



20233 1

20233 1

MEMORIA DESCRIPTIVA  
DE LA  
PATENTE DE INVENCION

que por 20 años, para España y sus Posesiones, se solicita a favor de DON ADOLF CHRISTIAN JOSEPH OFFERMANN, de nacionalidad alemana, domiciliado en BERGISCH-GLADBACH -Alemania- c/. Hauptstr. 1-9, por: PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE HEXAAMINOCICLOHEXANOS, SUS SALES E INOSITAS

-Memoria descriptiva-

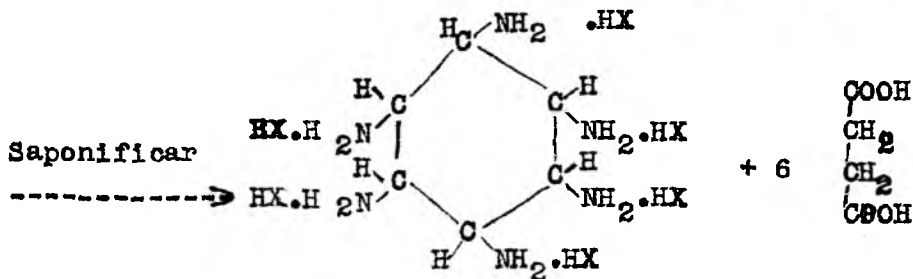
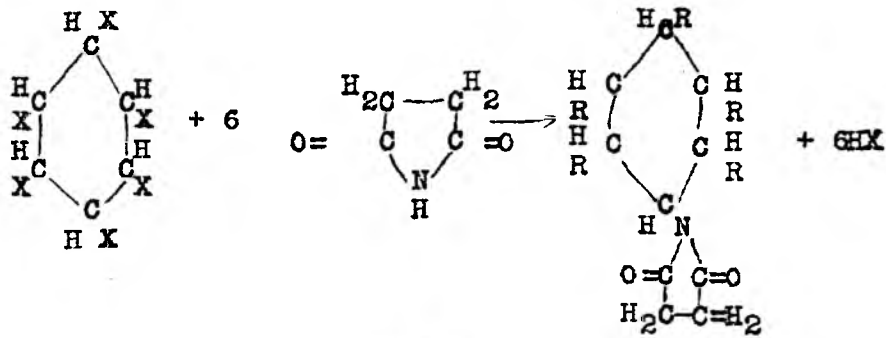
De acuerdo con el invento, los hexahalogen-  
ciclohexanos son sometidos a reacción con amoníaco o alcaliamidas. También, de conformidad con el presente invento se hace reaccionar a los hexahalogenciclohexanos con ácido-imidas y se saponifican los productos de reacción con medios ácidos<sup>6</sup> alcalinos para obtener hexaaminociclohexanos. De acuerdo siempre, con el invento se hace reaccionar a hexahalogenciclohexanos con nitritos de metales pesados y se convierten los ciclohexanohexanitritos en los correspondientes compuestos amino, siendo tratados, en los



tres casos, los hexaaminociclohexanos obtenidos, o las sales de los mismos, con reactivos que como los nitritos o gases nitrosos transforman los grupos amino en grupos hidroxílicos. De acuerdo con el invento se tratan también los hexalogenciclohexanos con óxidos e hidróxidos de metales pesados en solución orgánica-acuosa u orgánica, respectivamente, de manera a obtener inositas.

La reacción de los hexahalogenciclohexanos con amoníaco, alcali-amidas o ácido-imidas o sus compuestos alcalinos se realiza preferentemente en medios solventes orgánicos, tal como xilol, por ejemplo, a temperaturas convenientemente elevadas.

Se puede ilustrar esquemáticamente la reacción del hexahalogenciclohexano con ácido-imidas con referencia al ejemplo de la succinimida mediante las fórmulas siguientes:



En estas fórmulas, X significa halógeno, y R un residuo de ácido-imida, o sea, en el presente caso, un residuo de succinimida.



40 Como material de partida se emplea en el procedimiento de acuerdo con el invento, un hexahalogenciclohexano, por ejemplo, hexacloro- o hexafluorciclohexano. A  
55 estos compuestos de partida se les hace reaccionar con amoníaco, alcaliamidas o ácidos-imidas por ejemplo, succinimida oftalimida o sus compuestos alcalinos, en solventes orgánicos a temperatura más elevada. Como solventes orgánicos se emplearán preferentemente aquellos que no reaccionan con las sustancias participantes en la reacción, tal como por ejemplo, el xilol. El calentamiento de la mezcla de reacción se efectúa preferentemente bajo reflujo.

