

AÑO 1.958

Expediente núm.



246226

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

246226

PATENTE DE INTRODUCCION

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE INTRODUCCION** por **10** años, en España

a favor de

CHEMISCHE FABRIK VON HEYDEN A.G., de nacionalidad

alemana domiciliado en **MUNICHEN 23 (Alemania)**

calle de **Leopoldstrasse** núm. **4**

por:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE UREAS DE

N-SULFO NL.

Nº 11816

Agente Sr. de la Torre Roselló



246226

246226

MEMORIA DESCRIPTIVA

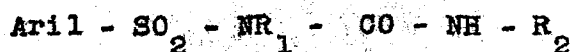
DE LA

PATENTE DE INTRODUCCION

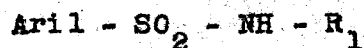
que por diez años, para España y sus Posesiones, se solicita a favor de la firma: CHEMISCHE FABRIK VON HEYDEN A.G., entidad alemana, residente en MUNCHEN 23, (ALEMANIA), Leopoldstrasse 4, por: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE UREAS DE N-SULFONIL".

--o-o-o-o-o-o-o--

Los derivados de urea de ácido sulfónico aromático sustituidos sobre nitrógeno no pueden obtenerse generalmente por el sencillo procedimiento de la reacción de ureas con cloruros de ácido sulfónico, como los correspondientes derivados de urea de los ácidos carbónicos orgánicos. Al ensayar tal reacción entre urea y cloruro de ácido sulfónico se separa por cierto durante la reacción ácido clorhídrico, pero no se originan en ella las ureas sulfonilicas, sino ácidos sulfónicos además de los productos separados de agua de la urea, o sus productos de polimerización respectivamente, por ejemplo, diciandiamida. Se habla encontrado que las deseadas ureas de N-sulfonil de la fórmula:

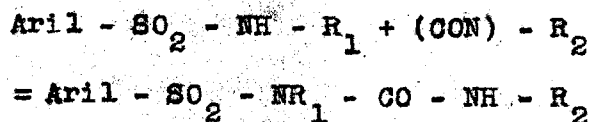


15 (Aril significa un núcleo aromático no-sustituidos o sustituido o un sistema aromático condensado, R₁ y R₂ significan hidrógeno, alquil, aralquil o radicales de aril) pueden obtenerse de una manera sorprendente fácil, cuando se salen de N-sulfonilamidas de la fórmula:

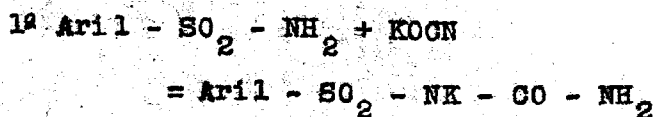


de la reacción química de derivados del ácido cianico o isocianico respectivamente, de la fórmula (CON) R₂ o de la reacción química de tales combinaciones respectivamente que en el curso de la reacción 20 pueden transformarse en ácido cianico e isocianico o que separan dichas combinaciones, por ejemplo, nitro-urea, urea o uretano y similares. Correspondientes a la naturaleza ácida de las sulfonamidas en que es especialmente sorprendente una reacción comparable con las aminas, pueden aplicarse también las sales del ácido cianico o de la 25 nitro-urea respectivamente o pueden estar presentes combinaciones básicas o sales neutralizantes de ácido, como por ejemplo sosa. En este caso se obtiene, siempre que esté sobre el átomo de nitrógeno cercano al grupo de sulfonil todavía un átomo de hidrógeno, enseguida las sales de las ureas de N-sulfonil que en solución acuosa reaccionan casi neutral. 30

La reacción se desarrolla en el resultado final según las ecuaciones siguientes:



35 Para el caso de que R₁ es hidrogeno y empleado cianato - potásico como derivado de ácido cianico, se puede suponer por ejemplo la siguiente manera de reacción:

