

164389

164389



PATENTE DE INVENCION

que por 20 años, para España y sus Posesiones, se solicita a favor de la Casa CHEMISCHE FABRIK VON HEYDEN A.G., de nacionalidad alemana, domiciliada en RADEBEUL-DRESDEN (Alemania), por: "UN PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE SULFONILUREAS". - - - - -

Memoria descriptiva

En la Patente Nº 150 883 de la misma solicitante se describe un nuevo procedimiento para fabricar sulfonilureas con amidas aromáticas del ácido sulfónico y sales del ácido ciánico. Se ha comprobado que, por dicho procedimiento, se pueden transformar en sulfonilureas también sulfonamidas alifáticas, lo cual no era previsible con seguridad desde un principio. Gracias a su extensión a los compuestos alifáticos, el nuevo procedimiento permite obtener compuestos importantes desde el punto de vista técnico, que, entre otros fines, son adecuados también como agentes plastificantes, de humedecimiento, deterativos, espumosos y emulsivos, así como materias primas para materiales sintéticos. Ello

5

10

es tanto más importante en cuanto pueden obtenerse fácilmente sulfonamidas alifáticas por amidación de los sulfocloruros alifáticos obtenibles de hidrocarburos, cloro y anhídrido sulfuroso.

15

La conversión de la sulfonamida con una sal cianica se lleva a cabo mediante calentamiento en un disolvente en el cual son solubles, por lo menos en parte, ambos componentes. Son adecuados para ello, por ejemplo, los alcoholes, las quetonas y los éteres de elevado punto de ebullición, pudiendo dichos disolventes contener también agua. El agua misma no es indicada por la descomposición que sufren en ella las sales del ácido cianico. Como sal cianica es particularmente adecuado el cianato de potasio por la buena capacidad de cristalización de las sales de potasio. También es adecuado el cianato de sodio. En lugar de las sales cianicas pueden también emplearse los compuestos que pueden transformarse en sales cianicas a una elevada temperatura, como por ejemplo las ureas, que pueden desproporcionarse en cianatos de amonio o de amina. Para ello, lo mejor es añadir un componente fuertemente básico, por ejemplo carbonato de potasio, NaOH o KOH. Por fin, en presencia de fuertes bases, son adecuadas también materias que puedan disociar ácido cianico, por ejemplo los uretanos.

20

30

35

Como temperaturas de reacción son más adecuadas temperaturas medianas de unos 50 a 100°. Siempre que las sales de las sulfonilureas sean aún estables, se pueden adoptar temperaturas superiores para acortar la duración de la reacción.

40

Los nuevos compuestos se obtienen primero en la forma de sus sales, que son solubles en agua. Con ácido mineral o ácidos orgánicos se obtienen de éstas los compuestos libres, constituidos por materias sólidas, incoloras, poco solubles en agua o de tipo graso y/son solubles en solución de bicarbonato con desarrollo de ácido carbónico.

45



164389

Ejemplo 1 :

50

Se disuelven en 70 cmo. de alcohol absoluto 12,8 g. de cloruro del ácido etilsulfúrico. Se añade a dicha solución, a una temperatura de 20° aproximadamente, amoníaco seco. Se filtra por aspiración el cloruro de amonio precipitado, luego se añaden 8,5 g. de cianato de potasio y se remueve durante 8 horas a

55

75°. Después de dejar enfriar, se obtienen por filtración mediante aspiración 16 g. de sal potásica de etilsulfonilurea. El compuesto se separa por cristalización de alcohol al 90% en hermosos romboedros con media molécula de agua de cristalización.

60

Los correspondientes compuestos metílico, propílico y butílico se forman de la misma manera y producen también con relativa facilidad compuestos solubles.

Ejemplo 2 :

65

Se remueven durante 8 horas, a 75°, 19,3 g. de n-octilsulfonamida con 8,5 g. de cianato de potasio en 80 cmo. de alcohol al 96%. Después de filtrar mediante aspiración, lavar y secar, se obtienen 22 g. de una sal de potasio de la octilsulfonilurea que contiene aún algo de cianato de potasio y de octilsulfonamida. Para la obtención del compuesto libre puro se lava la sal potásica con una mezcla de éter y de alcohol metílico y luego se mezcla bien una suspensión en agua con un exceso de ácido acético glacial. La urea se separa por cristalización del alcohol en prismas incoloros. Punto de fusión 154°.

70

Ejemplo 3 :

75

Se remueven durante 10 horas, a 75°, 25 g. de n-dodecilsulfonamida y 8,5 g. de cianato de potasio en 100 cmo. de alcohol al 96%. Previo enfriamiento, filtración por aspiración, lavado y secado se obtienen 29 g. de sal potásica de N-dodecilsulfonilurea. La urea se separa por cristalización del alcohol en prismas incoloros. Punto de fusión 155-156°.



80

De la misma manera puede tratarse una mezcla de sulfonamidas

164389

- 4 -

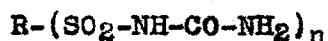
164389

normales que contenga los elementos pares desde n-octil hasta n-octadecil, obteniéndose en forma de masa con aspecto de cera e incluso de grasa la mezcla de las sulfonilureas, cuyas sales de sodio son solubles en agua y producen soluciones espumosas. De manera análoga se comporta una mezcla de sulfonamidas obtenida de una mezcla de sulfocloruros constituida por hidrocarburos y cloro + SO<sub>2</sub>, conocida en el comercio con el nombre de "Mer-sol". Las sulfonilureas así obtenidas constituyen una masa grasa y blanda cuyas sales de sodio se distribuyen con gran facilidad en agua formando soluciones fuertemente espumosas.

#### NOTA

Se reivindican como de la propia y nueva invención la propiedad y explotación exclusivas de :

1). Un procedimiento para la obtención de sulfonilureas de la fórmula :



en que R indica un resto de hidrocarburo alifático, alicíclico o aromático-alifático y n el número 1 o 2, caracterizado por el hecho de hacerse reaccionar sulfonamidas de fórmula R-(SO<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>)<sub>n</sub> con sales de ácido ciánico.

2). Procedimiento según la reivindicación 1), caracterizado por el hecho de que, en lugar de sales del ácido ciánico, se emplean compuestos que, en las condiciones de la reacción, pueden transformarse en sales del ácido ciánico.

3). Procedimiento según las reivindicaciones 1) y 2), caracterizado por el hecho de emplearse, en lugar de sales ciánicas, compuestos que, en las condiciones de la reacción, pueden transformarse en sales ciánicas o ácido ciánico, al propio tiempo que materias básicas.

4). Procedimiento según las anteriores reivindicaciones, caracterizado por constituir esencialmente :

"UN PROCEDIMIENTO DE FABRICACIÓN DE SULFONILUREAS". - - -



164389

- 5 -

164389

Consta la presente memoria descriptiva de cinco hojas numeradas y mecanografiadas en una sola cara.

Madrid, 11 de enero de 1944.

RODOLFO DE LA TORRE  
P. P.

*R. de la Torre*

