

mc/

187055

10 FEB



187055

P A T E N T E   D E   I N V E N C I O N

a favor de

LUXEMA, SOCIETE ANONYME - de nacionalidad luxemburguesa -  
domiciliada en LUXEMBURGO,

por:

" procedimiento para la preparación de una amida partien-  
do de un cloruro de ácido y de un amino-alcohol ".

-----:oOo:-----

M e m o r i a   D e s c r i p t i v a

La presente invención se refiere a un procedi-  
miento para la preparación de una amida partiendo de un  
cloruro de ácido y de un amino-alcohol.

Ya es conocida la acción de los cloruros de

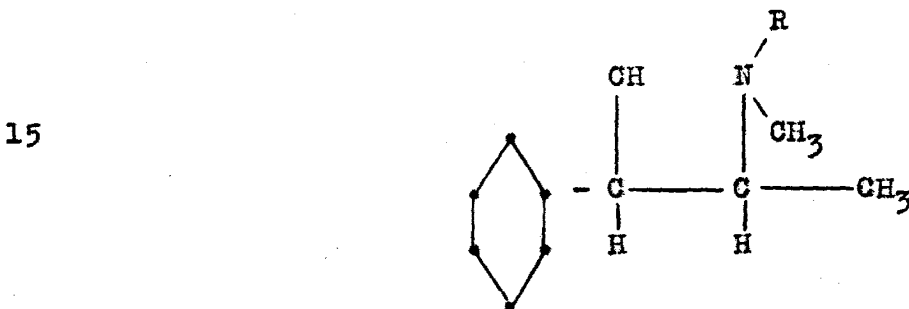


ácidos sobre los amino-alcoholes. Como se sabe, cuando se tratan estos reactivos por el método de Schotten Baumann, se obtienen amidas.

5 Se sabe así mismo que el 1-fenil-2-metilamino-propanol reacciona con las cetonas y especialmente con el alcanfor dando un compuesto de adición con pérdida de una molecula de agua.

10 Según la presente invención, se hace reaccionar el 1-fenil-2-metilamino-propanol con un sulfocloruro aromático o terpenico en el seno de un disolvente de ambos reactivos.

Se obtiene así una amida de fórmula:



en la que R representa un radical sulfonilo.

20 En el caso del cloruro de canfosulfonilo, esta amida dá las reacciones específicas de las cetonas, mientras que los compuestos de adición obtenidos por reacción entre el 1-fenil-2-metilamino-propanol y las cetonas no presentan estas reacciones. De esta manera y  
25 según la invención, haciendo reaccionar dinitrofenilhidracina con la amina N-canfosulfonilo se obtiene una dinitrofenilhidrazona que funde a 230-231°C.

30 Según una particularidad de la invención, la reacción entre el 1-fenil-2-metilamino-propanol y un sulfocloruro aromático o terpenico se efectua en el seno de un eter-óxido anhidro o en el seno de benceno, tolueno o

187055<sup>10</sup>



xileno anhidro.

En los ejemplos siguientes, en los que se describen varias maneras de preparar la amida según la invención, pueden apreciarse otras particularidades y detalles del procedimiento.

5

EJEMPLO 1.— En un balón se introducen 165 partes de 1-fenil-2-metilamino-propanol disuelto en eter anhidro. Se añade, agitando, a esta solución eterea 100 partes de carbonato sódico seco y luego se introduce en el balón una solución saturada de 252 partes de cloruro de canfosulfonilo en eter seco. Debe cuidarse de agitar el contenido del balón durante la introducción de la solución de cloruro de canfosulfonilo. El producto de la reacción se coagula en masa y se separa por filtrado. Este producto se purifica por extracción por medio de cloroformo o de alcohol etílico. Se precipita añadiendo eter (de seis a ocho volúmenes) a la solución. La purificación del producto resultante de la reacción del 1-fenil-2-metilamino-propanol y del cloruro de canfosulfonilo puede también efectuarse por recristalización en una mezcla de cloroformo y de alcohol etílico. El rendimiento alcanza a 320 partes.

