

mf.

305504



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

a favor de

D. José Antonio BOFILL AUJE y D. José M^e ESPINOS TAYA
-ambos de nacionalidad española- domiciliados el 1^o
en Calle Balmes, 294, BARCELONA, y el 2^o en Calle Porve-
nir, 49, BARCELONA.

por:

"Procedimiento para la preparación de un derivado de la
hidrazina"

-----oOo-----

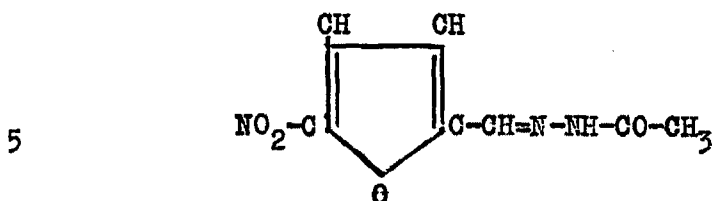
M e m o r i a D e s c r i p t i v a

Esta Patente tiene por objeto un procedi-
miento destinado a preparar un derivado de la hidrazina,

22 001
5 3 5 III

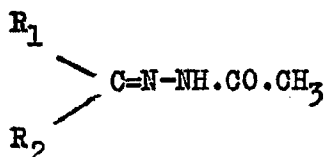
30 5504

concretamente la 5-nitrofurfuriliden-acetilhidrazona
cuya fórmula es



10 Este procedimiento permite preparar, sin necesidad de ulterior purificación, un producto más puro que el que se obtiene mediante la condensación ordinaria del 5-nitrofurfural con la acetilhidrazina. Consiste esencialmente este procedimiento en hacer reaccionar el compuesto bisulfítico del 5-nitrofurfural, fácilmente as-
15 quible y mucho más estable que el nitrofurfural mismo, con una acetilhidrazona más soluble en el medio reaccionante a la temperatura que se opera, que la acetilhidrazona del 5-nitrofurfural; y este producto se separa fácilmente al producirse la doble descomposición.

20 Como acetilhidrazonas pueden emplearse las que proceden de los compuestos carbonílicos corrientes como metil-isobutilcetona, furfural, etc. que responden en general a la fórmula



25 en la que R₁ puede ser hidrógeno o un radical alquílico bajo y R₂ un resto alquílico bajo o radical furánico cuando R₁ es hidrógeno.

30 Según este procedimiento se hacen reaccionar el compuesto bisulfítico del 5-nitrofurfural y la acetilhidrazona correspondiente, en un medio acuoso al que



30 5504
pueden añadirse disolventes o diluyentes orgánicos tales como alcoholes, cetonas, ácido acético, etc., se trabaja a un pH comprendido entre 5 y 7, preferiblemente a un valor próximo a 7, evitando la presencia de ácidos inorgánicos y se mantiene la temperatura de la reacción entre
5 los 10° y los 60°C. Con todo ello se obtiene un producto muy puro.

Para facilitar la comprensión de este procedimiento y sin que ello pueda considerarse en modo alguno limitación de la Patente, se dan como ejemplo las siguientes preparaciones.
10

EJEMPLO

Preparación de la 5-nitrofurfuriliden-acetilhidrazona.

a) Con metil-isobutil-metilen-acetilhidrazona.

15 A 24 gr. de compuesto bisulfítico del 5-nitrofurfural disueltos en 250 ml. de agua, se añade una solución de 18 gr. de metil-isobutil-metilen-acetilhidrazona en 250 ml. de alcohol etílico 25%. Se calienta la solución resultante a 40°-45° y se mantiene a dicha temperatura durante unos treinta minutos, con fuerte agitación.
20 Se deja enfriar, se filtran los cristales amarillos formados, se lavan con agua y alcohol y se secan. Se obtienen unos 18 gr. de 5-nitrofurfuriliden-acetilhidrazona que funde a unos 249°-250°C.

25 b) Con Furfuriliden-acetilhidrazona.

A 24 gr. de compuesto bisulfítico del 5-nitrofurfural disueltos en 250 ml. de agua, se añade una solución de 17 gr. de furfuriliden-acetilhidrazona en 200 ml. de agua y 25 ml. de ácido acético. Se calienta la solución
30 resultante a 40°-45° y se mantiene a esta temperatura



durante unos 30 minutos con fuerte agitación. Se deja enfriar, se filtran los cristales amarillos formados, se lavan con agua y alcohol y se secan. Se obtienen unos 17,5 gr. de 5-nitrofurfuriliden-acetilhidrazona que tam-

5

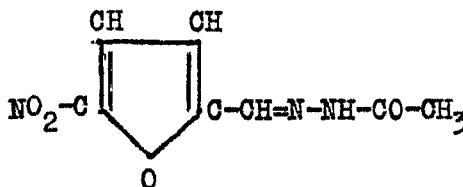
====: N O T A :====

Se reivindica como objeto de esta Patente:

1.- Procedimiento para la preparación de un deriva-

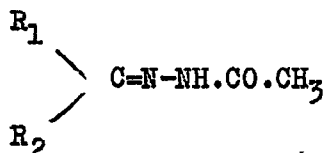
10

do de la hidrazina, concretamente 5-nitrofurfuriliden-acetilhidrazona, cuya fórmula desarrollada es



15

caracterizado por hacer reaccionar una acetilhidrazona de fórmula general



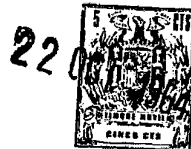
20

(en la que R₁ puede ser hidrógeno o un radical alquílico bajo y R₂ un resto alquílico bajo o radical furánico cuando R₁ es hidrógeno) con el compuesto bisulfítico del 5-nitrofurfural en un disolvente adecuado, a una temperatura comprendida entre los 10° y los 50°C y en un medio cuyo pH esté sensiblemente próximo a 7.

25

2.- Procedimiento para la preparación del derivado de la hidrazina, 5-nitrofurfuriliden-acetilhidrazona según la reivindicación anterior, caracterizado por realizar la reacción en medio acuoso con adición o no de disolventes

30



o diluyentes orgánicos.

30 5504

5

3.- Procedimiento para la preparación del derivado de la hidrazina, 5-nitrofurfuriliden-acetilhidrazona según la reivindicación 1ª, caracterizado por realizar la reacción a una temperatura comprendida entre los 30º y los 45ºC.

10

4.- Procedimiento para la preparación del derivado de la hidrazina, 5-nitrofurfuriliden-acetilhidrazona según la reivindicación 1ª, caracterizado por realizar la reacción a un pH comprendido entre 5 y 7.

5.- Procedimiento para la preparación de un derivado de la hidrazina.

Esta memoria consta de cinco páginas escritas por una sola cara.

15

BARCELONA, 22 de Octubre de 1964

P.A.