

185588

PATENTE DE INVENCION

SC. 778



185588

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para la preparación de la N<sup>1</sup>-p-clorofenilo-N<sup>5</sup>-isopropilo-biguanida".

\*\*\*\*\*

Solicitante: SOCIÉTÉ DES USINES CHIMIQUES RHONE POULENC,  
domiciliadas en 21, Rue Jean Goujon,  
PARIS, FRANCIA.

\*\*\*\*\*

En la solicitud de patente depositada por estos mismos solicitantes y con esta misma fecha, por "Procedimiento para la obtención de sales sustituidas de cianamida y guanidina" se ha descrito una nueva sal

5. de la p-clorofenilo-cianamida y de la isopropilobiguanidina.

La presente invención se refiere a la preparación de la N<sup>1</sup>-p-clorofenilo-N<sup>5</sup>-isopropilobiguanida, por isomerización en caliente de esta sal.

10. Esta preparación puede efectuarse por sencillo



85588

calentamiento de la sal seca o en suspensión en un producto no disolvente de la sal y de la N<sup>1</sup>-p-clorofenilo-N<sup>5</sup>-isopropilobiguanida, durante un período suficiente para provocar su isomerización. Esta isomerización conduce a menudo a la formación de productos secundarios en cantidades importantes.

15. Se puede efectuar en solución en un disolvente común de la sal y de la N<sup>1</sup>-p-clorofenilo-N<sup>5</sup>-isopropilobiguanida o en un disolvente de la sal, no disolvente de la N<sup>1</sup>-p-clorofenilo-N<sup>5</sup>-isopropilobiguanida.

20. Un modo de actuar ventajoso para efectuar esta isomerización consiste en utilizar un medio reaccional no disolvente de la sal y disolvente de la N<sup>1</sup>-p-clorofenilo-N<sup>5</sup>-isopropilobiguanida. Se citará como esencialmente favorable la adopción de disolventes de esta clase, no polares, tales como el bencol, el tolueno, el anisol.

25. Los ejemplos siguientes de ejecución del invento se dan únicamente a título de ejemplo no limitativo. Las partes van indicadas en peso.

30. EJEMPLO 1. La sal bruta a 3% de agua descrita en el Ejemplo 1 de la solicitud de patente de que queda hecha mención anteriormente, se calienta progresivamente en vacío, para eliminar el agua a baja temperatura, después de mantenerse a 110° C. durante 3 horas. Se disuelve

35. la N<sup>1</sup>-p-clorofenilo-N<sup>5</sup>-isopropilobiguanida formada en el tolueno a 50°, se lava esta solución a unos 80-85° por una solución acuosa de ácido acético con lo que se aísla la N<sup>1</sup>-p-clorofenilo-N<sup>5</sup>-isopropilobiguanida, ya sea en forma de acetato por cristalización o ya sea en forma de base por dilución en agua, refrigeración y tratamiento con la sosa. Rendimiento 40% sobre la sal de partida.

40.



descrita

45. EJEMPLO 2. 1 p. de sal bruta a 1% de agua/en el Ejemplo 2 de la solicitud antedicha, en suspensión en 4 p. de tolueno, se deshidrata primeramente en caliente por acetropía. La mezcla se calienta después durante 3 horas a la temperatura de ebullición del tolueno, De la solución toluénica así obtenida se aísla el N<sup>1</sup>-p-clorofenilo-N<sup>5</sup>-isopropilobiguanida, como de la solución preparada en el ejemplo 1. Rendimiento 90% sobre la sal de partida.
50. EJEMPLO 3. La sal bruta todavía líquida obtenida en el Ejemplo 1 de la solicitud de patente anteriormente citada, inmediatamente después de decantación de la solución acuosa de sulfato de sosa, se vierte en el tolueno en ebullición, el agua contenida se elimina por acetropía y la mezcla se mantiene durante 3 horas a 110°. De la solución toluénica, se aísla la N<sup>1</sup>-p-clorofenilo-N<sup>5</sup>-isopropilobiguanida, como en los ejemplos precedentes. Rendimiento 75% sobre la sal contenida en la sal bruta líquida de partida.
60. EJEMPLO 4. 1 p. de la sal bruta a 1% de agua del ejemplo 2 de la solicitud de patente de que queda hecho mérito, se calienta con 4 p. de benzol. Se separa primero el agua contenida por acetropía, después se mantiene la mezcla durante 14 horas a 80° C. Se lava a 70° la solución benzólica obtenida con una solución acuosa de ácido acético y se aísla de ella la N<sup>1</sup>-p-clorofenilo-N<sup>5</sup>-isopropilobiguanida de esta solución como se ha descrito anteriormente. Rendimiento: 23% sobre la sal de partida.

70.

N O T A

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



85588

75. detalle en cuanto no altere su principio fundamental. Tambien se hace constar que el invento corresponde a una patente presentada en Francia con fecha 25 de febrero de 1948, nº 550.423, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido
80. invento y por lo que se solicita patente de invención, por 20 años en España: "Procedimiento para la preparación de la N<sup>1</sup>-p-clorofenilo-N<sup>5</sup>-isopropilobiguanida"; caracterizándose por lo siguiente:
85. 1ª.- Procedimiento para la preparación de la N<sup>1</sup>-p-clorofenilo-N<sup>5</sup>-isopropilo-biguanida, caracterizado porque se isomeriza en caliente la sal de p-clorofenilocianamida y de la isopropilloguanidina en seco, en suspensión o en solución o, de preferencia, en un medio no disolvente
90. de la sal de partida y solvente de la N<sup>1</sup>-p-clorofenilo-N<sup>5</sup>-isopropilobiguanida y, en particular, en un disolvente no polar tal como el benzol, el tolueno o el anisol.
95. 2ª.- Procedimiento para la preparación de la N<sup>1</sup>-p-clorofenilo-N<sup>5</sup>-isopropilo-biguanida; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria que consta de cuatro hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 15 de octubre de 1948.

SOCIETE DES USINES CHIMIQUES RHONE POULENC.

Por Poder de J. GOMEZ ACEBU

