

1 85587

PATENTE DE INVENCION

SC.777



185587

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para la obtención de sales sustituidas
"de cianamida y guanidina".

Solicitantes: SOCIÉTÉ DES USINES CHIMIQUES RHÔNE POULENC,
domiciliados en 21 Rue Jean Goujon,
PARIS, Francia.

Segun la presente invención se ha descubierto que mediante reacción de la p-clorofenilocianamida con la isopropilguanidina, a temperatura moderada, se obtiene con excelentes rendimientos, una sal nueva que constituye un producto intermedio muy valioso para la fabricación de productos técnicos y farmacéuticos.

La preparación de esta sal se efectúa convenientemente poniendo en reacción en medio acuoso, oponiéndose a la elevación de la temperatura, las cantidades equimoleculares de p-clorofenilocianamida y de isopropilo-



1500 85587

guanidina o una de las sales de esta última, en este caso en presencia de la cantidad estequiométrica de un alcali cáustico. Como sales de isopropilguanidina especialmente adecuadas para esta ejecución particular, se

15. citarán: el sulfato, el clorhidrato, el nitrato. Los reactivos pueden introducirse en el medio reaccional en un orden cualquiera.

La separación de la sal de p-clorofenilocianamida y de isopropilguanidina no presenta dificultad alguna, debido al hecho de su insolubilidad en las soluciones

20. naturales de sales alcalinas.

Si las proporciones de reactivos y de agua se han elegido al principio tales que al final de la reacción la sal alcalina producida en la preparación se encuentra

25. en saturación en el agua del medio a la temperatura de la mezcla, ésta se separa en dos fases: la sal de p-clorofenilocianamida y de isopropilguanidina, de una parte y la solución saturada de sal alcalina, de otra parte. La sal que constituye la primera fase tiene generalmente la

30. consistencia de un jarabe: una vez decantada no tarda en cristalizarse. En todos los otros casos, añadiendo agua o sal alcalina al medio, o regulando la temperatura, o mediante estas dos operaciones simultáneamente, se pone el medio en estado de mezcla de sal de p-clorofenilocianamida y de isopropilguanidina y de una solución saturada

35. de sal alcalina, y se continúa la operación del mismo modo. Este procedimiento de aislamiento aun cuando es preferible por su sencillez, no es sin embargo específico de la invención; puede reemplazarse por cualquier otra

40. aplicación de los métodos conocidos de aislamiento de los productos individuales de una mezcla de reacción, extracción, filtración, disolución selectiva o fraccionada, etc.

La sal bruta aislada de p-clorofenilocianamida y

1 85587

- 3 -



45. de isopropilguanidina puede purificarse mediante cristalización.

El producto purificado se presenta en forma de cristales blancos, estables a temperatura ordinaria que funde a unos 108-109° C al bloque Maquenne (P.F.

50. instantánea acompañada de una descomposición parcial) pero isomerizándose poco a poco por calentamiento, tanto más rápidamente cuanto más elevada es la temperatura. Entre estos productos de isomerización, se puede aislar el N¹-p-clorofenilo-N⁵-isopropilebiguanida.

55. La nueva sal es insoluble en el bencol, el telueno, el anisol; por el contrario, es fácilmente soluble en el agua, ya a unos 5° C. y en todas proporciones a 30° C.

60. El procedimiento de la invención se aplica no tan solo a la preparación de la sal de la p-clorofenilocianamida y de la isopropilguanidina, sino también a la preparación de otras sales de cianamida y de guanidina diferentemente sustituidas.

65. Los ejemplos siguientes describen, a título de ejemplo no limitativo, unos modos de ejecución del invento.

EJEMPLO 1.

70. En un aparato de agitación, mantenido a 35° C. se hace reaccionar durante 30 minutos, 150 gr. de sulfato de isepropilguanidina con 99 cc. de una lejía de sosa a 35° Bé. Después se añade rápidamente una pasta compuesta de 164 gr. de p.clorofenilocianamida a un 93,4% y 142 gr. de agua. Se extrae entonces una muestra que se diluye en 20 veces su peso de agua destilada y se ajusta este fin de reacción añadiendo las cantidades de
75. clorofenilocianamida necesarias para que esta extracción sea neutra a la timolftaleina.

185587

- 4 -



15 OCT

80. La mezcla de reacción se separa en dos capas. La capa inferior es una solución saturada de sulfato de sosa SO^4Na^2 que no arrastra más que cantidades muy reducidas de la sal obtenida. Se la decanta.

85. La capa superior que está constituida por la sal bruta se deja permanecer durante 24 horas por lo menos para la cristalización. Por secado del producto cristalizado, se separa aún un poco de solución de sulfato de sosa que arrastra vestigios de sal, y se obtienen 240 gr. de los cristales de sal de isopropilguanidina de p-clorofenilocianamida con un 95% de sal, 3% de agua y 1,5% de sulfato de sosa.

90. Para purificarle, 100 gr. de este producto bruto se diluyen en 100 cc. de agua a 35° C. se añaden 3 gr. de negro decolorante, se filtra, después se hace cristalizar agitando y refrigerando a + 5° C. Se obtienen así 100 gr. de producto húmedo que, después de secado a 20° en una corriente de aire da 90 gr. de producto puro.

95. EJEMPLO 2.

100. Se efectúa la reacción como en el ejemplo 1. Después de haber efectuado una regulación a la neutralidad, se añaden 360 cc. de agua, cantidad necesaria para que el SO^4Na^2 formado esté en solución saturada a 150° C. en el agua contenida en la mezcla reaccional. Se refrigera la mezcla reaccional a 15° C. con agitación.

105. La sal cristaliza en pequeños granos muy fáciles de secar, se filtra, se crea y se seca por medio de una corriente de aire frío.

Se obtienen 242 gr. de sal bruta seca a 1% de sulfato de sosa.

N O T A

110. 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 el invento corresponde a una patente
115. presentada en Francia con fecha 25 de febrero de 1948, nº 550.422, 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 20 años
120. en España: "Procedimiento para la obtención de sales sustituidas de cianamida y guanidina"; caracterizándose por lo siguiente:
- 1º.- Procedimiento para la obtención de sales sustituidas de cianamida y guanidina, y especialmente de
125. la sal de p-clorofenilocianamida y de isopropilguanidina, caracterizándose porque se hace reaccionar en medio acuoso a temperatura moderada cantidades equimoleculares de cianamida sustituida y de guanidina sustituida o de una sal de esta última, y, en este caso, en presencia de
130. álcali cáustico, y en separar la sal de cianamida y de guanidina obtenida por métodos continuos, pudiendo efectuarse esta separación de preferencia por decantación después de haber puesto la mezcla reaccional en estado de sal de p-clorofenilocianamida y de isopropilguanidina
135. en presencia de una solución saturada de sal alcalina.
- 2º.- Procedimiento para la obtención de sales sustituidas de cianamida y guanidina; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de cinco hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 15 de octubre de 1948.

SOCIÉTÉ DES USINES CHIMIQUES RHÔNE POULENC.

Por Poder de J. GOMEZ ACEBO