



166058

166058

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

a favor de la razón social suiza: J. R. G E I G Y A. - G.  
residente en Basilea (Suiza), por: " PROCEDIMIENTO PARA LA  
PREPARACION DE p-AMINO BENZOLSULFON-N<sub>1</sub>-ACILAMIDAS ".

MEMORIA DESCRIPTIVA

Es sabido que no se consigue transformar cloruro de  
ácido acetil-aminobenzolsulfónico con amidas de ácido car-  
boxílico (Crossley, J. Am. Chem. Soc. 61, 2950, 1939).

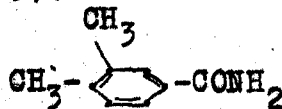
5 En oposición a esto se ha encontrado de un modo ser-  
prendente que la condensación de sales de amida de ácido  
carboxílico con halogenuros de ácido p-nitro- respectiva-  
mente p-acilaminobenzolsulfónico es conseguida con buen  
éxito particularmente en disolventes inertes. Como sales  
entran en consideración preferentemente las sales alcalinas.  
10 Como amidas de ácido carboxílico se prestan tanto las de la  
serie alifática, aralifática, aromática, hidroaromática como  
heterocíclica.



166058

Ejemplo 1.-

15 partes de 3,4-dimetilbenzamida de la fórmula



5 se disuelven en 200 partes de xilol absoluto. Se añaden 4 partes de amida sódica pulverizada y se calienta durante 1/2 hora hasta ebullición. Después de la refrigeración se introduce una solución de 22 partes de cloruro p-nitrobenzolsulfónico en 100 partes de xilol absoluto y se calienta durante algún tiempo al reflujo. Después el xilol es separado por destilación en el vacío, el remanente es disuelto en solución de sosa y filtrado. Por acidificación y cristalización de alcohol se obtiene la sulfamida 4-nitrobenzol-N-(3',4'-dimetilbenzoilico) con Smp: 192°. Por reducción se obtiene el correspondiente derivado amínico.

Ejemplo 2.-

10 partes de amida de ácido  $\beta, \beta$ -dimetilacrílico se disuelven en 200 partes de toluol absoluto, se mezclan con 4 partes de amida sódica y se calientan durante 1/2 hora hasta ebullición. Después del enfriamiento se añade una solución de 22 partes de cloruro p-nitrobenzolsulfónico en 100 partes de toluol absoluto y se calienta durante 2 horas bajo agitación al reflujo. Recristalizado de alcohol, se obtiene la sulfamida 4-nitrobenzol-N-( $\beta\beta$ -dimetilacrílica) de F. 155°, y de ésta, mediante reducción, el correspondiente compuesto amínico.

Ejemplo 3.-

10 partes de amida de ácido  $\beta, \beta$ -dimetilacrílico se transforman en la sal sódica, según se ha descrito en el ejemplo 2, y se mezclan con 23 partes de cloruro de ácido acetilsulfanílico. Bajo agitación, se calienta durante 2



166058  
166058

horas hasta ebullición, expulsando después el toluol con vapor de agua. El residuo se disuelve en sosa. Mediante filtración, acidificación y recristalización de alcohol se obtiene la sulfamida 4-(N-acetilamino)-N'- $\beta$ ,  $\beta$ -dimetilacrocílico de F. 233<sup>o</sup>, y de ésta, por saponificación, el compuesto amínico libre.

Ejemplo 4.-

15 partes de 3,4-dimetilbenzamidá se disuelven en 200 partes de toluol absoluto. Se añaden 2,3 partes de sodio y se calienta bajo agitación al reflujo hasta que desaparezca el sodio. Después del enfriamiento se añade una solución de cloruro de ácido N-carbaetoxisulfanílico en toluol absoluto y a continuación se calienta durante 2 horas hasta ebullición. El toluol es separado por destilación en el vacío, el residuo es disuelto en lejía de sosa cáustica diluida, se clarifica con carbón animal y se filtra. Por acidificación y recristalización de alcohol se obtiene del producto de filtración la sulfamida 4-(N-carbaetoxiaminobenzol)-N'-(3',4'-dimetilbenzofílico) de F. 255<sup>o</sup>, y de ésta, por saponificación, el derivado amínico libre.

En lugar de la 3,4-dimetilbenzamidá o de la amidá del ácido  $\beta$ ,  $\beta$ -dimetilacrocílico, se pueden emplear amidas de otros ácidos carboxílicos aromáticos o alifáticos o también de ácidos carboxílicos aralifáticos, hidroaromáticos o heterocíclicos.

N O T A

Hecha la descripción del presente invento, se hace constar que esta solicitud se acoge a la prioridad de la solicitud de patente de invención No. 82.287, depositada en Suiza el 14 de Mayo de 1943, y se declaran como nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones:



166058

166058

1.- Procedimiento para la preparación de amidas de ácido p-aminobenzosulfónico, caracterizado porque se transforman halogenuros de ácido p-nitro- respectivamente p-acilaminobenzosulfónico con sales de amidas de ácido carboxílico alifáticas, aralifáticas, aromáticas, hidroaromáticas o heterocéflicas, transformando el grupo en posición p en un grupo amínico libre.

2.- Procedimiento para la preparación de p-aminobenzosulfon-N<sub>1</sub>-acilamidas.

15 La presente memoria consta de cuatro hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara.

Madrid, a 13 de Mayo de 1944.

J. R. G E I G Y A.-G.

P.a. JAIME ISERN MIRALLES  
P. P.