

23 SEP. 1964

P.- 27.392

Fall 790 N



304287

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

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

e n

E S P A Ñ A

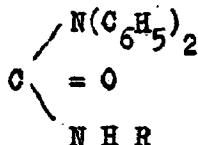
por VEINTE años

a nombre de NITROCHEMIE GmbH., entidad alemana, establecida en ASCHAU/KRS., Múhldorf (Obb.), República Federal Alemana, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPUESTOS DE
N,N-DIFENILUREA SUSTITUIDA"

El invento se refiere a un nuevo procedimiento para la obtención de N,N-difenilureas sustituidas de la fórmula

5



en la que R puede ser alcoholilo o arilo, obteniéndose por este procedimiento productos de una gran pureza y con rendimientos elevados, no alcanzados hasta ahora.

10

23 SEP 1951

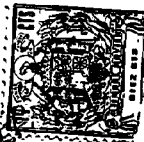


La N,N-difenil-N'-metilurea se solía obtener hasta ahora, preparando por los procedimientos conocidos, mediante fosgenación de difenilamina en xilol, cloruro difenilcarbámico, que se aislaba y se hacía reaccionar en éter seco con metilamina gaseosa. En otro procedimiento se hacía reaccionar una solución de cloruro difenilcarbámico, aclarada mediante fosgenación, con lejía y una solución acuosa de metilamina.

Los procedimientos empleados hasta hoy en día adolecen del inconveniente, de que el cloruro difenilcarbámico ha de ser aislado y hecho reaccionar en una solución etérea, mientras que en el otro procedimiento el cloruro difenilcarbámico se hidroliza parcialmente mediante la adición de lejía, siendo extraído del curso de la reacción por descomposición. En el procedimiento de la lejía, sobre todo, se producen a la vez productos secundarios, que impurifican el producto final, haciendo precisos procedimientos de purificación sustancialmente más extensos, lo que redundaría en pérdidas de rendimiento. Hasta ahora se alcanzaban generalmente rendimientos de a lo sumo aproximadamente 75%.

De acuerdo con el procedimiento según el invento, se orillan estos inconvenientes. Consiste éste, en que la solución de cloruro difenilcarbámico obtenida mediante fosgenación de difenilamina, se vierte directamente, sin previo aislamiento, en un exceso de solución de la amina correspondiente en agua o en un disolvente orgánico, tal como, por ejemplo, etanol. La difenilurea sustituida precipita con ello directamente con un color blanco puro y con rendimientos elevados de, por ejemplo, más de 90%, y después de recristalizada una vez desde alcohol, puede ser obtenida con gran pureza.

304287



23 SE

El cloruro de hidrógeno que se produce en la reacción, es fijado inmediatamente por el exceso de amina, y todas las posibles impurezas permanecen disueltas en este procedimiento, lo que es especialmente importante para conseguir un rendimiento elevado. A partir de los hidrocloruros amínicos que se obtienen como productos secundarios, se puede regenerar la amina mediante reacción con lejía alcalina, siendo devuelta al proceso.

Por el procedimiento de acuerdo con el invento se pueden obtener, sobre todo, las N,N-difenil-N'-alcohilureas y las N,N-difenil-N'-arilureas, con rendimientos elevados, empleándose como sustituyentes de alcoholo preferentemente metilo, etilo, propilo, butilo y amilo, y como sustituyentes de arilo, preferentemente fenilo, pero también cualesquiera otros, por ejemplo, fenilo sustituido.

Ejemplo 1º :

En una solución de 33,8 g de difenilamina en 40 g de xilol se introduce, refrigerando con hielo, primeramente parte del fosgeno, hasta que se forma una papilla espesa de cristales de cloruro difenilcarbámico e hidrocloruro difenilamínico. Mientras se agita, se eleva entonces la temperatura lentamente hasta 100°C; introduciendo constantemente fosgeno y fosgenando a 100°C, hasta que la solución ha quedado clara. Una vez enfriada la solución a 90°C, se incorpora, agitando, a 50 - 100 g de una solución acuosa de metilamina al 33%. El producto blanco precipitado, se filtra, se lava concienzudamente con agua y se recristaliza una vez desde etanol.

Rendimiento después del secado: 38,5 g de N,N-difenil

304287



-N'-metilurea (Akardit II), lo que corresponde 85% de la teoría con relación a la difenilamina empleada.

Punto de fusión: 171 - 171,5°C. (Punto de fusión según datos de la bibliografía: 171,5°C).

5

Ejemplo 2:

La preparación de la fosgenación es la misma que en el Ejemplo 1º.

La solución de cloruro difenilcarbámico se agrega a una solución de 35 g de butilamina en 100 g de agua; se agita durante 10 minutos.

Rendimiento: 47 g de N,N-difenil-N'-butilurea = 87,6% con relación a la difenilamina empleada.

Punto de fusión: 97 - 98°C.

15

Ejemplo 3º :

La preparación de la fosgenación es la misma que en el Ejemplo 1º.

Cantidad de amina empleada: 43 g de amilamina disueltos en 100 g de agua; se agita durante 10 minutos.

Rendimiento: 48 g de N,N-difenil-N'-amilurea = 85% de la teoría.

Punto de fusión: 73 - 74°C.

25

Ejemplo 4º:

La preparación de la fosgenación es la misma que en el Ejemplo 1º.

Cantidad de amina empleada: 46 g de anilina disueltos en 100 g de etanol; se agita durante 1 hora.

30

Rendimiento: 45,5 g de trifenilurea = 79%.

304287



Punto de fusión: 135 -136°C (punto de fusión según datos de la bibliografía: 136°C.).

Las difenilureas sustituidas descritas, encuentran aplicación, por ejemplo, para productos farmacéuticos, como estabilizador para polvos y similares.

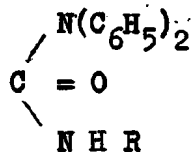
Esta solicitud que corresponde a la presentada en la República Federal Alemana el 14 de Diciembre de 1963, bajo el Núm. N 24.158 IVb/12 o, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

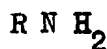
15

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1º.- Un procedimiento para la obtención de compuestos de la fórmula general

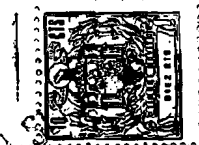


en la que R puede ser alcoholo o arilo, mediante fosgenación de difenilamina y reacción del cloruro difenilcarbámico obtenido con compuestos de la fórmula



304287

en la que R tiene el significado más arriba indicado, carac-



terizado porque el producto final precipita con una gran
pureza y elevado rendimiento, mediante la incorporación
de la solución de cloruro difenilcarbámico, sin previo
aislamiento de dicho producto, directamente en un exceso
5 de una solución acuosa u orgánica del compuesto $R N H_2$.

2º.- Un procedimiento para la obtención de compuestos
de N,N-difenilurea sustituida.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede
y con los fines que se han especificado.

10 Esta Memoria consta de seis hojas escritas a máquina
por una sola cara.

Madrid,

P.A.

23 SEP. 1954

[Handwritten signature]
Prof. Edm.

304287

AVS. M. *[Handwritten initials]*