


mc/

10 MAR 1970



197070

197070

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

=====

a favor de

D. José ANDREU MIRALLES y D. Juan ANDREU MIRALLES - de nacionalidad españoles - domiciliados en Rambla Cataluña, núm. 66, BARCELONA,

por:

" Procedimiento para la obtención de amidas de ácidos sulfónicos "

====:OOO:=====

M e m o r i a D e s c r i p t i v a

La presente patente tiene por objeto un procedimiento para la obtención de amidas de ácidos sulfónicos, que presenta importantes ventajas, tanto de orden técnico como práctico, sobre los procedimientos empleados usualmente has-

10 MAR

197070



ta ahora.

Los procedimientos que vienen utilizándose en la fabricación de amidas de ácidos sulfónicos, y más concretamente de las amidas del ácido sulfanílico, se basan en el método descrito por Gelmo en el año 1908, para la obtención de derivados sulfanilamidicos. (Journal für Praktische Chemie, 2ª serie, tomo 77, páginas 369 a 382).

Dicho método, que proporciona excelentes resultados cuando se practica con cloruros de ácido sulfónico y el amoniaco o aminas primarias alifáticas, ofrece especiales inconvenientes al aplicarlo a bases que, por su constitución química, son capaces de reaccionar de forma tautómera y que por ello permiten la formación, como producto de la reacción, de dos derivados distintos en lugar del único deseado.

Para remediar esta dificultad se han intentado distintos sistemas los cuales, en general, no son aplicables prácticamente por recurrirse en ellos al empleo de determinados disolventes que, además de complicar el proceso químico, son de difícil adquisición, por lo que encarecen excesivamente la obtención de las citadas amidas.

El procedimiento objeto de la presente patente soluciona estos inconvenientes y simplifica considerablemente el proceso de obtención, permitiendo alcanzar un rendimiento superior al de otros procedimientos conocidos.

Según este procedimiento se opera con una solución o suspensión acuosa de la amina, sobre la que se añade gradualmente una fina suspensión acuosa de cloruro de p.acetilaminosulfanilo, o de otro sulfocloruro que lleve en posición "para" un substituyente acilamino, nitro o halogeno, por ejemplo, el cual sea fácilmente transformable en amino por alguno

- 3 -
197070

10M



de los procedimientos habituales en Química Orgánica para tal fin, como hidrolisis, reducción, aminación, etc.

5 Durante la reacción debe añadirse, también gradualmente, y bajo agitación, una solución acuosa de álcali, para que la reacción transcurra constantemente a un pH previamente establecido, en el que coexisten la amina libre y su clorhidrato, con preponderancia de la primera. Así se alcanzan rendimientos muy elevados del derivado sulfamídico de copulación, superiores incluso a los que se consiguen con aquellos vehículos de reacción más dispensiosos, y de los que ya antes nos hemos ocupado.

10 La adición gradual de álcali en las condiciones indicadas permite el mejor aprovechamiento de la base amí-
nica puesta en reacción. La descomposición más o menos lenta del cloruro de ácido sulfónico, que siempre tiene lugar
15 no siendo el medio completamente anhidro, da origen a productos de carácter ácido que, además de disminuir el rendimiento de la reacción en el caso de que se utilizase solo la cantidad teórica de cloruro de ácido, fijan en forma de sa-
20 les una parte de la base amínica, imposibilitándola de reaccionar correctamente. Estos inconvenientes, determinantes de una merma en el rendimiento y en la pureza del producto, se evitan en el procedimiento objeto de esta patente con el empleo de un exceso de cloruro de ácido y con la adición gra-
25 dual de álcali para mantener el pH adecuado.

La exposición experimental que se indica a continuación para mejor comprensión de la naturaleza del procedimiento no debe considerarse limitativa en cuanto a los detalles de técnica que se refieren.

30 Ejemplo: En un recipiente de unos 500 litros de capacidad, se dispone la suspensión de 10 kg. de amino-2-tiazol

10M4



197070

(1-3) en 50 kg. de agua y, manteniendo una viva agitación de la masa mediante un mecanismo apropiado, se añaden unos 50 kg. de cloruro de p-acetilaminobencenosulfonilo inter-
5 puesto finamente en agua, formando una papilla, y simultáneamente se añade gota a gota, una disolución concentrada de hidróxido sódico en cantidad suficiente para mantener en todo momento el pH del líquido entre 5 y 6,5. Se vá graduando la velocidad de adición de la papilla de cloruro de p-acetilaminobencenosulfonilo, y consiguientemente la de la
10 disolución de sosa, de manera que, por el calor desarrollado por la reacción, la temperatura se mantenga entre 22 y 30°. Una vez añadida toda la papilla se continúa la adición de hidróxido sódico, en las mismas condiciones que en la fase anterior de adición del cloruro de p.acetilamino-
15 bencenosulfonilo, hasta que el cloruro haya reaccionado totalmente, activándose el final de la reacción mediante calefacción lenta y cuidadosa.

El precipitado obtenido se recoge y lava con agua destilada abundante, sometiéndose a hidrólisis ácida o al-
20 calina para lograr la desacetilación de la acetilsulfamida. El hidrolizado caliente se decolora con carbón activo, se filtra y neutraliza, con lo que precipita el 2-p-amino-bencenosulfamidotiazol. El rendimiento alcanzado es de 21,5 kg.

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

Se reivindica como objeto de esta patente:

1.- Procedimiento para la obtención de amidas de ácidos sulfónicos, que consiste en hacer reaccionar en medio
30 acuoso, la amina correspondiente con un haluro de benceno sulfonilo, substituido en posición "para" por un grupo que sea

10 MAR



197070

fácilmente transformable por los métodos corrientes en grupo amino, y en añadir gradualmente al mismo tiempo una solución acuosa de alcali, de manera que se mantenga constantemente un pH de valor comprendido entre 4 y 8.

5

2.- Procedimiento según la reivindicación anterior, caracterizado por emplear la amina en solución o en suspensión acuosa, añadiéndose gradualmente sobre ella una cantidad mayor de la teoría del haluro de benceno sulfonilo, en forma de suspensión acuosa muy fina.

10

3.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la solución de alcali se añade gota a gota durante todo el tiempo que dura la reacción, en cantidad suficiente para que durante este tiempo se mantenga un pH medio comprendido entre 5 y 6,5.

15

4.- Procedimiento para la obtención de amidas de ácidos sulfónicos.

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

BARCELONA, 10 MAR. 1951

P.A.