

PATENTE ESPAÑOLA

169168

MEMORIA

descriptiva sobre "Procedimiento para la obtención de productos de condensación".

169168

POR

GESELLSCHAFT FÜR CHEMISCHE INDUSTRIE IN BASEL

(SOCIEDAD PARA LA INDUSTRIA QUIMICA EN BASEL)

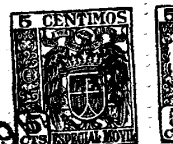
DE

BASELINA, Suiza.

169168

PATENTES DE INVENCION

Case 2191/1-3.



MEMORIA DE PATENTE DE INVENCION

sobre:

"Procedimiento para la obtención de productos
"de condensación".

Solicitantes: Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel,
(Sociedad para la Industria Química en Basilea),
domiciliada en Basilea, Suiza.

- Hemos descubierto que se pueden obtener productos de condensación si se ponen en reacción 1.2-dicetonas con monoaminas primarias, aromáticas, sustituidas en el núcleo y libres de alcoxi. Pueden citarse especialmente
5. como 1.2-dicetonas alifáticas aquellas que contienen el grupo acetílico, como formilacetilo, diacetilo, acetilpropionilo o acetilisobutirilo; pero, por ejemplo, también dipropionilo. Pueden emplearse para la reacción cualesquiera monoaminas primarias, libres de alcoxi, núcleo-sustituidas en posición
 10. para. Los sustituyentes de núcleo pueden contener, si se desea, grupos que facilitan la solubilidad en el agua. Queremos citar por ejemplo: ácido p-aminobenzóico, m-aminobenzóico, p-aminofenilacético, p-aminocinnámico, p-aminofenilglicólico y ésteres o amidas de dichos ácidos; p-amino-dimetilanilina,
 15. p-aminodietilanilina, éster dietilaminoetílico del ácido



p-aminobenzóico, p-toluidina, p-aminofenol, p-cloranilina; p-amino-benzolsulfonamidas, como por ejemplo p-aminobenzol-sulfonamida, p-aminobenzolsulfonacilamida, 2-(p-aminobenzol-sulfonamido)-piridina, 2-(p-aminobenzolsulfonamido)-tiazol, 20. 2-(p-aminobenzolsulfonamido)-5-etilo-tiodiazol, 2-(p-amino-benzolsulfonamido)-pirimidina y 6-(p-aminobenzolsulfonamido)-2.4-dimetilo-pirimidina.

Con preferencia se realiza la condensación en el disolvente inerte, con o sin adición de agentes de condensación. 25.

Los nuevos productos finales, en los que por regla general están condensadas dos mol. de una amina con 1 mol. de una dicetona, tienen propiedades antibactericas. Así impiden el crecimiento de los bacilos de la tuberculosis. 30. Estos resultados de los ensayos son sorprendentes, sobre todo porque el diacetilo-dianilo no muestra esta propiedad antibacterica. Los productos finales segun la invención están destinados a la aplicación terapéutica, particularmente para el tratamiento de enfermedades infecciosas.

35. EJEMPLO 1.

7 partes de p-cloranilina se mezclan, en 50 partes volumétricas de alcohol, con 2 partes de diacetilo y se hierven en el baño Maria durante 4 horas. Después de enfriar se separan por filtración los cristales amarillos que 40. se precipitan, de diacetilo-di-p-cloranilo y se recristalizan en ligroina. Se obtienen largas agujas amarillas que funden a 175° C.

EJEMPLO 2.

8 partes de p-amino-dimetilanilina recién destilada, y 2 partes de diacetilo se juntan, precipitándose en seguida un cuerpo de color amarillo-amaranjado; dicho cuerpo se tritura mezclándolo con 10 partes volumétricas de alcohol y para terminar la reacción, se calienta durante 10 minutos sobre el baño Maria. Después de aspirar y 50. recristalizar en alcohol, se obtiene el diacetilo-di-p-dimetil-



amino-anilo en forma de agujas de color amarillo oro que funden a 173° C.