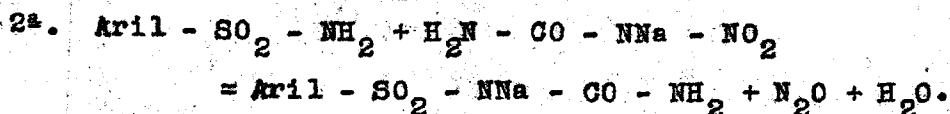


246226

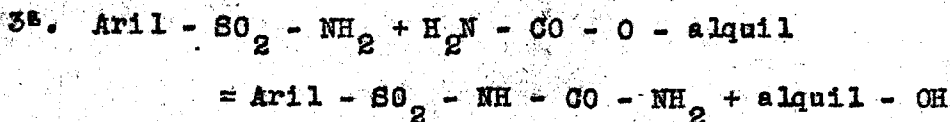


20 VIC

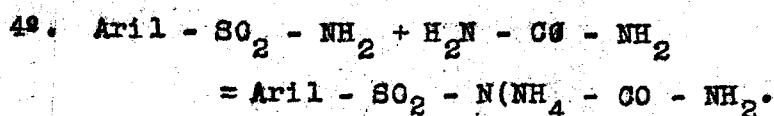
Para sodio de nitro-urea:



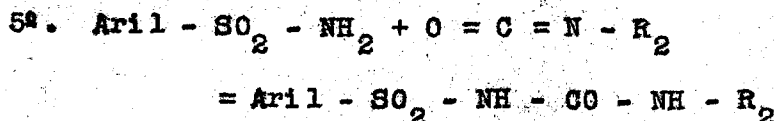
Para uretano:



Para urea:



Para ester de ácido isocianico:



40

La reacción se realiza en general mejor con calor, por ejemplo, a temperaturas desde 60 hasta 100°.

En cuanto que las ureas de N - sulfonil que se originan, llevan sobre el átomo de nitrógeno cercano al grupo de sulfonil todavía hidrógeno, son ellas combinaciones fuertemente ácidas, que dan sales alcalinas neutrales y que por lo tanto son a menudo fácilmente solubles en sosa. En el otro caso son ellas combinaciones neutrales.-

45

Las nuevas combinaciones son aplicables para objetos técnicos y como medios curativos. Especialmente valiosas son aquellas combinaciones que poseen sobre el núcleo de sulfonil aromático en posición - p en relación con el grupo SO₂ un grupo de amino y que llevan en el N-atomo cercano al grupo de sulfonil todavía un átomo de hidrógeno. Ellas representan medios curativos contra enfermedades de infección. El grupo de amino puede ser introducido o como grupo de amino acidulado con el componentes de ácido sulfónico y dejado posteriormente al descubierto por saponificación, o como grupo de nitro, que después de la fabricación de la combinación de urea es

50

55

246226



reducida al grupo de amino.

Ejemplo 1º.

60 50 gr. de benzolsulfonamida y 28 gr. de cianato sódico son calentados en alcoholes de 80 hasta 90% tanto tiempo hasta la ebullición, hasta que un se ha hecho completamente soluble en el agua, habiéndose formado entonces la sal potásica de la urea benzolsulfonílica que puede
65 recristalizarse del agua, eventualmente con adición de carbonato potásico, para la reducción de la solubilidad. Disuelta en agua y acidulado con ácido acético glacial se precipita la urea libre que tiene después del secado el P.F. = 170 hasta 171º. Volúmen de producción 90% aprox.-

Ejemplo 2º.

70 50 gr. de p-toluel - sulfonamida y 25 gr. de nitro-urea sódica son calentados lentamente en alcohol de 80 hasta 90% hasta la finalización del desprendimiento de óxido nítrico. Una vez separado el alcohol por destilación se echa el residuo en mucha agua, siendo neutralizado con sosa y separado del material base no disuelto. Del filtrado
75 se separa por cristalización, una vez acidulado, la N-urea de -p-toluolsulfenil con un volúmen de producción de 80% aprox.- El resto - puede recuperarse de la parte insoluble en solución alcalina, empleandola como material base. Por aumento de la cantidad de nitro-urea -
80 puede aumentarse esencialmente el volúmen de producción. La purificación de la urea de toluolsulfenil se realiza mejor por cristalización de la sal potásica de poca agua con adición de carbonato potásico. Este se cristaliza en prismas bonitas produciendo, después de la disolución en agua y precipitación con ácido acético, la urea libre con P.F. = 184 hasta 188º bajo la descomposición.

85

Ejemplo 3º.

