

180768



180768

MEMORIA DESCRIPTIVA

5.- de una PATENTE DE INVENCION cuyo registro se solicita por veinte años, para España y sus Posesiones a favor de DON JULIO GOMEZ D'CALDERON Y DON FERNANDO DE PEDRO JULVE, ambos de nacionalidad española y residentes en Barcelona por: "PROCEDIMIENTO PARA LA APLICACION DEL PARA-TOLUENSULFOCLORURO, RESIDUO DE LA FABRICACION DE ORTO-SULFIMIDABENZOICA, PARA LA OBTENCION DE PARA-ACETILTILFENETIDINA".-

10.- DESCRIPCION

15.- Hasta ahora el procedimiento clásico que se seguía en la fabricación industrial de la para-acetilfenetidina, consistía, fundamentalmente, en etilar el grupo hidroxilo del para-nitrofenol con alcohol etílico directamente, o mediante el empleo de sulfato de etilo, métodos que exigían el empleo de autoclaves y además daban rendimientos muy bajos que se traducían en un coste elevado del producto perseguido.



80768

20.- El propósito del presente invento, no es otro que la consecución de dicha etilación de una manera cómoda, exenta de peligros y de gran rendimiento, tanto industrial como económico. Para ello se utiliza el poder etilante del éster etílico del para-toluensulfocloruro, subproducto de la fabricación de la orto-sulfimidabenzóica por el procedimiento de Phalberg y Heyden, substancia que se encuentra a precio bajo en el mercado nacional.

25.- El procedimiento sobre que recae el invento que en la presente memoria se describe, consiste en la asociación de 1000 gramos de para-toluensulfocloruro, lavado y seco, que se colocan en un vaso de precipitados de 3 l. de cábida. Séguidamente se agregan 1500 gramos de alcohol etílico comercial, agitando bien con una varilla para hacer que la mezcla sea homogénea. Se rodea el vaso de precipitados de una mezcla frigorífica de hielo y agua, sumergiendo un termómetro en el vaso de precipitados y procurando que la temperatura descienda a 5-6° C. En el borde interno del vaso de precipitados se coloca el pico de un embudo de llave que contiene 800 c.c. de disolución de sosa caústica del 25% en peso, dejando caer la disolución alcalina en la mezcla alcoholica lentamente y con agitación, teniendo cuidado que la temperatura no pase de 20-23° C. Al cabo de 2-3 horas la reacción ha terminado. Se calienta entonces el vaso de precipitados hasta 35° C. (temperatura a que está en estado líquido el éster formado, pero no así el paratoluensulfocloruro que no ha reaccionado), y se filtra, en caliente, en el vacío.

40.- El filtrado se separa en dos capas, la superior es alcohol y agua, y la inferior es un aceite semicristalino constituido por para-toluensulfonato de etilo.

45.-

50.-



55.- Se decanta la capa superior y se lava la inferior varias veces con agua fría, decantando cada vez. Se obtiene así unos 950 gramos de para-toluensulfonato de etilo. El alcohol no reaccionado puede recuperarse de las aguas madres por destilación.

60.- Se disuelve un Mol de para-nitrofenol en lejía sódica del 20% hasta reacción neutra y se trata a reflujo con un Mol de para-toluensulfonato de etilo, obtenido según se ha mencionado. Al cabo de 5-6 horas de calentamiento la etilación ha terminado. Se deja enfriar un poco y se vierte el producto sobre agua, solidificando el producto etilado, con un rendimiento del 90 % del teórico. A partir del para-nitrofenol por reducci

65.- se obtiene la para-fenetidina y de ésta, por acetilación, la para-acetilfenetidina.

70.- El procedimiento descrito está sometido a alteraciones de forma conducentes al mismo resultado industrial, que no alteran la esencia del invento y por lo tanto, los terminos en que se presenta ésta invención, no deben entenderse en sentido limitativo, sino simplemente enunciativo y como uno de los medios básicos de realización práctica del objeto del privilegio que se reivindica.

75.-

N O T A
=====

Se reivindica como invención propia, para su explotación con caracter exclusivo durante la vigencia legal de ésta patente, el objeto sobre que la misma recae, cuál es;

80.-

1ª) "PROCEDIMIENTO PARA LA APLICACION DEL PARA-TOLUENSULFOCLORURO, RESIDUO DE LA FABRICACION DE ORTO-



180768

- SULFIMIDABENZOICA, PARA LA OBTENCION DE PARA-ACETILFENETIDINA" caracterizado por que 1000 gramos de para-toluensulfocloruro, lavado y seco, son dispuestos en
- 85.- vaso de precipitados, agregando 1500 gramos de alcohol etilico; agitando para su mezcla homogenea y rodeando el vaso con mezcla frigorifica apropiada; sumergiendo en el contenido del vaso un termometro a fin de obtener mantenida una temperatura de 5-6° C.
- 90.- 2ª) El mismo procedimiento, caracterizado por que en el borde interno del vaso de precipitados se dispone el pico de un embudo de llave conteniendo 800 c.c. de disolución de sosa caustica del 25% en peso cuya disolución es vertida lentamente y con agitación procurando una temperatura que no exceda de 20-23° C. hasta que la reaccion haya terminado.
- 95.- 3ª) El mismo procedimiento caracterizado por que obtenida la reacción se somete el vaso de precipitados a calentamiento hasta 35° C. en que está en estado liquido el éster formado; filtrando en caliente, en el vacio.
- 100.- 4ª).-El mismo procedimiento caracterizado, por que el liquido filtrado según la anterior reivindicación, se separa en dos capas, siendo la superior alcohol y agua y la inferior un aceite semi-cristalino constituido por para-toluensulfonato de etilo, separándolos por decantación y lavando la inferior varias veces con agua fria, decantando cada vez para obtener al final, aproximadamente 950 gramos de para-toluensulfonato de etilo.
- 105.- 5ª).-El mismo procedimiento caracterizado por que un Mol de para-nitrofenol se disuelve en lejía sódica del 20% hasta reacción neutra y se trata a reflujo con un Mol de para-toluensulfonato de etilo, según que-
- 110.-



180768

115.-

da descrito; dejándolo enfriar y vertiendo el producto sobre agua para la solidificación del mismo producto etilado.

120.-

6ª).-El mismo procedimiento caracterizado por que a partir del para-nitrofenetol por reducción se obtiene la para-fenetidina y de ésta, por acetilación, la para-acetilfenetidina.

125.-

7ª).- "PROCEDIMIENTO PARA LA APLICACIÓN DEL PARA-TOLUENSULFOCLORURO, RESIDUO DE LA FABRICACIÓN DE ORO-SULFIMIDABENZOICA, PARA LA OBTENCIÓN DE PARA-ACETILFENETIDINA" tal y conforme queda descrito y reivindicado.

130.-

Consta la presente memoria descriptiva de cinco hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara conteniendo un total de ciento treinta líneas incluida la presente.

Madrid 3 de Diciembre de 1.947
EL AGENTE OFICIAL:

ANTONIO ESCRIBA
P. E.