

288894



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

por veinte años,

para todo el territorio español, por UN PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE TOLUENAMIDAS, cuyo privilegio se solicita a favor de Don ANTONIO LUIS PALOMO COLL, con domicilio en calle Maestro Pérez Cabrero, 7, 6^a, A., BARCELONA, y cuyo inventor es el propio solicitante.

M E M O R I A D E S C R I P T I V A

En la literatura se hallan descritos diversos procedimientos de obtención de o-toluenamida a partir del ácido o-metilbenzoico, constituyendo el proceso tres fases operativas con sus intermedios, considerando la nitración como etapa en el caso del dinitro derivado.

5

Siendo la elaboración del ácido o-metilbenzoico realizada en gran escala industrial y habiéndose manifestado las dinitro-toluenamidas como valiosos coocidiostáticos, principalmente frente al E. Tenella; ha sido encontrado un pro-

288894



cedimiento para la preparación de dichos productos, el cual es objeto de la presente Patente, presentando la ventaja de, además de utilizar productos asequibles mundialmente, son esencialmente económicos y constituyendo el proceso total dos fases operatorias, consiguiendo un producto elaborado de gran pureza.

El método consiste en someter a tratamiento los ácidos-metil-benzoicos con urea a temperaturas de 180-240° C durante 2 a 6 horas, una vez enfriada la masa, se digiere con agua, alcalinizada a un pH de 9 a 10, se filtra y el sólido se recristaliza del agua o soluciones acuoso alcohólicas. De los filtrados alcalinos se recupera el ácido que no haya reaccionado, en el caso de convenir no llevar la reacción a su totalidad.

Cuando se opera con ácidos metil-benzoicos, la amida resultante es nitrada con mezcla sulfonítrica o bien ácido nítrico concentrado a temperaturas de 0 a 20° C.

El proceso en general se mejora utilizando catalizadores como el ácido bórico y molíbdico.

EJEMPLOS:

a) - Una mezcla de 20 g de ácido o-metilbenzico y 20 g de urea, se calientan en baño de aceite a 212°C, adiciona 0,1 g de ácido bórico y en el transcurso de 2 h. se le añaden en porciones 10 g de urea. Terminada la adición se enfría, añaden 100 cc de agua y calienta a principio de ebullición para desmenuzar la masa compacta que resultó de la reacción. Se enfría y lleva a un pH 9 a 10 con solución de hidróxido sódico, se filtra y el sólido se disuelve a ebullición en 100 cc de agua, decolora y filtra, cristalizando inmediata-

28889410



5 mente el producto blanco, se filtra a 10², una vez secos son obtenidos 10 g de o-toluenamida, con punto de fusión de 140-142°C, cristales blancos de aspecto nacarado. Los líquidos alcalinos de la filtración, son acidulados a un pH=3, filtra y el sólido se trata con agua y solución acuosa de amoníaco, filtra el residuo que seco pesa 8 g, formado por biuret. La solución amoniacal acidulada precipita el ácido o-metilbenzoico recogiendo una vez secos 11 g de producto de punto de fusión 102 a 103°C.

10 El rendimiento en amida es del 90,9%. Si la operación se ejecuta calentando durante 4 a 5 h, el rendimiento es del 91 a 93%, recuperándose de 1 a 2 g de ácido, siendo la transformación del 95 al 96%.

15 Así son preparadas p-toluenamida de punto de fusión de 160°C y rendimiento 96,5%; 3-5 dinitro -2 metilbenzamida con punto de fusión de 178 a 180°C y rendimiento 92% y 4-5 dinitro -2-metilbenzamida con punto de fusión de 209 a 211°C y rendimiento 89%.

20 b) - Sobre 100 cc de mezcla-sulfonítrica, enfriada con baño exterior frigorífico, se adicionan durante 95 minutos 30 g de o-toluenamida agitando continuamente y a temperatura de 15 a 20°C, luego se sigue agitando durante 30 minutos más y se vierte la masa de reacción sobre agua-hielo, se filtra, lava con agua, agua-bicarbonato y por último agua.
25 Una vez secos son obtenidos 48 g de 3-5 dinitro-2 metilbenzamida con punto de fusión de 180°C y rendimiento 96%.

Descrita suficientemente la invención, así como la manera de realizarla prácticamente, debe hacerse constar que la misma es susceptible de cuantas modificaciones de deta-

10 JUN 1963



288894

lle se estimen convenientes, siempre que no alteren su fundamento, a cuyo fin se declaran de novedad y propia invención del solicitante las siguientes reivindicaciones que constituyen la

5

NOTA REIVINDICATORIA

10

1ª - UN PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE TOLUENAMIDAS, caracterizado por hacer reaccionar ácidos metilbenzoicos con y sin substituyentes y urea, a temperaturas de 180 a 240°C, por un período de 20 minutos a 6 h, en presencia de ácidos bórico y, en su caso, molibídico.

15

2ª - UN PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE TOLUENAMIDAS, según la anterior reivindicación, caracterizado por tratar la o-toluenamida con mezcla sulfonítrica y en su caso ácido nítrico concentrado para obtener la 3-5 dinitro-2 metilbenzamida.

3ª - UN PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE TOLUENAMIDAS.

Todo tal y conforme queda descrito y reivindicado en la Memoria descriptiva que antecede y que consta de cuatro hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 10 de Junio de 1.963

ANTONIO LUIS PALOMO COLL

E.A.,

J. I. MORGADES Y GRANER
S. P.

J. I. Morgades
Fdo. M.ª del Carmen Morgades Graner