50 gr. de acetil-sulfanilamida y 30 gr. de cianato potásico son calentados algunas horas en 200 com. de alcohol y 20 com. de agua. Una vez enfriados es separado el producto de reacción que pesa después,

246226



28 DIC 1966

90 una vez secado, de 70 hasta 71 gr. El mismo presenta la sal potásica de la urea de p-acetilsulfanilil que con esto se ha originado en un volúmen a grosso modo de 100 % aprox.- La sal es cristalizada del agua con adición de carbonato potásico y forma entonces unas agujas largas bonitas. De este se origina con ácido acético la urea libre de P.F. = 185 hasta 188° bajo la descomposición.

95 Ejemplo 4°.

Con el volúmen de producción igualmente bueno se obtiene la urea de acetil sulfanilil, cuando se calientan 50 gr. de la amida del ácido acetil sulfanilico, 50 gr. de nitro-urea y 30 gr. de sosa en alcohol de 80 de 5 a 6 horas hasta su ebullición. La masa es casi completamente soluble en agua, una vez separado el alcohol por vaporización y consiste en la sal sódica de la urea arriba mencionada.

Ejemplo 5°.

105 5 partes de amida de ácido acetil sulfanilico, 3 partes de urea, 2 partes de sosa, 15 partes de alcohol y 5 partes de agua son calentadas sobre un baño de vapor. Pronto aparecen en el refrigerador sublimados de carbonato amónico, respectivamente, carbamato amónico. Pasadas 10 hasta 12 horas queda realizada la transformación con el 50% aprox., lo que se puede ver en el componente que se ha hecho soluble en agua. Siguiendo calentándose, concluye la reacción. También se puede emplear un disolvente de mayor grado de ebullición, por ejemplo, alcohol butílico u otras combinaciones básicas, por ejemplo, hidróxido potásico, carbonato potásico, alcoholato sódico o un amina terciaria, por lo que se realiza la reacción en parte mucho más rápidamente.

115 Resultados similares se obtienen también con uretanos, por ejemplo, con uretanos etílicos que reaccionan un poco más lentamente que la urea.

En todos los casos se obtiene la urea de acetil-sulfanilil del P.F. = 185 hasta 188° bajo la descomposición. Por saponificación con lejía de sosa cáustica o ácido clorhídrico concentrado se obtiene



120 de este la urea - N de p -aminobenzol-sulfonil con P.F. = 149 hasta 154° bajo la descomposición.

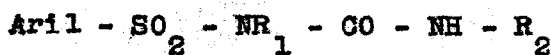
Ejemplo 6°.

20 gr. de amida de ácido acetil-sulfanilico y 12 gr. de isocianato fenilico son calentados más tiempo hasta 100°, lavándose luego el pro-
125 ducto de reacción en agua, neutralizándolo en estado caliente con solución de sosa y separandole una vez enfriado, de la parte insoluble. El ácido acetico separa del filtrado un precipitado blanco y espeso de la urea libre que es cristalizado mejor por medio de la sal potásica del agua con adición de carbonato potásico. La sal potásica for-
130 ma bonitas agujas de las cuales es puesto en libertad mediante ácido acético la N - (acetil-sulfanilil) - N' - fenil-urea en buen volúmen de producción.

Otros esteres de ácido isocianico se depositan de igual -
manera o incluso más fácilmente sobre sulfonamidas y forman en ello
135 las ureas de N - sulfonil N'-sustituídas.

-REIVINDICACIONES-

Se reivindica, no como nuevo, sino como no practicados en España para que sea objeto de Patente de Introducción, los puntos siguientes:
1.- Procedimiento para la obtención de ureas de N-sulfenil de la fórmula:
140



caracterizado porque se dejan reaccionar sobre sulfonilamidas aromáticas primarias o secundarias de la fórmula general Aril - SO₂ - NH - R₁ derivados del ácido cianico o ácido isocianico de la fórmula (CON) - R₂ o sus sales o tales combinaciones o sus sales, respectivamente,
145 de las cuales pueden originarse como productos intermedios durante la reacción los derivados de ácido cianico o ácido isocianico arriba mencionados en que tienen los símbolos la siguiente significación:
Aril = núcleo aromático no sustituido o sustituido o un sistema anu-

246226

26 D



150 lar aromático condensado, respectivamente, R_1 y R_2 = hidrogeno, alquil, aralquil o aril.

2.- "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE UREAS DE N-SULFONIL".

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

MADRID, 26 Diciembre de 1.958.

MODO DE LA...
R. S.