



PATENTE DE INVENCION

Le A 8240-Sp.

3 02 668

Memoria Descriptiva

sobre:

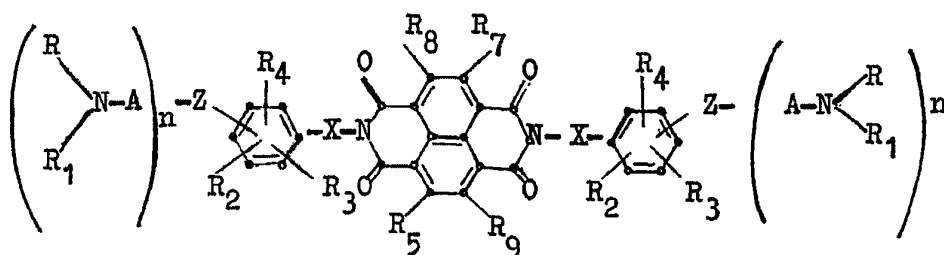
"Procedimiento para la obtención de diimidás del ácido naftalin-(1,4,5,8)-tetracarbónico, básicamente alquilizadas".

-.-.-.-.-.-.-.-

Solicitante: FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, ALEMANIA.--

-.-.-.-.-.-.-.-

Se ha descubierto que los compuestos de la fórmula general





30

- donde X está por una cadena alquilénica con 0 - 2 átomos de carbono, A por una cadena alquilénica ramificada o sin ramificar, con 0 - 6 átomos de carbono, que puede estar interrumpida por átomos de oxígeno o sustituida por grupos hidroxílicos, R significa hidrógeno o un resto alquílico con 1 - 8 átomos de carbono y R₁ un resto alquílico con 1 - 8 átomos de carbono, que en caso dado pueden estar unidos cada vez entre sí a través de átomos de hetero, tal como N, S u O,
- 5.
10. o un anillo aromático o hidroaromático, con A, en caso de que $Z = \begin{array}{c} \text{CH}_2\text{-n} \\ | \\ \text{R}_6 \end{array}$ con R₆ o pueden estar sustituidos por un anillo hidroaromático así como grupos OH, poseen valiosas propiedades biológicas.

- Z significa en la fórmula mencionada oxígeno, azufre, -N-R ó $\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{-n} \\ | \\ \text{R}_6 \end{array}$ siendo R₆ hidrógeno o una cadena alquílica con 1 - 4 átomos de carbono.
- 15.

- R₂, R₃, R₄, R₅, R₇, R₈ y R₉ están cada vez por hidrógeno, grupos de alquilo y de alcoxi con 1 - 4 átomos de carbono, grupos de cloro, bromo, hidroxilo, nitro, amino, sulfo, sulfonamida, amida del ácido carbónico, acetamino y acetilo. n es igual a 1 ó 2.
- 20.

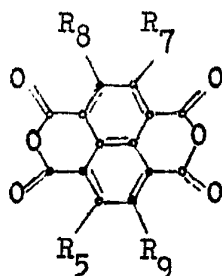
- Estos compuestos influyen como tales, o en forma de sus sales con ácidos inorgánicos u orgánicos no tóxicos, favorablemente las infecciones de amibas, lamblis y tubérculos. Ácidos adecuados son por ejemplo ácido acético, ácido propiónico, ácido láctico, ácido maleínico, ácido fumárico, ácido succínico, ácido tártrico, ácido cítrico, ácido salicílico, ácido naltalín-1,5-sulfónico, ácido fosfórico, etc.
- 25.
- 30.



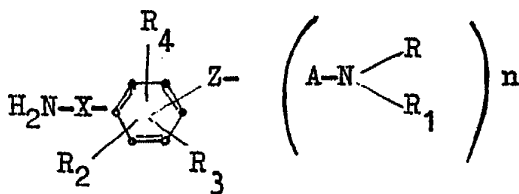
302668

En comparación son ineficaces las imidas no básicas conocidas del ácido naftalin-(1,4,5,8)-tetracarbónico [Pat. alem. 552 760; H. Vollmann, H. Becker, U. Corell, H. Srteeck y G. Langbein Ann. 531,1 (1937); H.E. Fierz-David y G. Rossi Helv. Chim. Acta 21, 1466 (1938); Pat. US 2 914 531].

