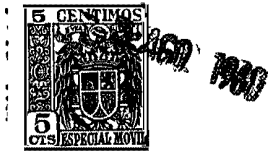


260114

260114



PATENTE DE INVENCION

por VEINTE años

en España, a favor de la firma LES INDUSTRIES  
CHEMICOES PARALLETIQUES, S.p.A., entidad italia-  
na, establecida en ROMA (Italia), Casella Posta  
li N. 290-296; cuya patente tiene por objeto:

" PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE SALES DE  
N-(5-nitro-2-furfurilileno)-l-aminohidantoína".

-.-.-.-.-

DESCRIPCION DE LA INVENCIÓN

El presente invento se refiere a un proce-  
dimiento para la obtención de sales de N-(5-nitro-  
2-furfurilileno)-l-aminohidantoína con hidróxi-  
dos alcalinos y alcalinotérreos, amoniacos y ba-  
ses orgánicas.

5.-

Para obtener dichas sales se tropieza con mu-  
chas dificultades; si se intenta obtener, p.e.,



una solución acuosa del N-(5-nitro-2-furfurilideno)-l-aminohidantoína, añadiendo la cantidad estequiométrica necesaria de álcali, se obtendrá -ya que la sal es prácticamente insoluble en el medio de suspensión- un precipitado sólido que se la parte se disuelve en parte en el agua, siendo siempre impurificado por N-(5-nitro-2-furfurilideno)-l-aminohidantoína. Se creía que se podría eliminar las dificultades de tal índole, añadiendo un exceso de solución básica. Pero en dicho caso se presenta una considerable disgregación de la sal, lo cual da por resultado un menor volumen de producto y ocasiona la formación de un producto final fuertemente impurificado.

El procedimiento del presente invento es caracterizado por elaborarse de N-(5-nitro-2-furfurilideno)-l-aminohidantoína, de un líquido mezclable con soluciones acuosas de hidróxido alcalino, hidróxido alcalinotérreo o de una base orgánica y una solución acuosa de una de dichas bases una solución de la correspondiente sal del N-(5-nitro-2-furfurilideno)-l-aminohidantoína, precipitando de la solución obtenida la sal del N-(5-nitro-2-furfurilideno)-l-aminohidantoína mediante un medio de disolución mezclable con dicha solución.

Para hacer precipitar la sal se podrá añadir o el medio de disolución de la solución del



260114

6.- N-(5-nitro-2-furfurilideno)-l-aminohidantoina que sirve de medio de precipitación, o, al revés, la solución de la sal al medio de disolución. De esta manera se puede disgregar fácilmente las pesadas sales en forma de un precipitado, cuya forma cristalina podrá ser distinta según las condiciones de la precipitación.

10.- Como medio de disolución que sirve de líquido mezclable con las soluciones básicas acuosas, se puede emplear etilencolorhidrina, y como medio de precipitación, por ejemplo, acetona, alcohol propílico o alcoholes.

15.- EJEMPLO 1.- Se van suspendiendo 10 grs. de N-(5-nitro-2-furfurilideno)-l-aminohidantoina en 30 com. de agua, agitándolo en una solución de 100 com. de etilencolorhidrina. Se añade a dicha suspensión 50 com. de una solución de nitróxido sódico del 8%, filtrándolo después rápidamente.

20.- Al filtrado se añade acetona en gotas, hasta que el producto quede cristalizado en forma de pláquitas pesadas, rectangulares. Después de secado en el vacío hasta los 40° C se obtendrán 8 a 10 grs. de sal con un contenido de agua del 10% aproximadamente.

25.- EJEMPLO 2.- Se van suspendiendo 10 grs. de N-(5-nitro-2-furfurilideno)-l-aminohidantoina en 30 com. de agua, agitándolo en una solución de



260114

- 4 -

5.- 100 ccm. de etilenclorhidrina. Se calienta dicha solución hasta los 30 a 35° C, añadiendo a la misma 30 ccm. de una solución de hidróxido sódico del 8%. El total se va calentando hasta los 40 a 45°C se filtra y se añade acetona al filtrado hasta la completa cristalización del producto. Se obtiene la misma cantidad de productos que en el ejemplo 1.