De un modo análogo se obtiene el diacetilo-di-p-tolilo que funde a 112° C.

55. Si en lugar de la p-amino-dimetilanilina antes citada, se emplean p-aminobenzolsulfonamidas, se obtienen los correspondientes diacetilo-di-p-sulfonamido-anilos.

EJEMPLO 3.

60. 5 partes de éster etílico del ácido p-aminobenzóico se agregan lentamente a una solución de 1,6 partes de diacetilo en 20 partes volumétricas de ácido fosfórico al 85%, y después se calientan durante algun tiempo a unos 60° C. Se precipita el producto de condensación vertiéndolo en 200 partes volumétricas de agua. Después de varias recristalizaciones muestra un punto de fusión a 146° C.

65. De un modo análogo se obtiene por ejemplo tambien el producto de condensación de diacetilo con éster dietilaminoetílico del ácido p-aminobenzóico.

EJEMPLO 4.

70. 10 partes de diacetilo y 13 partes de ácido p-aminobenzóico se disuelven en unas 100 partes volumétricas de ácido fosfórico al 84% y se calientan durante algunas horas a 60-65° C. Después se vierte la solución en mucha agua, se aspira, se lava el residuo con metanol, recristalizándolo luego repetidamente en metanol. De este modo se obtiene un producto de condensación que se descompone a 294-296° C.

75. El nuevo compuesto forma sales, como por ejemplo la sal sódica o cálcica.

EJEMPLO 5.

80. 5 partes de diacetilo y 4 partes de ácido p-aminobenzóico se calientan, en una retorta de cabeza esmerilada y al reflujo, con 50 partes de toluol, como disolvente, durante 4 horas hasta la ebullición, produciéndose al cabo de algun tiempo una completa disolución y separándose al cabo de 2 horas un aceite oscuro. Una vez terminada la reacción, se

85.



concentra la solución toluénica y se tritura el residuo en metanol, produciéndose luego la cristalización. La substancia, todavía parda, se recristaliza después repetidamente en etanol, agregándose carbón animal.

90. También puede efectuarse la purificación mediante disolución en lejía de sosa cáustica y precipitación con ácido sulfúrico.

De un modo análogo se obtienen los productos de condensación de diacetilo con ácido p-aminocinnámico y otros compuestos similares.

95. En los ejemplos citados puede también emplearse acetilopropionilo en concepto de dicetona.

N O T A

100. 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 hace constar que dicho invento corresponde a una patente presentada en Suiza, con fecha 4 de enero de 1944, acogándose 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 España: "Procedimiento para la obtención de productos de condensación"; caracterizándose por lo siguiente:

115. 1º.- Procedimiento para la obtención de productos de condensación, caracterizado porque se ponen en reacción 1.2-dicetonas alifáticas con monoaminas primarias, aromáticas, exentas de alcoxi y sustituidas en el núcleo.

120. 2º.- Procedimiento según reivindicación 1, caracterizándose porque se ponen en reacción 1.2-dicetonas alifáticas con aquellas monoaminas aromáticas, primarias y exentas de alcoxi, que están sustituidas con un grupo que facilita la solubilidad en el agua.

169168

- 5 -



32.=Procedimiento según reivindicación 1,
caracterizándose porque se emplea el diacetilo como 1.2-dicetona
alifática.

125. 42.= Procedimiento según reivindicaciones anterior-
res, caracterizado porque se obtienen por el mismo productos
de condensación de 1.2-dicetonas alifáticas con mono-aminas
primarias, aromáticas, exentas de alcoxi y sustituidas en el
núcleo.

130. 52.=Procedimiento para la obtención de productos
de condensación; tal y como queda substancialmente descrito
en la presente memoria, que consta de cinco hojas escritas
por una sola cara.

Madrid, 9 de marzo de 1945.

GESELLSCHAFT FÜR CHEMISCHE INDUSTRIE IN BASSEL.

Por Poder de J. GÓMEZ ACEBO