De acuerdo con la presente invención se obtienen las diimidias del ácido naftalin-(1,4,5,8)-tetracarbónico reaccionando los anhídridos de la fórmula general



o el ácido tetracarbónico correspondiente con aminas de la fórmula general



en presencia de un disolvente o en fusión.

Ha demostrado ser especialmente favorable el empleo de tolueno y xilol como disolvente, retirándose el agua que se forma en la reacción mediante destilación azeotrópica.

Ejemplo 1

20 g de dianhídrido del ácido naftalin-(1,4,5,8)-tetracarbónico se calientan en xilol hasta



302668

- hervir. Se gotean 30 g de anilina 3-dietiloaminometilénica y se hierve en el separador de agua hasta que se ha separado la cantidad de agua calculada. Después de enfriar se agita varias veces con ácido acético diluido. Los
5. extractos ácido acéticos reunidos se ponen alcalinos, se aspira la precipitación obtenida y se recristaliza de éster acético/ CHCl_3 . 32 g de diimida del ácido N,N'-bis- $\overline{3}$ -(dietiloamino-metilo)-fenilo $\overline{7}$ -naftalin-(1,4,5,8)-tetracarbónico. P.F. 245-247°C.
10. Análogamente se obtiene:
El diimida del ácido N,N'-bis- $\overline{4}$ -(dietiloamino-metilo)-fenilo $\overline{7}$ -naftalin-(1,4,5,8)-tetracarbónico. P.F. > 280°
15. El diimida del ácido N,N'-bis- $\overline{2}$ -(N"-dietilo-etilenodiamino)-fenilo $\overline{7}$ -naftalin-(1,4,5,8)-tetracarbónico; P.F. 218°
- El diimida del ácido N,N'-bis- $\overline{4}$ -N"-etilo,N"- $\overline{6}$ -(dietiloamino-etilo)-amino-fenilo $\overline{7}$ -naftalin-(1,4,5,8)-tetracarbónico; P.F. 238-239°
20. El diimida del ácido N,N'-bis- $\overline{4}$ -($\overline{6}$ -dietiloamino-etoxi)-fenilo $\overline{7}$ -naftalin-(1,4,5,8)-tetracarbónico; P.F. > 280°
- El diimida del ácido N,N'-bis- $\overline{4}$ -pirrolidino-fenilo $\overline{7}$ -naftalin-(1,4,5,8)-tetracarbónico; P.F. > 330°.
25. Ejemplo 2
20 g de dianhidrido del ácido naftalin-(1,4,5,8)-tetracarbónico se suspenden en xilol. Se calienta hasta hervir y agitando se gotean 30 g de anilina 2-dietiloaminometilénica. A continuación se hierve
30. en el separador de agua hasta que ya no se separa más



agua. Después de enfriar se agita con ácido acético diluido, la solución ácido acética se pone alcalina y la precipitación obtenida se recristaliza de éster acético. 28 g de diimida del ácido N,N'-bis- γ -(di-
5. etiloaminometilo)-fenilo-7-naftalin-(1,4,5,8)-tetra-
carbónico. P.F. 130 hasta 132°C.

En forma correspondiente se obtienen:

El diimida del ácido N,N'-bis- γ -(di-
10. etiloamino-propilo)-fenilo-7-naftalin-(1,4,5,8)-tetracarbó-
nico; P.F. 322 hasta 323°C.

El diimida del ácido N,N'-bis- γ -(di-
amino-metilo)-fenilo-7-naftalin-(1,4,5,8)-tetracarbó-
nico, P.F. >360°C.

El diimida del ácido N,N'-bis- γ -(di-
15. fenilo-7-naftalin-(1,4,5,8)-tetracarbónico, P.F. >290°C.