10.- EJEMPLO 3.- Se van suspendiendo 10 grs. N-(5-nitro-2-furfurilideno)-1-aminohifantoina en una solución de 100 ccm. de etilenclorhidrina y a dicha solución fría o caliente se añaden 30 ccm. de una solución de hidróxido sódico del 8% y se irá filtrando.

15.- El filtrado se vierte rápidamente y con agitación enérgica en 200 a 300 ccm. de acetona se forma enseguida un precipitado de la sal, que en la mayoría de los casos es amorfo o se irá precipitando en forma de pequeñas agujas cristalinas muy ligeras.

20.- Se obtendrá la misma cantidad de producto como en los ejemplos 1 y 2.

25.- EJEMPLO 4.- Se prepara una solución de 100 ccm. de etilenclorhidrina y 50 ccm. de hidróxido sódico del 4% y a dicha solución se añade poco a poco 10 grs. de N-(5-nitro-2-furfurilideno)-1-aminohifantoina.

Se filtra y se añade acetona al filtrado como en el ejemplo 1, o se vierte la solución en acetona como en el ejemplo 3. En los dos casos se obtendrá una sal que sólo se distinguirá en



la forma de los cristales. La cantidad del producto que se obtiene es igual a la de los anteriores ejemplos.

- 5.- EJEMPLO 5.- Se irán repitiendo los ejemplos 1, 2, 3, y 4 bajo las mismas condiciones, pero sustituyendo la solución de hidróxido cálcico por una solución de hidróxido potásico. En tal caso se obtendrá como producto final la sal potásica del N-(5-nitro-2-furfurilideno)-l-aminohidantoína en forma de planchitas rómbicas.

Después del secado en vacío a 45° C la sal pesa 8 a 9 grs.

- 10.- EJEMPLO 6.- Se repiten los ejemplos 1, 2, 3, 4 y 5 procediendo de la misma manera, pero sustituyendo en este caso la solución de hidróxido cálcico o la solución de hidróxido potásico por una solución de amoníaco.

El producto final consistirá en este caso en la sal amoníaca del N-(5-nitro-2-furfurilideno)-l-aminohidantoína.

- 20.- EJEMPLO 7.- Se añade poco a poco hasta la saturación N-(5-nitro-2-furfurilideno)-l-aminohidantoína a 100 ccm. de una solución saturada acuosa de hidróxido cálcico con 20 ccm. de etilenoclorhidrina. Se calienta ligeramente filtrándolo con rapidez y se precipita en el filtrado la sal agitando simplemente o añadiendo un medio de precipitación que podrá ser acetona o alcohol n-propílico.



5.- EJEMPLO 8.- Se suspenden en 5 grs. N-(5-nitro-2-furfurilideno)-l-aminohidantoina en 50 cc. de etilenclorhidrina. Se añade, agitando, una solución acuosa de etileno diamina del 5%, hasta la saturación completa.

Se filtra y se precipita en el filtrado la sal, añadiendo alcohol n-propílico.

10.- EJEMPLO 9.- Se suspenden 5 grs. de N-(5-nitro-2-furfurilideno)-l-aminohidantoina en 50 cc. de etilenclorhidrina. Para conseguir una solución total se añade una solución acuosa (1:1) de dietanolamina y se filtra.

Se precipita la sal en el filtrado, añadiendo lentamente y en gotas alcohol n-propílico.

