en agua fría, muestra en cambio en agua caliente una solubilidad algo disminuida.

EJEMPLO 30.-

460. De acuerdo con el ejemplo 29, se prepara por medio de N-dimetilo-N'-furfurilpropilendiamina de punto de ebullición a una presión de 12 mm. a 120-122° C.) la correspondiente arilsulfonamida. Representa un producto cristalino. Para su purificación se disuelve en benzol, se seca con sosa calcinada y se mezcla cuidadosamente la solución filtrada de benzol, a 5° C., con esencia de petróleo. Se precipita un producto cristalino que funde a 72° C. y corresponde a la fórmula



que se disuelve fácilmente en ácido clorhídrico diluido.

475. 30 gr. de la amina y 15 gr. de cloruro 3,4-diclorbenzílico se calientan durante 35 minutos a 130-140° C. El producto de reacción sólido, cristalino, se lava con algo de benzol y muestra después un punto de fusión de



178: C. Es fácilmente soluble en agua.

EJEMPLO 31.-

480. En 176 gr. de N-dimetiletildiamina se introducen a gotas y agitando bien a unos 5-15° C., 300 gr. de sulfocloruro de parafina de la composición media:



485. Aste seguido se calienta durante una media hora a 10° C., durante otra media hora a 20° C. y durante 3-4 horas a 80-90° C. Después de adicionar 40 gr. de hidróxido sódico disuelto en 60 cm.cúb. de agua, se elimina por destilación el exceso de dimetiletildiamina y agua, hasta que la temperatura en el recipiente alcance 110° C. a 12 mm. A unos 80° C. se separa la amina por filtración del cloruro sódico precipitado.

490. El rendimiento es de 325 gr. de una base líquida espesa, casi incolora. El peso molecular se determinó por titración con 361.

495. En 72 gr. de la amina se introducen, a gotas, a 115° C., 25,2 gr. de cloruro bencílico, con subsiguiente calentamiento durante 40 minutos a 125° C. Se procede a la purificación por tratamiento con vapor de agua. Se forma un producto de reacción que se puede diluir con agua a cualquier concentración deseada.

EJEMPLO 32.-

500. En 36 gr. de la alquilosulfonamidamina, obtenida según ejemplo 31, se introducen a gotas y a 120° C., 23 gr. de cloruro triclorbencílico. Se agita y se sigue calentando todavía durante una hora a 160° C. Para su purificación se trata el producto de reacción durante 505. bastante tiempo con vapor de agua. Se disuelve en cantidad suficiente en agua. Se puede obtener una solución al 10%.

EJEMPLO 33.-

510. En 47 gr. de α-aminopiridina y 35 gr. de trietilamina se introducen, agitando, a gotas y a 10° C., 105. de sulfocloruro de parafina de la composición



medía:



- y se calienta la mezcla durante cuatro horas a 90° C. Después de adicionar 10 gr. de hidróxido sódico en 20 cm. cúb. de agua, se eliminan por destilación el agua y el exceso de α aminopiridina, a 140° C. de temperatura interior y 12 mm. de presión, filtrando el residuo a 90° C. en vacío. Resulta una masa parda líquida-viscosa, que se disuelve mal en ácidos, pero de fácil solubilidad en forma de sal sulfonamidossódica.
- 515.
- 520.

- 35,9 gr. de este producto se calientan con 13 gr. de cloruro bencílico durante 30 minutos a 125° C. El producto de reacción, de color oscuro, que se forma muestra solo una solubilidad limitada en agua, pero se disuelve fácilmente en forma de su compuesto sulfonamido-sódico, después de adicionar un poco de álcali.
- 525.

EJEMPLO 14.-

En 165 gr. de amina de la fórmula



530. obtenida fijando por adición acrilnitrilo a dimetilamino-etanol y subsiguiente hidrogenación en presencia de amoniacco (punto de ebullición 79° C. a 12 mm.), se introducen 200 gr. de trietilamina, adicionando a gotas y a 20-25° C., 300 gr. de sulfocloruro de parafina ($C_{15}H_{31}SO_2Cl$).
535. Agitando bien, se aumenta la temperatura, después de terminar la adición a gotas, hasta 90° C., dejándola así durante 2-3 horas. Después de añadir 45 gr. de hidróxido sódico disuelto en 80 cm.cúb. de agua, se elimina por destilación en el vacío todo lo volátil hasta 135° C. de temperatura interior. A 60-80° C. se separa el residuo por filtración del cloruro sódico. El producto de filtración es un aceite claro. La amina muestra un peso molecular de 448, determinado por titración. Todas las sales son fácilmente solubles en agua.
- 540.
545. 44,8 gr. de la alquilsulfonamidamina se



calientan con 13 gr. de cloruro bencílico durante 20 minutos a 130-135° C. La sal cuaternaria sólida, casi incolora, se disuelve en agua en cualquier proporción.

EJEMPLO 35.-

550. 44,8 gr. de la amina obtenida según ejemplo 34, se transforman en cuaternaria con 17 gr. de cloruro p-clorbencílico durante 20 minutos a 135° C. La sal cuaternaria, sólida, se disuelve muy fácilmente en agua.

EJEMPLO 36.-

555. 44,8 gr. de la amina obtenida según ejemplo 24, se calientan durante 30 minutos a 130-135° C. con 17 gr. de cloracetamida. El producto de reacción se disuelve fácilmente en agua.

560. El siguiente cuadro da cuenta del efecto de desinfección.

Producto.	Concentracion a la que colibacterias quedan destruidas en el espacio de 2'5 minutos.	Concentracion a la que estafilococos quedan destruidos en el espacio de 2'5 minutos.
segun ejemplo 11	1:2500 - 1:5000	1:2500 - 1:5000
565. segun ejemplo 12	1:5000 - 1:10000	1:10000
segun ejemplo 13	1:2500 - 1:10000	1:2500 - 1:10000
segun ejemplo 14	1:5000 - 1:10000	1:2500 - 1:5000
segun ejemplo 15	1:2500 - 1:5000	1:2500
segun ejemplo 16	1:1000 - 1:2500	1:1000 - 1:2500
570. segun ejemplo 17	1:500 - 1:1000	
segun ejemplo 18	1:5000	1:5000
segun ejemplo 19	1:1000 - 1:2500	1:1000
segun ejemplo 20	1:1000 - 1:5000	1:1000 - 1:2500
segun ejemplo 21	1:1000 - 1:5000	1:1000 - 1:2000
575. segun ejemplo 23	1:1000	1:2500
segun ejemplo 34	1:1000 - 1:5000	1:1000 - 1:5000
segun ejemplo 35	1:5000 - 1:10000	1:2500 - 1:5000
segun ejemplo 36	1:1000 - 1:5000	1:2500 - 1:5000



- 18 -

N O T A

580. 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
585. hace constar que dicho invento corresponde a una patente presentada en Alemania con fecha 10 de Junio de 1940, nº J 67 177 IVe/12q accogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, y siendo lo que constituye la esencia del
590. referido invento y por lo que se solicita patente de invención, por veinte años en España: "Procedimiento para la obtención de compuestos sulfamídicos"; caracterizado porque se ponen en reacción halogenuros sulfónicos con diaminas asimétricas bi o trisustituidas, transformando en cuaternario el grupo amino terciario.
- 595.

"Procedimiento para la obtención de compuestos sulfamídicos"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de dieciocho hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 17 de junio de 1941.

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft.

Por Poder de J. GÓMEZ ACEBO