El diimida del ácido N,N'-bis- γ -(di-
amino-metilo)-bencilo-7-naftalin-(1,4,5,8)-tetracloro-
carbono, P.F. 241 hasta 243°C.

El diimida del ácido N,N'-bis- γ -(di-
20. metilo)-fenilo-7-naftalin-(1,4,5,8)-tetracarbónico; P.F.
>300°C.

La anilina 4-piperidino-metílica empleada
como producto de partida se obtiene por reacción del
cloruro p-nitro-benzóílico con piperidina y ulterior
25. reacción.

El diimida del ácido N,N'-bis- γ -(di-
30. (piperidino-metilo)-fenilo-7-naftalin-(1,4,5,8)-tetra-
carbónico. P.F. 250 hasta 252°C.

La anilina 4-butoxi-5-piperidino-metílica
se obtiene del éster etílico del ácido 5-nitrosali-

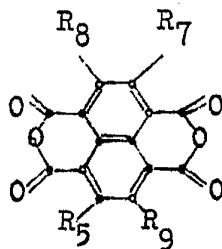


cílico por eterización con bromuro butílico, transformación del éter en el amida del ácido con piperidina y ulterior reducción.

N O T A

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento se refiere a una solicitud de patente presentada en Alemania con fecha 2 de agosto de 1963, nº F 40.402 IVd/12p, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE DIIMIDAS DEL ACIDO NAFTALIN-(1,4,5,8)-TETRA-CARBONICO, BASICAMENTE ALQUILIZADAS"; caracterizándose se por lo siguiente:
- 10.
- 15.
- 20.

1ª.- Procedimiento para la obtención de diimidias del ácido naftalin-(1,4,5,8)-tetracarbono básicamente alquilizadas, caracterizado porque los anhídridos de la fórmula general

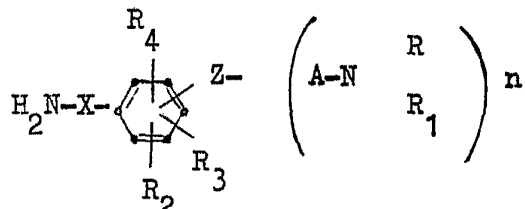


25. o el ácido tetracarbónico correspondiente se reaccionan



3658

con aminas de la fórmula general



- en presencia de un disolvente o en fusión, donde X está por una cadena alquilénica con 0 - 2 átomos de carbono, A por una cadena alquilénica ramificada o sin ramificar con 0 - 6 átomos de carbono, que puede estar interrumpida por átomos de oxígeno o sustituida por grupos de hidroxilo, R significa hidrógeno o un resto alquílico con 1 - 8 átomos de carbono y R₁ un resto alquílico con 1 - 8 átomos de carbono, que en caso dado pueden estar unidos cada vez entre sí a través de un átomo de hetero, tal como N, S u O ó un anillo aromático o hidroaromático, con A, y en caso de que Z = $\begin{array}{c} \text{CH}_2-n \\ | \\ R_6 \end{array}$ con R₆, o pueden estar sustituidos por un anillo hidroaromático así como grupos de OH, Z significa oxígeno, azufre, -NR o $\begin{array}{c} \text{CH}_2-n \\ | \\ R_6 \end{array}$
5. donde R₆ es una cadena alquílica con 1 - 4 átomos de carbono, R₂, R₃, R₄, R₅, R₇, R₈, y R₉ están por hidrógeno, grupos de alquilo y alcoxi con 1 - 4 átomos de carbono, grupos de cloro, bromo, hidroxilo, nitro, amino, sulfo, sulfonamida, amida del ácido carbónico, aceto-amino y acetilo y n es igual a 1 ó 2.
10. 20.
15. 25.

2ª.- "Procedimiento para la obtención de diimidaz del ácido naftalin-(1,4,5,8)-tetracarbónico, básicamente alquilizadas", tal y como queda substan-



302618

cialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de ocho hojas escritas
a máquina por una sola cara,

Madrid, 1904

FARBENFABRIKEN BAYER
AKTIENGESELLSCHAFT.-

J. GARCIA DE...
P. P.