15.- NOTA

Se declaran como de novedad y propiedad para todo el territorio español, el contenido de las siguientes

REIVINDICACIONES

20.- 1ª.- Procedimiento para la obtención de sales del N-(5-nitro-2-furfurilideno)-l-aminohidantoina caracterizado por elaborarse del N-(5-nitro-2-furfurilideno)-l-aminohidantoina, de un líquido mezclable con soluciones acuosas de nitrógeno alcalino, hidróxido alcalinotérreo, amoniacal o de una base orgánica y una solución acuosa de dichas bases, una solución de la correspondien-

25.-



sal del N-(5-nitro-2-furfurilideno)-l-aminohidantoina, precipitando de la solución obtenida la sal del N-(5-nitro-2-furfurilideno)-l-aminohidantoina mediante una disolución mezclable con dicha solución.

5.-

2ª.- Procedimiento según reivindicación 1ª, caracterizado por elaborarse una suspensión del N-(5-nitro-2-furfurilideno)-l-aminohidantoina en el líquido mezclable con la solución de base en agua.

10.-

3ª.- Procedimiento según reivindicaciones 1 a 2, caracterizado por elaborarse la suspensión a una temperatura ambiente o a una temperatura de los 40 a 50º C.

15.-

4ª.- Procedimiento según reivindicación 1 a 3, caracterizado por emplearse como medio de suspensión etilenclorhidrina y acetona como disolvente que sirve de medio de precipitación.

20.-

5ª.- Procedimiento según reivindicaciones 1 a 3 caracterizado por emplearse como medio de suspensión etilenclorhidrina y como disolvente alcohol n-propílico, que sirve de medio de precipitación.

25.-

6ª.- Procedimiento según reivindicaciones 1 a 5 caracterizado por emplearse como medio de suspensión etilenclorhidrina y como disolvente un alcohol de cadena lineal, que sirve de medio de precipitación.



- 5.- 7<sup>a</sup>.- Procedimiento según reivindicación 1 a 3, caracterizado por emplearse como medio de suspensión etilenclorhidrina y como disolvente un alcohol de cadena ramificada, que sirve de medio de precipitación.
- 8<sup>a</sup>.- Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado por emplearse una solución acuosa de hidróxido sódico.
- 10.- 9<sup>a</sup>.- Procedimiento según reivindicación 1<sup>a</sup>, caracterizado por emplearse una solución acuosa de hidróxido potásico.
- 10<sup>a</sup>.- Procedimiento según reivindicación 1<sup>a</sup>, caracterizado por emplearse una solución acuosa de amoníaco.
- 15.- 11<sup>a</sup>.- Procedimiento según reivindicación 1<sup>a</sup>, caracterizado por emplearse una solución acuosa de hidróxido cálcico.
- 20.- 12<sup>a</sup>.- Procedimiento según reivindicación 1<sup>a</sup>, caracterizado por emplearse una solución acuosa de etileno diamina.
- 13<sup>a</sup>.- Procedimiento según reivindicación 1<sup>a</sup>, caracterizado por emplearse una solución acuosa de etilamina.
- 25.- 14<sup>a</sup>.- Procedimiento según reivindicación 1<sup>a</sup>, caracterizado por emplearse una solución acuosa de dietanolamina.
- 15<sup>a</sup>.- Procedimiento según reivindicación 1<sup>a</sup>, caracterizado por emplearse una solución acuosa de trietanolamina.



- 9 -

26/1/50

16ª.- Procedimiento según reivindicación 1ª,  
caracterizado por emplear una solución acuosa de  
una base orgánica que posee la propiedad de hacer  
N-(5-nitro-2-furfurilideno)-1-aminobifenolina 6i  
soluble en agua.

5.-

17ª.- "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE  
SALINOS DE N-(5-nitro-2-furfurilideno)-1-aminobifenolina  
6i".

Todo ello conforme se describe y reivindica  
en la memoria que antecede que consta de NOVENA  
FOLIOS escritas a máquina por una sola de sus  
caras.

Madrid 2 de agosto de 1950

E. GONZALEZ VACAS  
P. P.