

PATENTE ESPAÑOLA

MEMORIA

166657

166657

descriptiva sobre "Procedimiento para la obtención de pirimidinas
6-(p-aminobenzosulfonamido)-2,4-dimetilica".

POR

GESELLSCHAFT FÜR CHEMISCHE INDUSTRIE IN BASEL

(SOCIEDAD PARA LA INDUSTRIA QUIMICA EN BASILEA)

DE

BASILEA

Suiza.



rendimiento.

- Ahora bien, hemos descubierto que se puede obtener
15. pirimidina 6-(p-aminobenzolsulfonamido)-2,4-dimetilica con muy buen rendimiento si se ponen en reacción por lo menos 2 mol. de pirimidina 6-amino-2,4-dimetilica con 1 mol. de un halogenuro benzolsulfónico que muestra en posición "para" un sustituyente susceptible de ser transformado en un grupo
20. amino y si se transforma dicho sustituyente, en posición "para" del núcleo benzólico, en un grupo amino.

- Pueden emplearse como halogenuros benzolsulfónicos para la reacción por ejemplo cloruros benzolsulfónicos que contienen en posición "para" un grupo acilamino, como por
25. ejemplo acetilamino, un grupo nitro o azo, o bien un átomo de halógeno.

Se efectúa la reacción ventajosamente en presencia de un disolvente, respectivamente diluyente orgánico, como por ejemplo dioxano o piridina.

30. En la benzolsulfonamida obtenida durante la reacción se realiza de un modo usual la formación del grupo amino, en posición "para" del núcleo benzólico. Así se saponifica un grupo acilamino, se reduce un grupo nitro o azo y se sustituye un átomo de halógeno, mediante tratamiento
35. con amoniaco, por un grupo amino.

EJEMPLO 1.

- Se suspenden 246 partes de pirimidina 6-amino-2,4-dimetilica en 1000 partes de dioxano seco, se calienta a
40. 95-100° C y se agregan 225 partes de cloruro p-nitrobenzolsulfónico en porciones. Después de la adición se calienta todavía durante 24 horas, agitando, sobre el baño Maria hirviendo. Se separa de la mezcla de reacción por aspiración el hidrocioruro de pirimidina 6-amino-2,4-dimetilica que

166657

- 3 - 166657



45. se ha precipitado. Se evapora por completo el filtrado en el vacío y se disuelve el residuo en caliente, en 600 partes de lejía de sosa cáustica 2 veces normal. Se separa por filtración reducidas cantidades de impurezas, se neutraliza, agitando con ácido clorhídrico y se obtiene de este modo la pirimidina 6-(p-nitrobenzolsulfonamido)-2,4-dimetilica en forma cristalina y con un rendimiento del 70-80% ; punto de fusión a 188-189° C (en alcohol diluido).

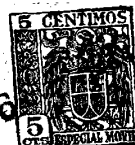
50. Se acidulan 20 partes de hierro finamente pulverizado en 10 partes de ácido clorhídrico y se agregan 400 partes de alcohol al 50%. A esta mezcla de reacción se adicionan 31 partes de pirimidina 6-(p-nitrobenzolsulfonamido)-2,4-dimetilica y se hierve durante 4 horas al reflujo; se separa el alcohol por destilación , se agregan 20 partes de lejía de sosa cáustica 10 veces normal, se calienta brevemente y se filtra. Del filtrado se separa con ácido clorhídrico la pirimidina 6-(p-aminobenzolsulfonamido)-2,4-dimetilica en forma cristalina. El rendimiento asciende a 85-90%. Se recristaliza en alcohol diluido o en mucha agua. Punto de fusión a 236'5 - 237° C.

EJEMPLO 2.

65. 246 partes de pirimidina 6-amino-2,4-dimetilica se pulverizan finamente y se suspenden en 400 partes de piridina seca y pura. Ahora se introducen agitando, muy lentamente 235 partes de cloruro p-acetilaminobenzolsulfónico, a 50-55° C.,siguiendo aun agitando durante 2-3 horas a esta temperatura, después de haber completado la adición y luego se calienta lentamente a 95° C. Al cabo de 2 horas se eliminan en el vacío unas 260 partes de piridina. Al residuo se agregan todavia en caliente 1000 partes de agua de mucha

166657

166657



- 4 -

26

- temperatura. Después de dejar reposar durante varias horas
75. a la temperatura del ambiente, se separa por aspiración y se lava con agua. El pan del filtrado, aun húmedo, se calienta durante 1 hora al reflujó con 500 partes de lejía de sosa cáustica 5 veces normal. Después de enfriar se filtra se precipita del filtrado, mediante neutralización con ácido
80. clorhídrico, la pirimidina 6-(p-aminobenzolsulfonamido)-2,4-dimetilica en forma cristalina. Rendimiento 65-70%.
Punto de fusión a 238° C. (en alcohol diluido).

N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del
85. 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
90. presentada en Suiza con fecha 4 de Noviembre de 1943 acogiendo, por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita patente de invención, por veinte años en
95. España: "Procedimiento para la obtención de pirimidina 6-(p-aminobenzolsulfomanido)-2,4-dimetilica"; caracterizándose por lo siguiente:

- 1°.- Procedimiento para la obtención de pirimidina 6-(p-aminobenzolsulfonamido)-2,4-dimetilica, caracterizándose
100. porque se ponen en reacción por lo menos 2 mol. de pirimidina 6-amino-2,4-dimetilica con 1 mol, de un halogenuro benzol-sulfónico que muestra en posición "para" un sustituyente susceptible de ser transformado en un grupo amino, y si se

166657

166657

- 5 -



transforma dicho sustituyente en posición "para" del
105. núcleo benzólico, en un grupo amino.

2ª.- Procedimiento según reivindicación 1ª,
caracterizado porque se ponen en reacción por lo menos 2
moléculas de pirimidina 6-amino-2,4-dimetilica con 1 mol.
de cloruro p-nitrobenzolsulfónico, transformando el
110. grupo nitro, mediante tratamiento con agentes reductores,
en el grupo amino.

"Procedimiento para la obtención de pirimidina
6-(p-aminobenzolsulfonamido)-2,4-dimetilica"; tal y como
queda substancialmente descrito en la presente memoria,
que consta de cinco hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 26 de junio de 1944.

GESELLSCHAFT FÜR CHEMISCHE INDUSTRIE IN BASEL.
(SOCIEDAD PARA LA INDUSTRIA QUIMICA EN BASILEA)

Por Poder de J. GÓMEZ ACEBO