10

15

20

EJEMPLO 2.— se introducen en un recipiente apropiado 330 partes de 1-fenil-2-metilamino-propanol disuelto en benceno anhidro. Se añade, agitando el contenido del balón, una solución saturada de 252 partes de cloruro de canfosulfonilo. Coagula en masa. Se prosigue la operación como en el ejemplo 1.

25

La amida N-canfosulfonilo obtenida de esta manera, funde a 157-160°C.

30

Esta amida es soluble en agua, alcohol metílico, alcohol etílico, cloroformo, acetato de etilo y ácido



acetico glacial. Es poco soluble en caliente en el benceno. Y por último, es insoluble en eter y en eter de petroleo.

5 EJEMPLO 3.- Se hace reaccionar, en medio bencenico y en presencia de carbonato de sodio anhidro, el 1-fenil-2-metilamino-propanol con el cloruro de benceno-sulfonilo.

10 Cuando termina el desprendimiento de calor provocado por la reacción, coagula en masa. El producto se redisuelve en alcohol etílico y se precipita con eter. La amida obtenida funde a 96-97°C.

15 EJEMPLO 4.- Se hace reaccionar, en medio bencenico, en presencia de carbonato de sodio anhidro, cantidades equimoleculares de 1-fenil-2-metilamino-propanol y de cloruro de p-tolueno-sulfonilo. La amida formada se separa por filtración y se recristaliza en benceno. Funde a 115-116°C.

20 EJEMPLO 5.- 8,25 partes de 1-fenil-2-metilamino-propanol se disuelven en 40 c.c. de benceno seco. Se añade lentamente a la solución bencenica 11,3 partes de cloruro de naftaleno-beta-sulfonilo. Se termina la reacción calentando en baño maria durante una hora. Se filtra en caliente y se recristaliza. La amida obtenida funde a 122-123°C.

25 -----: N O T A :-----

Se reivindica como objeto de esta patente:

30 1.- Procedimiento para la preparación de una amida partiendo de un cloruro de ácido y de un amino-alcohol, caracterizado por hacer reaccionar el 1-fenil-2-



# 187055

metilamino-propanol con un sulfocloruro aromático o terpenico en el seno de un disolvente de ambos reactivos.

5

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que la reacción entre el 1-fenil-2-metilamino-propanol y el sulfocloruro aromático o terpenico se efectua en el seno de un eter-oxido.

10

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que la reacción entre el 1-fenil-2-metilamino-propanol y el sulfocloruro aromático o terpenico se efectua en el seno de disolventes orgánicos tales como el benceno, tolueno o xileno.

15

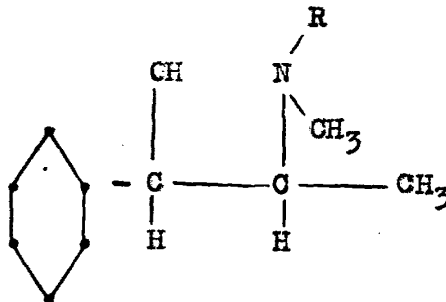
4.- Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la amida obtenida se purifica por extracción por medio de un disolvente tal como el cloroformo o el alcohol etílico.

20

5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que la amida obtenida se purifica por recristalización en una mezcla de cloroformo y alcohol etílico.

25

6.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la mida obtenida es de fórmula:



30

en la que R representa un radical sulfónico.

7.- Procedimiento para la preparación de una amida partiendo de un cloruro de ácido y de un amino-

10 FEB



**187055**

alcohol.

Esta memoria consta de seis páginas, escritas  
por una sola cara.

BARCELONA, 10 FEB. 1949

P.A.

JOSÉ M.<sup>a</sup> BOLÍBAR  
F.P.