50 En el caso de practicarse la reacción entre hexahalogenciclohexanos y ácidos-imidas, que se efectúa con liberación de hidrógeno halogenado, se saponifican los productos de reacción con medios ácidos, por ejemplo, con ácidos minerales o con álcali, tal como una solución de soda  
55 o de potasa cáustica. De este modo se obtienen los hexaaminociclohexanos, o sus sales, respectivamente, y el ácido de la correspondiente ácido-imida, que se podrá separar mediante filtración, por ejemplo, de los hexaaminociclohexanos o sus sales, respectivamente.

60 De acuerdo con una forma de realización del invento, se convierten hexahalogenciclohexanos con nitritos de metales pesados y se reducen los ciclohexanonitritos así obtenidos a los correspondientes amino-compuestos. A título de metales pesados puede hacerse uso de nitrito de plata,  
65 de plomo o de mercurio.

70 A los hexaaminociclohexanos o a sus sales se les trata con reactivos para efectuar un intercambio de los grupos amino por grupos hidroxílicos. De este modo se obtienen inositas. Como reactivos que provocan la transformación de los grupos amino en grupos hidroxílicos pueden men-



cionarse, a título de ejemplo, los nitritos o gases nitrosos.

De acuerdo con otra forma de realización del invento se obtienen inositas también directamente tratando a hexahalogenciclohexanos con óxidos e hidróxidos de metales pesados en solución orgánica-acuosa u orgánica, respectivamente. Como ácidos de metales pesados puede hacerse uso, por ejemplo, de óxido de plata o de plomo.

Los hexaaminociclohexanos así obtenidos, así como sus sales e inositas, constituyen medios terapéuticos valiosos, y son igualmente útiles para combatir plagas e insectos, especialmente cuando de los compuestos obtenidos se aislan los -compuestos, de acuerdo con los procedimientos ya conocidos.

-E j e m p l o-

Se disolvieron 19,5 g de hexaclorociclohexano y 40,5 g de succinimida en 300 cm<sup>3</sup> de xilol y se calentó la mezcla durante 5 horas bajo reflujo (temperatura de baño 160-165° C/). Después del enfriamiento se separó por aspiración el producto de la reacción y se le recrystalizó en alcohol. Se calentaron 20g de este producto de reacción con 250 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico durante 2 horas bajo reflujo, obteniéndose la separación por recrystalización de ácido succínico durante el enfriamiento. Se separó esta substancia por aspiración y se redujo el filtrado sobre baño maría, separándose, por recrystalización, hexahidrocloruro de hexaaminociclohexano. El rendimiento de este compuesto fué de 95% teórico. Efectuando la reacción con nitrito de amonio, se cambió el grupo amino por un grupo hidroxílico, obteniéndose entonces inosita con un rendimiento teórico de 40%.

75

80

85

90

95

100



-REIVINDICACIONES-

Se reivindica como de la propia y nueva invención la propiedad y explotación exclusivas de:

- 1) Procedimiento para la producción de hexaaminociclohexanos, sus sales e inositas, caracterizado por el hecho de que a hexahalogenciclohexanos se les hace reaccionar con amoníaco o álcali-amidas; o se les hace reaccionar ácido-imidas, por ejemplo, con succinimida o con alcalí-compuestos de las mismas y se saponifica el producto de la reacción con medios ácidos o alcalinos; o se les hace reaccionar con nitritos de metales pesados y se reducen los ciclohexanonitritos obtenidos a los correspondientes amino-compuestos, tratándose los hexaaminociclohexanos o sus sales, obtenidos en los tres casos, eventualmente con reactivos que, a la manera de nitritos o gases nitrosos, convierten a los grupos amino en grupos hidroxílicos, o tratando a los hexahalo-ciclohexanos con óxidos e hidróxidos de metales pesados en solución orgánica-acuosa u orgánica, respectivamente.
- 2) Procedimiento para la producción de hexaaminociclohexanos, sus sales e inositas, según reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que la reacción de los hexahalogenciclohexanos con amoníaco, álcali-amidas o ácido-imidas o sus álcali-compuestos se efectúa en medios solventes orgánicos, a temperaturas elevadas.
- 3) Procedimiento para la producción de hexaaminociclohexanos, sus sales e inositas, según reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque a título nuevos compuestos, los hexaminociclohexanos de la fórmula  $C_6H_6 \cdot (NH_2)_6$ .
- 4) Procedimiento para la producción de hexaaminociclohexanos, sus sales e inositas, según reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque a título de nuevos compuestos, las sales

105

110

115

120

125

130



de los hexaaminociclohexanos de la fórmula  $C_6H_6(NH_2 \cdot NX)_6$  ;  
en la cual X significa un residuo de ácido.

5) Procedimiento, según las reivindicaciones anteriores  
caracterizado por el hecho de consistir esencialmente en  
PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE HEXAAMINOCICLOHEXANOS,  
SUS SALES E INOSITAS.-

Consta la presente memoria descriptiva de  
seis hojas numeradas y mecanografiadas en una sola cara.

MADRID, febrero de 1952.-

135